

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

WILLIAM LEMOS BEVILAQUA

Observações *in situ* da reação bainítica durante o resfriamento contínuo em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo sob influência de processamento termomecânico

Porto Alegre
2021

WILLIAM LEMOS BEVILAQUA

Observações *in situ* da reação bainítica durante o resfriamento contínuo em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo sob influência de processamento termomecânico

Tese realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul e com a colaboração do *Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien - IWT*, de Bremen, Alemanha, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia.

Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha

Co-orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Porto Alegre
2021

CIP – Catalogação na publicação

Bevilaqua, William Lemos
Observações in situ da reação bainítica durante o resfriamento contínuo em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo sob influência de processamento termomecânico / William Lemos Bevilaqua. -- 2021.
229 f.
Orientador: Alexandre da Silva Rocha.

Coorientador: Afonso Reguly.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, , Porto Alegre, BR-RS, 2021.

1. Reação bainítica. 2. Processamento termomecânico. 3. Resfriamento contínuo. 4. Dilatometria. 5. Difração de raios-X síncrotron in situ. I. da Silva Rocha, Alexandre, orient. II. Reguly, Afonso, coorient. III. Título.

WILLIAM LEMOS BEVILAQUA

**Observações *in situ* da reação bainítica durante o resfriamento
contínuo em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo sob influência de processamento
termomecânico**

Esta tese foi analisada e julgada adequada para o Título de Doutor em Engenharia – Área de concentração: Processos de Fabricação, aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha (PPGE3M – UFRGS)
Orientador

Prof. Dr. Afonso Reguly
Coordenador do PPGE3M – UFRGS

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Cristiano José Scheuer (UFSC)

Prof. Dr. Juan Carlos Garcia de Blás (UFRJ)

Prof. Dr. Oscar Balancin (UFSCar)

Prof. Dr. Rafael Menezes Nunes (UFRGS)

Porto Alegre
2021

A:
Inez Lemos Bevilaqua
Juremar Juarez Bolzan Bevilaqua.

AGREDECIMENTOS

A Deus por tudo.

Aos meus pais, Inez e Juremar, pelo apoio em todas as etapas da minha vida.

À Universidade Federal de Santa Maria e ao Colégio Técnico Industrial de Santa Maria pela oportunidade de afastamento para qualificação.

Ao meu orientador Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha pela oportunidade de trabalhar no projeto BRAGECRIM, pela orientação e também pela confiança depositada em meu trabalho.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Afonso Reguly pela motivação e confiança depositada em minhas ideias.

Ao instituto *Deutsches Elektronen-Synchrotron* (DESY) pelo apoio técnico e tempo de linha de luz fornecido, em especial ao Dr. Andreas Stark (*Helmholtz-Zentrum Geesthacht*) pela grande ajuda durante as medições de difração síncrotron.

Ao Jérémy Epp por me receber no Departamento de Análise Física do *Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien - IWT*, pelos conhecimentos compartilhados, apoio durante os experimentos de difração síncrotron e pelas valiosas discussões sobre os resultados experimentais.

Ao Heiner Meyer pela ajuda durante os experimentos de difração síncrotron, conhecimentos compartilhados e valiosa ajuda na etapa de processamento de dados.

Ao Hans Roelofs pelo fornecimento da liga de aço ao projeto BRAGECRIM.

A Juan Dong pela ajuda durante os experimentos de difração síncrotron e também pelo auxílio durante as caracterizações realizadas no instituto IWT.

A Petra Meier pela ajuda nas análises via EBSD e Christian Mahnke pelo apoio nas caracterizações por MEV.

À CAPES, pela concessão da bolsa de doutorado sanduíche (processo 88887.197503/2018-00) e pelo suporte financeiro ao projeto BRAGECRIM (processo 88881.142485/2017-01, auxílio 1844/2017).

A todos os colegas do grupo GES-LdTM que contribuíram para a realização deste trabalho.

A Ana Maria e Eduardo pela amizade e por me receberem na cidade de Porto Alegre inúmeras vezes.

Aos Professores Drs. Cristiano José Scheuer, Juan Carlos Garcia de Blás, Oscar Balancin e Rafael Menezes Nunes pelas importantes contribuições na avaliação final deste trabalho.

Ao Rodrigo Afonso Hatwig e Tâmie de Souza Perozzo por me receberem na cidade de Bremen.

Aos professores(as) e colaboradores(as) do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M da UFRGS.

RESUMO

Os aços bainíticos isentos de carbonetos têm despertado grande interesse científico e tecnológico, devido à excelente combinação de alta resistência e ductilidade alcançada de forma relativamente econômica. Neste contexto, os efeitos combinados do processamento termomecânico com resfriamento contínuo têm sido pouco explorados, embora tais processos apresentem grande interesse em escala industrial. Neste trabalho a evolução microestrutural durante a reação bainítica sob condições de processamento termomecânico com resfriamento contínuo foi estudada em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo. Os tratamentos termomecânicos foram conduzidos de modo a simular operações de forjamento (compressão uniaxial a 950, 850 e 500 °C) com resfriamento contínuo controlado. Um tratamento termomecânico específico com deformação no campo bainítico (500 °C) foi conduzido com intuito de estudar as características da transformação dinâmica (durante a deformação plástica) da austenita em bainita. A evolução microestrutural durante todas as etapas de processamento foi caracterizada por medições simultâneas de dilatométrica e difração de raios-X síncrotron *in situ* de alta energia. As investigações foram complementadas por análises *ex situ* empregando microscopia eletrônica de varredura, difração de elétrons retroespalhados e medições de dureza. Os resultados obtidos mostram que a expansão macroscópica do corpo de prova, mensurada durante a reação bainítica na austenita deformada, não apresenta uma relação direta com a fração volumétrica de ferrita bainítica. A cinética da reação bainítica é retardada tanto pela deformação da austenita em alta temperatura, como também pela formação significativa de ferrita proeutetóide. A cinética obtida por medições de dilatométrica (análise global) é condizente com aquela investigada por difração de raios X síncrotron (análise local), exceto quando a reação bainítica é precedida por uma quantidade significativa de ferrita proeutetóide, ou deformação em baixa temperatura (500 °C). O enriquecimento de carbono da austenita continua mesmo após a reação bainítica atingir o período de estase. O efeito do carbono na expansão do parâmetro de rede da austenita foi mais pronunciado na amostra não deformada do que nas amostras previamente deformadas. Verificou-se que a cinética da transformação dinâmica da bainita é 11 vezes mais rápida do que a transformação isotérmica convencional. A transformação dinâmica da bainita pode representar uma importante estratégia visando processos de manufatura com eficiência energética, uma vez que a reação bainítica pode ser obtida em larga escala e de forma simultânea à etapa de deformação plástica.

Palavras-chave: Reação bainítica, processamento termomecânico, resfriamento contínuo, evolução microestrutural, dilatométrica, difração de raios-X síncrotron *in situ*.

ABSTRACT

Carbide-free bainitic steels have received significant attention in scientific and technological areas due to good combination of strength and ductility obtained in an economic way. In this context, the combinative effects of thermomechanical processing with continuous cooling have not been explored, despite the fact that such processes are of great interest in industrial scale. In this work the microstructural evolution during the bainitic reaction under thermomechanical processing and continuous cooling was investigated in a C-Mn-Si-Cr-Mo steel. Thermomechanical treatments were performed in order to simulate hot forging operations (uniaxial deformation at 950, 850 e 500 °C) with controlled continuous cooling. A specific thermomechanical treatment schedule was designed in the bainitic phase field in order to study the characteristics of dynamic transformation (taking place during plastic deformation) of austenite to bainite. The microstructural evolution during all process steps was characterized using dilatometry and *in-situ* high-energy synchrotron X-ray diffraction. The investigations are complemented with *ex situ* analysis using scanning electron microscopy, electron backscattered diffraction, and hardness measurements. The results indicate that the kinetics of bainite is retarded by the previous high temperature deformation of austenite as well the formation of a significant amount of proeutectoid ferrite. Kinetics of bainitic reaction obtained by dilatometric measurements (global analysis) is consistent with that investigated by synchrotron X-ray diffraction (local analysis), except when bainite reaction is preceded by a significant amount of proeutectoid ferrite or austenite deformation at low temperature (500 °C). Carbon enrichment of austenite continues even after the bainite reaches the transformation stasis. The effect of carbon in austenite lattice expansion was more pronounced in the undeformed specimen than in the deformed ones. It was found that the kinetics of dynamic transformation of bainite is 11 times faster than the conventional isothermal transformation. The dynamic transformation of bainite can represent an important strategy for energy efficient manufacturing processes since the bainitic reaction can be obtained in large scale simultaneously with the plastic deformation process.

Keywords: Bainitic reaction, thermomechanical processing, continuous cooling, microstructural evolution, dilatometry, *in situ* synchrotron X-ray diffraction.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1. Número crescente de documentos publicados relacionados à bainita de 1930 a 2020. Dados extraídos da Web Science com “Bainite” como “Tópico” em 25 de maio de 2021. Fonte: Elaborado pelo autor. 37
- Figura 2. Ilustração esquemática apresentando os estágios iniciais da transformação bainítica. Subunidades nucleadas no contorno de grão austenítico são representadas em cinza, enquanto as subunidades representadas em azul são formadas a partir das subunidades prévias. Tempo $t_1 < t_2 < t_3 < t_4$. Fonte: Adaptado da referência (59). 38
- Figura 3. Microestrutura da bainita isenta de carbonetos obtida por microscopia eletrônica de transmissão mostrando as placas de ferrita bainítica alternadas com filmes de austenita retida. Fonte: Adaptado da referência (69). 40
- Figura 4. Relação entre alongamento total e limite de resistência à tração de acordo com (a) sua classificação e (b) sua microestrutura correspondente. IF: interstitial free steel; HSLA: high strength low alloyed steel; DP: dual phase steel; CP: complex phase steel; Mart: martensitic steel; TRIP: transformation-induced plasticity steel; TWIP: twinning-induced plasticity steel; CFB: carbide-free bainitic steel; Q&P: quenching and partitioning steel. Fonte: Adaptado da referência (71). 41
- Figura 5. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da bainita granular em um aço 30CrNi3MoV resfriado a 3 °C/min: (a) constituinte M/A distribuído de forma aleatória, e (b) constituinte M/A distribuído de forma orientada. Fonte: Adaptado da referência (74). 42
- Figura 6. (a) Dilatação da amostra em função da temperatura obtida nos ensaios de dilatométrica de um aço CrMoV sob diferentes taxas de resfriamento, onde as setas indicam o início da transformação bainítica. (b) Taxa de dilatação como uma função da temperatura durante o resfriamento com 17,91 °C/min, 6,51 °C/min e 2,83 °C/min. Fonte: Adaptado da referência (75). 43
- Figura 7. Cinética da transformação bainítica como uma função da temperatura de austenitização sob diferentes taxas de resfriamento de (a) e (d) 0,5 °C/s; (b) e (e) 3 °C/s; (c) e (f) 10 °C/s. Fonte: Adaptado da referência (76). 44
- Figura 8. Variação do comprimento ΔL (símbolos fechados), e curva derivativa, $d(\Delta L)/dt$ (símbolos abertos), como uma função da temperatura para taxas de resfriamento entre 2 e 0,43 K/s. O termo “2nd Onset” indicado em (d), (e) e (f) se refere ao segundo ponto de inflexão detectado na curva derivativa durante a transformação bainítica. Fonte: Adaptado da referência (19). 46
- Figura 9. Fração de ferrita bainítica (f_α), e taxa de transformação (df_c/dt) como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo com taxas de resfriamento de (a) 0,1 K/s, (b) 1 K/s e (c) 20 K/s. As setas apontadas para baixo em cada gráfico f_α -T indicam

os pontos de inflexão da transformação, enquanto que as setas apontadas para cima indicam o pico na taxa de transformação em cada curva df/dt . Fonte: Adaptado da referência (79)..... 47

Figura 10. Fração transformada de fase obtida a partir das curvas de dilatométrica como uma função da temperatura sob diferentes taxas de resfriamento. O estágio de estagnação é indicado por “ ΔT ” ou por uma transição (indicada pela seta) na curva temperatura-fração. Fonte: Adaptado da referência (80). 48

Figura 11. Micrografia obtida por microscopia óptica da microestrutura bainítica mostrando as bandas de segregação (direção vertical). O retângulo em branco indica a área para análise microestrutural comparativa entre as bandas e a matriz). Ataque nital 2%. Fonte: Adaptado da referência (81)..... 49

Figura 12. Representação esquemática dos campos de difusão de carbono em (a) grão grosseiros, e (b) grão refinados de austenita. Fonte: Adaptado da referência (82). 50

Figura 13. Figuras de polo inverso de microestruturas bainíticas obtidas por resfriamento contínuo: (a) 2 °C/s; (b) 10 °C/s. Fonte: Adaptado da referência (21)..... 51

Figura 14. Microestruturas obtidas por resfriamento contínuo (0,05, 1, 5, 10 e 25 °C.s⁻¹) a partir da austenita não deformada ($\epsilon=0$) e deformada ($\epsilon=0,3$) em uma aço com 0,06 wt.% C. Os sinais (+) e (-) são indicações de uma maior ou menor fração volumétrica de um dado constituinte, respectivamente. HV₁₀ (canto inferior esquerdo nas ilustrações) representa a dureza Vickers com carga de 10 Kg. Ferrite: ferrita; granular bainite: bainita granular; Lath-like bainite: bainita com morfologia de ripas; Martensite: martensita. Fonte: Adaptado da referência (72)..... 53

Figura 15. Temperatura de início da transformação bainítica (Bs) em função da taxa de resfriamento em um aço com 0,06 wt.% C, com e sem efeito da deformação prévia da austenita. ΔT_{Bs} representa a diferença de temperatura Bs para uma determinada taxa de resfriamento entre a austenita deformada em relação a não deformada. Fonte: Adaptado da referência (21)..... 54

Figura 16. Representação esquemática dos diferentes estágios da formação da bainita em um grão austenítico (previamente deformado), com as contribuições dominantes para a estabilização mecânica indicadas em diferentes estágios da transformação. Fonte: Adaptado da referência (27). 56

Figura 17. Dilatação nas direções longitudinais (L) e diagonal (D), e mudança de volume (V) para o corpo de prova não deformado (A0) e deformado com 20% em compressão (A20), durante a reação bainítica isotérmica em um aço Fe-0,95C-1,42Si-1,82Mn-0,93Cr-0,24Mo-1,34Co-1,05Al (wt.%). Fonte: Adaptado da referência (44)..... 57

Figura 18. Relação entre austenita retida em (a) e densidade de discordâncias na ferrita bainítica em (b) como uma função da taxa de resfriamento. Fonte: Adaptado da referência (24). 58

- Figura 19. Variação da temperatura de início e fim da reação bainítica durante o resfriamento contínuo em função do tempo de permanência na temperatura isotérmica após a etapa de deformação ($\varepsilon = 70\%$ em $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ com taxa de resfriamento de $40\text{ }^{\circ}\text{C/s}$). Fonte: Adaptado da referência (91). 60
- Figura 20. Fração de área mensurada do constituinte MA como uma função da taxa de resfriamento e microestruturas correspondentes obtidas com e sem deformação. Os constituintes MA aparecem como partículas claras em alto relevo nas micrografias. Fonte: Adaptado da referência (92). 61
- Figura 21. Ilustração esquemática simplificada de um anel de armazenamento para radiação síncrotron. Fonte: Adaptado da referência (95). 63
- Figura 22. Evolução da fração volumétrica de ferrita em (a), parâmetro de rede da austenita em (b) e parâmetro de rede da ferrita (c), durante o resfriamento contínuo a partir da austenita deformada em compressão com reduções de 0, 10 e 30 %. Fonte: Adaptado da referência (104). 66
- Figura 23. Evolução da fração de ferrita bainítica (f_{α_b}) em (a), taxa de transformação df_{α_b}/dt em (b), e parâmetro de rede da ferrita bainítica (c), durante o resfriamento contínuo ($10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$) sob diferentes níveis de tensões trativas constantes. Fonte: Adaptado da referência (105). 67
- Figura 24. (a) Variação de $\Delta 2\theta$ em função da temperatura para a reflexão $\{220\}\gamma$. (b) Variação de $\Delta 2\theta$ para os picos de bainita $\{211\}\alpha_b$ e martensita $\{211\}\alpha'$ em função da temperatura. “M” e “B” representam a transformação martensítica (25 K/s) e bainítica (10 K/s), respectivamente, e 0 e 30 N indicam a tensão externa aplicada. Fonte: Adaptado da referência (102). 68
- Figura 25. Variação de $\Delta 2\theta$ para a reflexão $\{200\}\gamma$ como uma função da fração de bainita (f_{α_b}) durante o resfriamento contínuo ($10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$). Sobre a curva são demarcados cinco estágios referentes a evolução da transformação bainítica e seus efeitos sobre o alargamento do pico da austenita. Fonte: Adaptado da referência (103). 69
- Figura 26. Evolução microestrutural durante a reação bainítica para diferentes taxas de resfriamento em um aço com 0,28 wt.% C: (a) Fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}), onde γ_R representa a quantidade de austenita retida na microestrutura final; (b) teor de carbono em solução na austenita ($C\gamma$); e (c) FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$. Notar que a escala do eixo das abscissas em (a) é diferente de (b) e (c). As setas em (a) representam pontos de inflexão sobre a curva f_{α_b} , enquanto as setas curvas em (c) representam a tendência de redução nos valores de FWHM. Fonte: Adaptado da referência (19). 71
- Figura 27. Comparação das medições realizadas por difração de raios-X síncrotron in situ (SXRD) e dilatometria (Dil) durante o resfriamento contínuo em um aço de baixo carbono resfriado a 0,1, 1 e $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$. O termo strain (ε) se refere a variação do volume específico durante a transformação de fase. A abreviação “w/o C” se refere a dilatação relativa do volume investigado por difração síncrotron, sem o efeito do enriquecimento de carbono

da austenita. $a\alpha$ e $a\gamma$ se referem ao parâmetro de rede da ferrita e austenita, respectivamente. Fonte: Adaptado da referência (20). 72

Figura 28. (a) Expansão macroscópica decorrente da transformação martensítica em uma amostra resfriada a 10 °C/s após deformação em compressão a 1050 °C (40%). (b) Temperatura M_s (calculada de acordo com a Equação 4) em função de vários teores de carbono em solução sólida na austenita (x_C). Fonte: Elaborado pelo autor. 75

Figura 29. (a) Macrografia da seção transversal (corte A) e (b) longitudinal (corte A-A) da matéria prima (barra cilíndrica) na condição como recebida. A seta em (a) indica a macrosegregação. (c) Microestrutura obtida por microscopia óptica da região indicada em (b), onde o detalhe em (c) apresenta a caracterização química quantitativa pontual da matriz e banda de segregação. Fonte: Figuras (a) e (b) elaboradas pelo autor e (c) fornecidos pelo fabricante do aço. 76

Figura 30. (a) Orientação dos corpos de prova extraídos da barra cilíndrica; (b) Detalhamento do corpo de prova. Fonte: Elaborado pelo autor. 77

Figura 31. Representação esquemática do aparato experimental (fonte de radiação, dilatômetro e detector 2D) empregado para o monitoramento in situ das transformações de fase durante os tratamentos térmicos/termomecânicos. Fonte: Elaborado pelo autor. 80

Figura 32. (a) Processo de extrapolação da expansão térmica da fase alfa e gama. (b) variação de comprimento relativo da amostra durante o resfriamento contínuo com a respectiva curva de fração transformada obtida pela regra da alavanca. Fonte: Elaborado pelo autor. 82

Figura 33. Variação de comprimento relativo durante o resfriamento contínuo sobreposto com as linhas de expansão térmica linear e não-linear para as fases γ e α . Fonte: Elaborado pelo autor. 83

Figura 34. Padrão de difração 2D obtido na amostra de hexaboreto de lantânio (LaB_6). Fonte: Elaborado pelo autor. 84

Figura 35. Padrão de difração 2D em (a) e 1D em (b). A sequência dos anéis de difração indicada pela seta em (a) corresponde aos picos de difração identificados em (b). O detalhe em (b) indica a reflexão referente as inclusões de sulfeto de manganês (MnS) na posição 2θ de 2,76°. Fonte: Elaborado pelo autor. 85

Figura 36. (a) Padrão de difração 1D da amostra LaB_6 . (b) FWHM dos respectivos picos apresentados no difratograma em (a) em função da posição 2θ . A linha tracejada representa o ajuste linear dos dados. Fonte: Elaborado pelo autor. 86

Figura 37. Representação esquemática das faixas angulares integradas sobre os anéis de Debye-Scherrer (0, 45 e 90°). O símbolo “ ψ ” representa o ângulo azimutal e a seta indica o sentido de integração das intensidades. Fonte: Elaborado pelo autor. 87

- Figura 38. Padrões de difração adquiridos in situ na condição como recebido em (a) e durante as etapas de aquecimento em (b e c) e resfriamento em (d-e-f). A qualidade dos refinamentos Rietveld é representada pelo fator R_{wp} e fração residual (forma gráfica), para cada condição experimental. Devido a pequena fração residual, as diferenças entre os difratogramas medidos e os calculados não podem ser distinguidas claramente. Fonte: Elaborado pelo autor..... 89
- Figura 39. Evolução do parâmetro de rede da austenita em função da temperatura durante o resfriamento ($10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$). Fonte: Elaborado pelo autor..... 91
- Figura 40. Processo de extrapolação do parâmetro de rede da austenita (dados de difração) até a temperatura ambiente. 93
- Figura 41. (a) Representação esquemática do corpo de prova (CP) com o feixe de raios-X incidente e (b) seção longitudinal do CP (não deformado – linha cheia / deformado – linha pontilhada), onde é indicada a região das caracterizações ex situ (MEV, EBSD e dureza HV). Fonte: Elaborado pelo autor..... 95
- Figura 42. (a) Temperatura em função do tempo durante o aquecimento da amostra com taxa de $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$. O detalhe em (a) apresenta uma variação de temperatura em aproximadamente $748\text{ }^{\circ}\text{C}$. (b) variação de comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) e curva derivativa ($d\Delta L/l_0 / dT$) como uma função da temperatura. O detalhe em (b) apresenta pontos de inflexão associado a transformação de fase. (c) potência de indução requerida durante o aquecimento da amostra como uma função da temperatura. Fonte: Elaborado pelo autor..... 98
- Figura 43. Variação de comprimento relativo da amostra durante a formação na austenita comparada com os dados de um aço de médio carbono ($0,36\text{ wt.}\%$) (119) e baixo teor de carbono ($0,23\text{ wt.}\%$) (28). As setas indicam a temperatura de início da contração macroscópica. AR se refere a quantidade de austenita retida na microestrutura inicial. Fonte: Elaborado pelo autor com dados extraídos das referências (119) e (28)..... 99
- Figura 44. Evolução da fração volumétrica de fases, determinada de acordo com os dados de difração, como uma função da temperatura durante a etapa de aquecimento até $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor..... 100
- Figura 45. Compilação de difratogramas evidenciando a precipitação de cementita (símbolo \blacklozenge) durante a etapa de aquecimento. A seta indica a reflexão das inclusões de sulfeto de manganês (MnS). Fonte: Elaborado pelo autor. 101
- Figura 46. (a) Compilação de difratogramas obtidos durante a etapa de austenitização, onde as temperaturas Ac_1 e Ac_3 foram determinadas de acordo com os dados de difração síncrotron. (b) fração volumétrica de austenita (f_{γ}) obtida por radiação síncrotron e variação do comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$ - dilatométrica) em função da temperatura durante a formação da austenita. A região sombreada em (b), define a faixa

de temperatura onde a cementita é qualitativamente identificada nos difratogramas apresentados em (a). Fonte: Elaborado pelo autor. 102

Figura 47. Evolução do parâmetro de rede γ e α , na condição como mensurado, como uma função da temperatura durante a etapa de aquecimento até 1050 °C. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor. 103

Figura 48. (a) Evolução do parâmetro de rede da austenita ($a\gamma$) sem o efeito da expansão térmica. A região ampliada em (a) mostra a expansão abrupta de $a\gamma$ (austenita retida) durante a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$. (b) evolução do teor de carbono em solução sólida na austenita baseado no parâmetro de rede. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. A linha pontilhada vertical em (b) indica a temperatura na qual a formação de cementita é detectada qualitativamente nos padrões de difração. Fonte: Elaborado pelo autor. 104

Figura 49. Evolução do FWHM das reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$ durante a etapa de aquecimento até 1050 °C. A linha pontilhada vertical indica a temperatura na qual a formação de cementita é detectada qualitativamente nos padrões de difração. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor. 105

Figura 50. Evolução da fração volumétrica de austenita ($f\gamma$) com o respectivo teor de carbono em solução ($C\gamma$) e FWHM do pico de difração $\{220\}$ durante a formação da austenita. Fonte: Elaborado pelo autor. 106

Figura 51. Variação do comprimento relativo ($\Delta L/l_0$) obtido por dilatometria como uma função da temperatura durante o aquecimento da amostra. O eixo y secundário do gráfico apresenta a variação do volume específico total ($\Delta V/V_0$) calculado com base nos dados de difração. O detalhe ampliado na figura mostra a etapa de formação da austenita. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor. 107

Figura 52. (a) Comparação da fração transformada de austenita ($f\gamma$) durante a etapa de austenitização determinada com base nos padrões de difração síncrotron e pela curva de dilatometria. (b) curvas de dilatometria deslocadas em relação ao eixo das abscissas de forma a coincidir com a temperatura de 749 °C (Ac_1). A região delimitada pelo retângulo pontilhado em (b) indica a discrepância entre os dados experimentais. Fonte: Elaborado pelo autor. 109

Figura 53. Representação esquemática dos tratamentos termomecânicos realizados no dilatômetro Bähr: (a) $\epsilon = 0\%$; (b) $\epsilon = 40\%$ (950 °C-0,05 s⁻¹); (c) $\epsilon = 40\%$ (950 °C-0,01 s⁻¹); (d) $\epsilon = 40\%$ (950 °C-0,05 s⁻¹) - 1 °C/s; (e) $\epsilon = 40\%$ (850 °C-0,05 s⁻¹). T_{Def} , ϵ e $\dot{\epsilon}$, representam, respectivamente, temperatura de deformação, redução e taxa de deformação. Fonte: Elaborado pelo autor. 111

Figura 54. Curvas tensão-deformação verdadeira de acordo com a temperatura de deformação e taxa de deformação empregadas. Curvas obtidas a partir dos sinais de força e deslocamento registrados pelo dilatômetro. Fonte: Elaborado pelo autor. 112

Figura 55. Variação do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$, medido nos padrões de difração síncrotron 1D, como uma função da deformação verdadeira de acordo com as temperaturas e taxas de deformação empregadas. Fonte: Elaborado pelo autor. 113

Figura 56. Representação 2D dos anéis de difração $\{111\}\gamma$, $\{200\}\gamma$ e $\{220\}\gamma$ adquiridos a 550 °C (após a etapa de deformação). O gráfico 1D, associado a cada mapa 2D, apresenta a distribuição de intensidades máximas sobre o ângulo azimutal (ψ). (a) $\varepsilon=0\%$; (b) $\varepsilon=40\%$ (950 °C-0,01 s⁻¹); (c) $\varepsilon=40\%$ (950 °C-0,05 s⁻¹) e (d) $\varepsilon=40\%$ (850 °C-0,05 s⁻¹). O ângulo azimutal de 0° e 90° representa a direção axial e radial, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor. 115

Figura 57. Evolução da fração volumétrica de fase como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo. A linha pontilhada vertical representa a transição na taxa de resfriamento de 10 ou 1 °C/s para 0,5 °C/s. α_b e α_P representam ferrita bainítica e ferrita proeutetóide, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor. 117

Figura 58. Evolução da fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) em (a) e sua correspondente taxa de transformação em (b) como uma função do tempo durante o resfriamento contínuo. O tempo $t=0$ indica o início da transformação de fase (primeira medição diferente de zero). α_b e α_P representam ferrita bainítica e ferrita proeutetóide, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor. 118

Figura 59. Taxa de formação da ferrita bainítica (df_{α_b}/dt) como uma função de sua fração volumétrica (f_{α_b}). A fração volumétrica de ferrita proeutetóide (α_P) é indicada para as condições experimentais $\varepsilon=40\%$ (950 °C - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s e $\varepsilon=40\%$ (850 °C - 0,05 s⁻¹). Fonte: Elaborado pelo autor. 119

Figura 60. Representação esquemática da densidade de nucleação da ferrita bainítica (α_b) em um grão de austenita: (a) com deformação prévia da austenita; (b) sem deformação da austenita; e (c) com deformação prévia da austenita e subsequente formação substancial de ferrita proeutetóide (α_P). Os campos de difusão do carbono nas interfaces γ/α_b e γ/α_P são representados por contornos sombreados (tons de cinza mais escuro). Fonte: Elaborado pelo autor. 121

Figura 61. (a) Evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ) na condição como mensurado durante o resfriamento contínuo. (b) Detalhe da evolução de a_γ para a condição $\varepsilon=40\%$ (950 °C - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s, durante o resfriamento de 950 °C até 600 °C. A fração volumétrica de ferrita proeutetóide (α_P) é indicada em (a) para as condições experimentais $\varepsilon=40\%$ (950 °C - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s e $\varepsilon=40\%$ (850 °C - 0,05 s⁻¹). Fonte: Elaborado pelo autor. 122

Figura 62. Variação absoluta do parâmetro de rede da austenita (corrigido pela expansão térmica) como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo (0,5 °C/s). A linha vertical pontilhada indica o período de estagnação da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor. 123

- Figura 63. Teor de carbono em solução sólida na austenita como uma função da temperatura. A fração volumétrica de fase é indicada na temperatura de 300 °C, onde a linha pontilhada indica o período de estase da reação bainítica. A seta voltada para baixo indica a temperatura média de início da reação bainítica entre as condições experimentais. Fonte: Elaborado pelo autor..... 124
- Figura 64. Desenho esquemático ilustrando o particionamento de carbono da ferrita bainítica para a austenita adjacente nas condições: (a) sem deformação, e (b) com deformação prévia. Fonte: Elaborado pelo autor..... 126
- Figura 65. Teores de carbono em solução sólida na austenita não transformada (C_γ) e fração volumétrica de fase (f) como uma função da temperatura: (a) $\varepsilon=0\%$; (b) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C} - 0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s ; e (e) $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$). Taxa de resfriamento de $0,5\text{ °C/s}$, exceto na faixa de temperatura indicada em (d). Fonte: Elaborado pelo autor. 127
- Figura 66. Evolução do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante o resfriamento contínuo. O detalhe apresenta a evolução do FWHM durante a formação da ferrita proeutetóide para as condições experimentais $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s e $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$). Fonte: Elaborado pelo autor..... 128
- Figura 67. Teor de carbono da austenita e variação absoluta do FWHM $\{220\}\gamma$ como uma função da temperatura durante a reação bainítica ($0,5\text{ °C/s}$): (a) $\varepsilon=0\%$; (b) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s ; (e) $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$). A seta e a linha vertical pontilhada indicam, respectivamente, o início da transformação e o período de estase em cada figura. Fonte: Elaborado pelo autor. 129
- Figura 68. Variação total do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante a reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor..... 130
- Figura 69. Variação total do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante o resfriamento contínuo (regime de estase da reação bainítica) a partir do ponto de máximo alargamento de pico. Fonte: Elaborado pelo autor. 132
- Figura 70. Evolução do FWHM $\{211\}\alpha$ durante o resfriamento contínuo. A linha pontilhada vertical indica a temperatura de mudança na taxa de resfriamento de 10 ou 1 °C/s para $0,5\text{ °C/s}$. Fonte: Elaborado pelo autor..... 133
- Figura 71. Variação total do FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ durante o resfriamento contínuo a partir do início da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor. 135
- Figura 72. Cinética da reação bainítica ($\varepsilon=0\%$ e $\varepsilon=40\%$) durante o resfriamento contínuo ($0,5\text{ °C/s}$). (a) fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}), (b) teor de carbono em solução sólida na austenita e (c) variação absoluta do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$. Fonte: Elaborado pelo autor com dados extraídos da referência (19). 136

Figura 73. Variação do comprimento relativo da amostra obtida pelos ensaios de dilatométrica durante o resfriamento contínuo. Setas verticais indicam pontos de inflexão associados à transformação de fase no campo γ/α_P . A região sombreada pelos círculos indica a expansão do corpo de prova, resultante da mudança na taxa de resfriamento de 10 °C/s para 0,5 °C/s. Fonte: Elaborado pelo autor..... 138

Figura 74. (a) Variação de comprimento relativo da amostra registrado pelos ensaios de dilatométrica durante a reação bainítica. (b) Fração volumétrica de ferrita bainítica determinada pelos dados de difração como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo. Fonte: Elaborado pelo autor. 139

Figura 75. Variação do comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$ – dilatométrica) como uma função da temperatura. O eixo y secundário apresenta a variação de volume específico total ($\Delta V/V_0$) calculado de acordo com os dados de difração, considerando ou não o enriquecimento por carbono da austenita: (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 40\%$ (950 °C-0,05 s⁻¹); (c) $\varepsilon = 40\%$ (950 °C-0,01 s⁻¹); (d) $\varepsilon = 40\%$ (950 °C-0,05 s⁻¹) - 1 °C/s; (e) $\varepsilon = 40\%$ (850 °C-0,05 s⁻¹). Taxa de resfriamento diferente de 0,5 °C/s é indicada nesta figura. Fonte: Elaborado pelo autor. 141

Figura 76. Fração transformada obtida por dilatométrica (expansão linear e não-linear) e difração síncrotron durante o resfriamento contínuo para as condições: (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹); (c) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,01 s⁻¹); (d) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s; (e) $\varepsilon = 850$ °C (40% - 0,05 s⁻¹). Taxa de resfriamento diferente de 0,5 °C/s é indicada nesta figura. Fonte: Elaborado pelo autor. 144

Figura 77. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura após os ensaios in situ: (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹); (c) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,01 s⁻¹); (d) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s; (e) $\varepsilon = 850$ °C (40% - 0,05 s⁻¹). Ferrita proeutetóide (α_P) é indicada nas micrografias em (d) e (e). BG e BR indicam bainita granular e bainita em forma de ripas, respectivamente. DC indica direção de compressão (b, c, d, e). Fonte: Elaborado pelo autor..... 147

Figura 78. Macrografia da seção longitudinal: (a) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s; (b) $\varepsilon = 850$ °C (40% - 0,05 s⁻¹); (c) detalhe da região indicada em (a), mostrando o gradiente macroestrutural próximo à extremidade do corpo de prova. A linha amarela tracejada em (a) e (c) delimita a região com diferentes macroestruturas. Ataque nital 3%. DC indica direção de compressão. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão das medições de dureza. Fonte: Elaborado pelo autor..... 150

Figura 79. Mapa de orientação cristalográfica gerado para as condições: (a) $\varepsilon = 0\%$ e (b) $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹). DC indica a direção de compressão. Fonte: Elaborado pelo autor..... 151

Figura 80. Figuras de polo da ferrita bainítica em (a) e (b), com as respectivas figuras de polo inverso em (c) e (d). $\varepsilon = 0\%$ (a) e (c) e $\varepsilon = 950$ °C (40% - 0,05 s⁻¹) em (b) e (d). Fonte: Elaborado pelo autor..... 152

Figura 81. (a-b) Mapa de fases gerado para ferrita bainítica (α_b) e austenita retida (γ_R); (c-d) desorientação média de Kernel para α_b ; (e-f) mapa de qualidade de imagem para α_b ; e (g) distribuição de desorientação dos contornos para α_b . $\varepsilon=0\%$ (a, c, e) e $\varepsilon=950^\circ\text{C}$ ($40\% - 0,05\text{ s}^{-1}$) (b, d, f). DC indica direção de compressão (b, d, f). Fonte: Elaborado pelo autor.

154

Figura 82. Representação esquemática das rotas de processamento desenvolvidas ($\varepsilon=0\%$, $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$)) para o estudo da transformação dinâmica da austenita em bainita. Desenho esquemático ilustrando um grão austenítico com a respectiva microestrutura, formada ao final da etapa isotérmica no tratamento $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$). α_b , γ_R e γ_{CG} representam ferrita bainítica, austenita retida e contorno de grão austenítico, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor.

160

Figura 83. Evolução da microestrutura durante a etapa isotérmica a 500°C ($\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$)): (a) Fração de ferrita bainítica ($f\alpha_b$) e teor de carbono em solução sólida na austenita como uma função do tempo. (b) Variação de comprimento relativo da amostra em função do tempo. Fonte: Elaborado pelo autor.

161

Figura 84. Evolução da temperatura dos corpos de prova em função da deformação verdadeira a 500°C . Fonte: Elaborado pelo autor.

162

Figura 85. Difractogramas obtidos ao longo da etapa de deformação a 500°C : (a) $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) e (b) $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$). A seta indica a reflexão referente a inclusão de sulfeto de manganês (MnS). As linhas verticais pontilhadas indicam as posições esperadas para os picos de Fe_3C . Fonte: Elaborado pelo autor.

163

Figura 86. (a) e (c) curva tensão-deformação verdadeira, (b) e (d) fração volumétrica de ferrita bainítica como uma função da deformação verdadeira a 500°C . A linha vertical em (a) e (b) representa o início da transformação dinâmica da bainita. As linhas pontilhadas verticais sobrepostas no gráfico (d) indicam os pontos de inflexão na taxa de transformação. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor.

165

Figura 87. Variação da fração volumétrica de ferrita bainítica a 500°C na condição experimental $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) em comparação com o tratamento isotérmico de referência ($\varepsilon=0\%$). Os dados são comparados com a transformação bainítica isotérmica (490°C e 460°C - sem deformação) em um aço de baixo carbono (35). Para todos os conjuntos de dados, o tempo de referência $t=0\text{ s}$ é contado após 32 s na temperatura isotérmica (ver tratamento $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) na Figura 82). Os estágios da deformação (0, 10 e 20%) são indicados durante a transformação dinâmica. Fonte: Elaborado pelo autor com dados da referência (35).

166

Figura 88. Evolução do parâmetro de rede médio da austenita em (a) e (c) e ferrita bainítica em (b) e (d), como uma função da deformação verdadeira. As orientações axial, radial e 45° são relacionadas à direção de compressão no corpo de prova. A linha vertical em (a) e (b) representa o início da transformação dinâmica da bainita. O limite elástico

da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor. 168

Figura 89. Evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ - axial e radial) e ν (a_γ) (considerando a razão de Poisson) como uma função da deformação verdadeira. A linha pontilhada vertical em (a) representa o início da transformação dinâmica da bainita. A fração volumétrica de ferrita bainítica transformada é mostrada no eixo superior das abscissas. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor. 170

Figura 90. Evolução do parâmetro da ferrita bainítica (a_{α_b} - orientação axial e radial) e ν (a_{α_b}) (considerando a razão de Poisson) como uma função da deformação verdadeira. A linha pontilhada vertical em (a) representa o início da transformação dinâmica da bainita. A fração volumétrica de ferrita bainítica transformada é mostrada no eixo superior das abscissas. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor. 171

Figura 91. Evolução do FWHM das reflexões $\{220\}_\gamma$ e $\{211\}_\alpha$ como uma função da deformação verdadeira e fração transformada de bainita: (a) $\dot{\epsilon} = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) e (b) $\dot{\epsilon} = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). Variação absoluta do FWHM da reflexão $\{220\}_\gamma$ em (c). A linha pontilhada vertical em (a) representa o início da transformação dinâmica de austenita para bainita. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor. 173

Figura 92. Comparação da evolução microestrutural durante a transformação bainítica sem compressão a $500 \text{ }^\circ\text{C}$ (gráficos à esquerda) e $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha_b)}$ a $500 \text{ }^\circ\text{C}$ (durante a compressão, gráficos à direita): (a) e (d) FWHM das reflexões $\{220\}_\gamma$ e $\{211\}_\alpha$; (b) e (e) parâmetro de rede da austenita (a_γ); (c) e (f) parâmetro de rede da ferrita bainítica (a_{α_b}). Para todos os conjuntos de dados, o tempo de referência $t = 0 \text{ s}$ é contado após 32 s na temperatura isotérmica (ver tratamento $\dot{\epsilon} = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) na Figura 82). Em todos os gráficos, a variação do FWHM, a_γ e a_{α_b} é absoluta. Fonte: Elaborado pelo autor. 174

Figura 93. (a) Evolução da fração transformada (f) em função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da bainita a $500 \text{ }^\circ\text{C}$ em comparação com a transformação dinâmica da ferrita a $480 \text{ }^\circ\text{C}$ (184). (b) variação absoluta (Δf) da fração transformada como uma função da deformação verdadeira. Fonte: Elaborado pelo autor com dados da referência (184). 175

Figura 94. Resposta microestrutural em termos de fração volumétrica de bainita durante os primeiros instantes após a deformação: (a) condição experimental $\dot{\epsilon} = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) e (b) $\dot{\epsilon} = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). O instante $t = 0 \text{ s}$ apresenta os dados relativos a microestrutura registrada no final da etapa de deformação ($\dot{\epsilon} = 0,228$). Fonte: Elaborado pelo autor.. 176

Figura 95. Resposta microestrutural em termos de alargamento de pico (FWHM) durante os primeiros instantes após a deformação. (a) condição experimental $\dot{\epsilon} = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) e

(b) $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). O instante $t = 0 \text{ s}$ apresenta os dados relativos a microestrutura registrada no final da etapa de deformação ($\varepsilon = 0,228$). Fonte: Elaborado pelo autor.. 177

Figura 96. Resposta microestrutural em termos de variação no parâmetro de rede durante os primeiros instantes após a deformação. Condição experimental $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) (gráficos à esquerda) e $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) (gráficos à direita). Parâmetro de rede da austenita (a_γ) em (a) e (c) e parâmetro de rede da ferrita bainítica (a_{α_b}) em (b) e (d). Os símbolos ν (a_γ) e ν (a_{α_b}) representam o parâmetro de rede da austenita e ferrita bainítica de acordo com a razão de Poisson, respectivamente. O instante $t = 0 \text{ s}$ apresenta os dados relativos a microestrutura registrada no final da etapa de deformação ($\varepsilon = 0,228$). Fonte: Elaborado pelo autor..... 178

Figura 97. Fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) determinada pelos padrões de difração síncrotron em (a) e variação do comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) em (b) como uma função da temperatura, após a transformação dinâmica. A condição $\varepsilon = 0$ é apresentada para fins de comparação. A taxa de resfriamento para todas as condições é de $0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$. A linha vertical tracejada em (a) e (b) representa o início do período de estase da transformação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor. 180

Figura 98. Variação do comprimento relativo ($\Delta L/l_0$) da amostra mensurada pelo ensaio de dilatométrica como uma função da temperatura. O eixo y secundário apresenta a variação do volume específico total ($\Delta V/V_0$), calculado de acordo com os dados de difração, considerando ou não o enriquecimento por carbono da austenita. Fonte: Elaborado pelo autor..... 181

Figura 99. Fração transformada de ferrita bainítica ($f_{T\alpha_b}$) obtida por dilatométrica (expansão linear e não-linear) e difração síncrotron, como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$, após a transformação dinâmica): (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). Fonte: Elaborado pelo autor..... 183

Figura 100. Evolução do parâmetro de rede da austenita em (a) e (b), e teor de carbono em solução sólida na austenita em (c) durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$, após a transformação dinâmica). A linha tracejada vertical indica o início do período de estase da transformação bainítica. No gráfico em (c), a fração volumétrica de ferrita bainítica em cada condição experimental é mostrada na temperatura de $300 \text{ }^\circ\text{C}$. Fonte: Elaborado pelo autor. 185

Figura 101. Evolução do FWHM na reflexão $\{220\}\gamma$ em (a) e $\{211\}\alpha$ em (b) durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$, após a transformação dinâmica). A linha tracejada vertical indica o início do período de estase da transformação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor. 187

Figura 102. Variação absoluta do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ em (a) e $\{211\}\alpha$ em (b) durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$, após a transformação dinâmica). A linha tracejada vertical indica o início do período de estase da transformação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor..... 189

- Figura 103. Microestruturas obtidas por MEV após os tratamentos termomecânicos: (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$); e (c) $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). $f\alpha_{b(DT)}$ em (b) e (c) representa a fração de ferrita bainítica transformada durante a etapa de compressão. DC representa a direção de compressão em (b) e (c). Fonte: Elaborado pelo autor. 191
- Figura 104. Evolução do erro na determinação da fração volumétrica de austenita ($f\gamma$) (método Rietveld), como uma função da fração de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ (seção 4.1.3). Fonte: Elaborado pelo autor. 219
- Figura 105. Evolução do erro na determinação do parâmetro de rede da fase gama (CFC) e alfa (CCC) (método Rietveld), como uma função da fração de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ (seção 4.1.2). Fonte: Elaborado pelo autor. 220
- Figura 106. Evolução do erro na determinação do FWHM (função *Pseudo-Voigt*), como uma função da fração volumétrica de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ (seção 4.1.2). Fonte: Elaborado pelo autor. 220
- Figura 107. Evolução do parâmetro indicador de qualidade GOF (função *Pseudo-Voigt*) para as reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$, como uma função da fração volumétrica de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ (seção 4.1.2). Fonte: Elaborado pelo autor. 221
- Figura 108. Evolução da fração de ferrita bainítica ($f\alpha_b$) como uma função da deformação verdadeira, durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.1). O erro associado à determinação de $f\alpha_b$ (método Rietveld) é apresentado no eixo y secundário. Fonte: Elaborado pelo autor. 221
- Figura 109. Evolução do parâmetro de rede da austenita ($a\gamma$) na direção de 45° , como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.2). O erro associado à determinação de $a\gamma$ (método Rietveld) é apresentado no eixo y secundário. Fonte: Elaborado pelo autor. 222
- Figura 110. Evolução do parâmetro de rede da ferrita bainítica ($a\alpha_b$) na direção de 45° , como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.2). O erro associado à determinação de $a\alpha_b$ (método Rietveld) é apresentado no eixo y secundário. Fonte: Elaborado pelo autor. 222
- Figura 111. Evolução do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.3). Os erros e o parâmetro indicador de qualidade do ajuste GOF, gerados pela função *Pseudo-Voigt*, são apresentados nos eixos y secundários. Fonte: Elaborado pelo autor. 223
- Figura 112. Evolução do FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.3). Os erros e o parâmetro indicador de qualidade do ajuste GOF, gerados pela função *Pseudo-Voigt*, são apresentados nos eixos y secundários. Fonte: Elaborado pelo autor. 223

| | |
|---|-----|
| Figura 113. Evolução do erro na determinação da fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) (método Rietveld) plotado como uma função da fração volumétrica de ferrita bainítica (seção 4.2.3). Fonte: Elaborado pelo autor. | 224 |
| Figura 114. Evolução do erro na determinação do parâmetro de rede da austenita (a_γ) (método Rietveld) como uma função da fração volumétrica de austenita (f_γ) (seção 4.2.4). Fonte: Elaborado pelo autor. | 224 |
| Figura 115. Evolução do erro na determinação do FWHM na reflexão $\{220\}_\gamma$ (função <i>Pseudo-Voigt</i>) como uma função da fração volumétrica de austenita (seção 4.2.5). Fonte: Elaborado pelo autor. | 225 |
| Figura 116. Evolução do parâmetro indicador de qualidade GOF, gerado pela função <i>Pseudo-Voigt</i> para a reflexão $\{220\}_\gamma$, como uma função da fração volumétrica de austenita (f_γ). Fonte: Elaborado pelo autor. | 225 |
| Figura 117. Evolução do erro na determinação do FWHM na reflexão $\{211\}_\alpha$ (função <i>Pseudo-Voigt</i>) como uma função da fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) (seção 4.2.5). Fonte: Elaborado pelo autor. | 226 |
| Figura 118. Evolução do parâmetro indicador de qualidade GOF, gerado pela função <i>Pseudo-Voigt</i> para a reflexão $\{211\}_\alpha$, como uma função da fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}). Fonte: Elaborado pelo autor. | 226 |
| Figura 119. (a) Parâmetro de rede da austenita (a_γ) em função do tempo durante a transformação bainítica a 430 °C. Os eixos y adicionais apresentam a fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) e o FWHM da reflexão $\{220\}_\gamma$. (b) Detalhe da curva (a) indicado pelo retângulo tracejado. O tempo de referência ($t = 0$ s) corresponde ao momento em que a temperatura de transformação é atingida durante o resfriamento. A região sombreada em (a) indica o período de estase da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor. | 228 |
| Figura 120. (a) Parâmetro de rede da ferrita bainítica (a_{α_b}) como uma função do tempo durante a transformação bainítica a 430 °C. Os eixos y adicionais apresentam a fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) e o FWHM da reflexão $\{211\}_\alpha$. (b) Detalhe da curva (a) indicado pelo retângulo tracejado. O tempo de referência ($t = 0$ s) corresponde ao momento em que a temperatura de transformação é atingida durante o resfriamento. A região sombreada em (a) indica o período de estase da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor. | 229 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|-----|
| Tabela 1. Composição química e propriedades mecânicas de alguns aços bainíticos isentos de carbonetos disponíveis comercialmente. | 40 |
| Tabela 2. Composição química do aço empregado neste trabalho..... | 73 |
| Tabela 3. Informação cristalográfica das fases consideradas para os refinamentos Rietveld..... | 88 |
| Tabela 4. Resultados de microdureza Vickers (HV_1), fração de ferrita bainítica ($f\alpha_b$), ferrita proeutetóide ($f\alpha_p$) e austenita retida (γ_R). Valores entre parênteses representam o desvio padrão amostral das medições de dureza. | 148 |
| Tabela 5. Resultados de microdureza Vickers (HV_1), fração volumétrica total de ferrita bainítica ($f\alpha_b$), fração volumétrica de ferrita bainítica formada durante a etapa de compressão ($f\alpha_{b(DT)}$) e fração volumétrica de austenita retida (γ_R) nas condições experimentais $\varepsilon= 0\%$, $\varepsilon= 20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon= 20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$). Valores entre parênteses representam o desvio padrão amostral das medições de dureza HV..... | 192 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

| | |
|--|--|
| ASTM | Sociedade Americana para Testes em Materiais (<i>American Society for Testing Materials</i>) |
| BRAGECRIM | <i>Brazilian-German Collaborative Research Initiative on Manufacturing Technology</i> |
| CAPES | Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior |
| CCC | Estrutura cúbica de corpo centrado |
| CFC | Estrutura cúbica de face centrada |
| CP | Corpo de prova |
| DESY | <i>Deutsches Elektronen-Synchrotron</i> |
| DT | Transformação dinâmica |
| DT _($\gamma \rightarrow \alpha b$) | Transformação dinâmica da austenita em bainita |
| EBSD | Difração de Elétrons Retroespalhados |
| FWHM | Largura a meia altura (<i>Full width at half maximum</i>) |
| GOF | Qualidade de ajuste (<i>Goodness of fit</i>) |
| HV | Dureza Vickers |
| IPF | Figura de polo inverso |
| IQ | Mapa de qualidade de imagem (<i>Image quality</i>) |
| IWT | <i>Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien</i> |
| KAM | Desorientação média de kernel (<i>Kernel Average Misorientation</i>) |
| LVDT | Transformador diferencial linear variável (<i>Linear Variable Differential Transformer</i>) |
| M/A | Constituinte martensita/austenita |
| MET | Microscopia eletrônica de transmissão |
| MEV | Microscopia eletrônica de varredura |
| Rwp | Perfil de resíduos ponderados (<i>Weighted profile R-factor</i>) |
| TRIP | Plasticidade induzida por transformação (<i>Transformation Induced Plasticity</i>) |
| UFRGS | Universidade Federal do Rio Grande do Sul |

LISTA DE SÍMBOLOS

| | |
|---------------------|--|
| θ | Ângulo de reflexão Bragg |
| λ | Comprimento de onda da radiação |
| ψ | Ângulo azimutal |
| γ | Austenita |
| δ | Ferrita delta |
| σ | Tensão |
| \varnothing | Diâmetro |
| ε | Deformação do corpo de prova expressa em porcentagem/deformação verdadeira |
| σ_{γ} | Tensão de escoamento da austenita |
| α | Ferrita |
| α_b | Ferrita bainítica |
| ΔL | Variação de comprimento (dilatometria) |
| α_p | Ferrita Proeutetóide ou primária |
| $\Delta V/V_0$ | Variação de volume específico |
| $\dot{\varepsilon}$ | Taxa de deformação |
| a_{γ} | Parâmetro de rede da austenita |
| A_{c1} | Temperatura de início de formação da austenita no aquecimento |
| A_{c3} | Temperatura em que a transformação de ferrita para austenita se completa durante o aquecimento |
| $a\alpha_b$ | Parâmetro de rede da ferrita bainítica |
| B_s | Temperatura de início da transformação bainítica |
| C | Carbono |
| C_{γ} | Teor de carbono em solução sólida na austenita |
| f_{γ} | Fração volumétrica de austenita |
| $f\alpha_b$ | Fração volumétrica de ferrita bainítica |
| $f\alpha_{b(DT)}$ | Fração volumétrica de ferrita bainítica formada durante a etapa de compressão |
| hkl | Índices de Miller |

| | |
|----------------------|---|
| l_0 | Comprimento inicial |
| M/A | Microconstituente martensita/austenita |
| M_s | Temperatura de início da transformação martensítica |
| S | Referente ao tipo de termopar |
| ν | Coefficiente de Poisson |
| $\nu (a_\gamma)$ | Parâmetro de rede da austenita definido pela razão de Poisson |
| $\nu (a_{\alpha_b})$ | Parâmetro de rede da ferrita bainítica definido pela razão de Poisson |
| V_0 | Volume específico inicial |
| wt.% | Porcentagem em peso |

SUMÁRIO

| | | |
|----------|---|----|
| 1 | INTRODUÇÃO | 31 |
| 1.1 | APRESENTAÇÃO | 31 |
| 1.2 | JUSTIFICATIVAS | 33 |
| 1.3 | OBJETIVOS | 35 |
| 1.4 | ESTRUTURA DA TESE | 36 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 37 |
| 2.1 | BAINITA | 37 |
| 2.2 | AÇOS BAINÍTICOS LIVRES DE CARBONETOS | 39 |
| 2.3 | REAÇÃO BAINÍTICA SOB CONDIÇÕES DE RESFRIAMENTO CONTÍNUO | 41 |
| 2.4 | CONSIDERAÇÕES SOBRE O EFEITO DO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO E RESFRIAMENTO CONTÍNUO NA REAÇÃO BAINÍTICA | 52 |
| 2.5 | DIFRAÇÃO DE RAIOS-X SÍNCROTRON COM ALTA ENERGIA | 62 |
| 2.6 | INVESTIGAÇÕES <i>IN SITU</i> SOBRE A TRANSFORMAÇÃO BAINÍTICA EMPREGANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON | 65 |
| 3 | PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL | 73 |
| 3.1 | MATERIAL | 73 |
| 3.1.1 | Corpos de Prova | 77 |
| 3.2 | CICLOS TERMOMECÂNICOS | 77 |
| 3.3 | TÉCNICAS ANALÍTICAS E APARATO INSTRUMENTAL | 78 |
| 3.3.1 | Dilatometria | 78 |
| 3.3.2 | Difração de raios-X síncrotron de alta energia (<i>in situ</i>) | 79 |
| 3.4 | PROCESSAMENTO DE DADOS (DILATOMETRIA) | 81 |
| 3.5 | PROCESSAMENTO DE DADOS (DIFRAÇÃO DE RAIOS-X SÍNCROTRON) | 83 |
| 3.5.1 | Procedimentos de calibração e integração dos dados experimentais | 83 |
| 3.5.2 | Determinação da fração volumétrica de fases e parâmetros de rede | 86 |
| 3.5.3 | Enriquecimento por carbono da austenita | 90 |
| 3.5.4 | Variação de volume específico | 92 |
| 3.5.5 | Análise dos Picos de Difração | 93 |
| 3.6 | CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES | 94 |

| | | |
|---------|---|-----|
| 3.6.1 | Preparação metalográfica e microscopia eletrônica de varredura | 95 |
| 3.6.2 | Difração de elétrons retroespalhados | 95 |
| 3.6.3 | Dureza..... | 96 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÕES | 97 |
| 4.1 | TRANSFORMAÇÕES DE FASES DURANTE A ETAPA DE AQUECIMENTO | 97 |
| 4.1.1 | Resposta dilatométrica | 97 |
| 4.1.2 | Cinética das reações obtida por difração síncrotron..... | 100 |
| 4.1.3 | Formação da austenita: comparação da cinética obtida por difração síncrotron e dilatometria | 106 |
| 4.1.4 | Conclusões parciais | 110 |
| 4.2 | EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DURANTE O RESFRIAMENTO CONTÍNUO..... | 111 |
| 4.2.1 | Processamento termomecânico | 111 |
| 4.2.2 | Etapa de deformação da austenita | 112 |
| 4.2.3 | Cinética das transformações de fase: difração síncrotron <i>in situ</i> | 116 |
| 4.2.4 | Evolução do parâmetro de rede da austenita..... | 121 |
| 4.2.5 | Análise dos picos de difração | 127 |
| 4.2.6 | Comparação dos resultados de cinética com a literatura | 135 |
| 4.2.7 | Comparação da cinética obtida por dilatometria e difração síncrotron <i>in situ</i> | 137 |
| 4.2.8 | Observações microestruturais <i>ex situ</i> | 145 |
| 4.2.9 | Conclusões parciais | 155 |
| 4.3 | TRANSFORMAÇÃO DINÂMICA DA AUSTENITA EM BAINITA..... | 158 |
| 4.3.1 | Introdução | 158 |
| 4.3.2 | Rotas de processamento termomecânico..... | 159 |
| 4.3.3 | Evolução microestrutural durante a deformação..... | 161 |
| 4.3.3.1 | Fração volumétrica de ferrita bainítica | 163 |
| 4.3.3.2 | Parâmetro de rede | 167 |
| 4.3.3.3 | Análise dos picos de difração | 171 |
| 4.3.3.4 | Comparação da cinética: Transformação dinâmica e isotérmica ... | 174 |
| 4.3.4 | Evolução microestrutural após a transformação dinâmica..... | 176 |
| 4.3.4.1 | Comparação da cinética obtida por dilatometria e difração <i>in situ</i> . | 178 |
| 4.3.4.2 | Parâmetro de rede da austenita | 183 |

| | | |
|----------|--|-----|
| 4.3.4.3 | <i>Análise dos picos de difração</i> | 185 |
| 4.3.4.4 | <i>Observações microestruturais ex situ</i> | 189 |
| 4.3.5 | Conclusões parciais | 193 |
| 5 | CONSIDERAÇÕES FINAIS | 196 |
| 5.1 | CONCLUSÕES | 196 |
| 5.2 | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 199 |
| | REFERÊNCIAS | 200 |
| | APÊNDICE A – APROXIMAÇÃO DOS ERROS OBTIDOS NOS REFINAMENTOS RIETVELD E MODELAGEM DOS PICOS DE DIFRAÇÃO | 219 |
| | APÊNDICE B – CINÉTICA DA TRANSFORMAÇÃO BAINÍTICA ISOTÉRMICA A 430 °C | 227 |

1 INTRODUÇÃO

1.1 APRESENTAÇÃO

As crescentes demandas relacionadas à redução do consumo de combustíveis fósseis, controle de emissões, eficiência energética e segurança veicular têm promovido um profundo impacto na seleção de materiais e processos na indústria automotiva. Tais demandas podem ser atendidas de maneira efetiva com base no processamento e aplicação de materiais com: elevada resistência mecânica–ductilidade–tenacidade; rotas de processamento (térmico ou termomecânico) com baixa complexidade e conceitos de ligas com elementos químicos de baixo custo. Estes requisitos, nem sempre são preenchidos integralmente por aços martensíticos e/ou aços com elevada concentração de elementos de liga.

Nos últimos anos, aços bainíticos isentos de carbonetos têm atraído atenção significativa para uso em aplicações estruturais, devido à excelente combinação de elevada resistência mecânica e ductilidade (1). Esta combinação de propriedades é geralmente obtida por ligas empregando C-Si-Mn-Cr, dispensando o uso expressivo de elementos químicos com alto custo como Níquel e Molibdênio (2). Elevadas adições de silício (> 1 wt.%) são normalmente consideradas, uma vez que suprimem a precipitação de carbonetos, resultando no enriquecimento de carbono e estabilização da austenita à temperatura ambiente.

A microestrutura típica dos bainíticos livres de carbonetos é constituída por feixes de ferrita bainítica alternadas com filmes ou blocos de austenita retida. O refinamento intrínseco das subunidades de ferrita bainítica e sua relativa alta densidade de discordâncias são responsáveis pela resistência mecânica, enquanto a ductilidade é atribuída a austenita metaestável, que sob ação de uma deformação é assistida pelo efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity* - Transformação Induzida por Plasticidade) (3). Ao contrário da transformação martensítica, a reação bainítica não envolve taxas de resfriamento severas, o que pode reduzir significativamente a probabilidade de formação de trincas ou gradientes de tensões residuais trativas ao longo da seção dos componentes, que produzem distorções. No que se refere ao processamento, a maioria dos aços bainíticos não necessita de etapas adicionais de tratamentos térmicos, o que leva a uma microestrutura eficaz alcançada de forma econômica (4). Estas características e combinações de propriedades mecânicas têm despertado grande interesse tecnológico sobre os aços bainíticos, sendo considerados como materiais alternativos para aplicações em diversos setores, por exemplo, o ferroviário, defesa e automotivo (1,3).

No que se refere ao processamento termomecânico controlado de aços bainíticos, a deformação plástica da austenita têm se mostrado uma importante estratégia para otimizar a microestrutura e propriedades mecânicas da bainita (5–9). Entretanto, nos estudos referidos, a temperatura de deformação empregada é relativamente baixa (geralmente abaixo da temperatura de formação da bainita), o que na prática não reflete a maioria das operações de deformação plástica verificadas em escala industrial. Assim, os efeitos do processamento termomecânico sobre os produtos da reação bainítica são relativamente pouco explorados em relação à temperatura de transformação (10).

Os efeitos da deformação sobre a reação bainítica são relativamente bem documentados para aços de médio e alto teor de carbono sob condições isotérmicas (9,11–15). Por outro lado, a transformação bainítica em aços de baixo carbono e baixa liga (isento de carbonetos), submetidos a processamento termomecânico com resfriamento contínuo, tem sido pouco investigada, apesar do fato de que rotas de processamento envolvendo condições não isotérmicas sejam de grande interesse em escala industrial (16,17). Não obstante, processos não isotérmicos dispensam o uso de banhos de sais, os quais geram custos relativamente altos de energia e manutenção, bem como o manuseio de produtos químicos tóxicos (18), que podem levar à danos ambientais caso o seu descarte seja feito de forma inapropriada. Por outro lado, a reação bainítica durante o resfriamento contínuo é um processo complexo, uma vez que várias reações podem acontecer simultaneamente, sendo que todas elas são dependentes da taxa de resfriamento (19,20). Assim, o controle das transformações de fase, juntamente com o conhecimento da cinética e fração volumétrica dos constituintes microestruturais são pontos chaves para otimização das microestruturas obtidas por resfriamento contínuo.

Considerando a relevância científica e tecnológica dos aços bainíticos isentos de carbonetos, assim como a importância da aplicação de rotas com esfriamento contínuo, o presente trabalho buscou estudar a evolução da transformação bainítica durante o resfriamento contínuo em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo sob influência de processamento termomecânico. A cinética e os mecanismos de transformação de fase foram detalhadamente caracterizados por medições simultâneas de dilatométrica e difração de raios-X síncrotron *in situ* de alta energia. Este trabalho faz parte do programa de cooperação internacional BRAGECRIM entre o instituto IWT – Universidade de Bremen e o Centro de tecnologia – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. O projeto proposto tem como objetivo a manufatura energeticamente eficiente para aços bainíticos avançados baseada no processamento termomecânico.

1.2 JUSTIFICATIVAS

Ao contrário do observado em aços de médio e alto carbono – nos quais a transformação bainítica pode demandar várias horas dependendo da temperatura de transformação – o baixo teor de carbono proporciona uma rápida cinética de formação da bainita (21), geralmente da ordem de poucos minutos. Essa característica, combinada pela possibilidade de transformação por resfriamento contínuo torna, por conseguinte, o processamento de aços bainíticos de baixo carbono compatíveis com processos em escala industrial.

Por outro lado, a reação bainítica durante o resfriamento contínuo em aços de baixo carbono livres de carbonetos tem recebido pouca atenção na literatura científica. Cabe ressaltar, que os poucos trabalhos encontrados apresentam ênfase na microestrutura obtida e propriedades mecânicas (2,3,22–26). Apenas um estudo *in situ* foi encontrado na literatura (19) versando especificamente sobre os mecanismos de transformação de fase, sem influência da deformação prévia da austenita. Tendo em vista essa carência de dados experimentais, pesquisas com enfoque em analisar o efeito da deformação da austenita sobre a cinética e mecanismos de transformação de fase são necessárias frente a complexidade intrínseca da reação bainítica. Além disso, o condicionamento da austenita por deformação plástica afeta significativamente a reação bainítica, podendo reduzir drasticamente a cinética de transformação (27,28), e a fração atingível de bainita (9,13,29–31) dependendo das condições de processamento.

Pesquisas sobre a interação entre transformação bainítica e particionamento de carbono são fundamentais para a obtenção de microestruturas com alta resistência mecânica (32,33), devido ao teor de carbono na austenita afetar os mecanismos de formação da bainita (34). Este cenário tem sido consideravelmente explorado sob condições isotérmicas (35–42), em contraste com as poucas evidências experimentais *in situ* obtidas durante o resfriamento contínuo (19,20). Em relação ao efeito da deformação prévia da austenita sobre o particionamento de carbono, apenas um trabalho foi encontrado na literatura (43), no qual simulações termodinâmicas, sob condições isotérmicas, sugerem que a deformação plástica aumenta o coeficiente de difusão do carbono na austenita. Desta forma, pesquisas sobre o fenômeno de particionamento de carbono durante o resfriamento contínuo, frente aos efeitos da deformação plástica da austenita, necessitam de evidências experimentais em tempo real.

Em relação ao monitoramento da cinética de transformação de fase, a reação bainítica a partir da austenita deformada tem sido discutida principalmente com base em ensaios de dilatométrica. Neste contexto, foi demonstrado o sinal de dilatométrica pode apresentar uma distorção ou anisotropia entre

a dilatação radial e axial na amostra deformada (9,15,44–46), o que levanta importantes questionamentos sobre a correspondência entre a resposta dilatométrica e a evolução da fração volumétrica de bainita na microestrutura. Desta forma, o emprego de técnicas modernas de difração permitem avaliar de maneira quantitativa, precisa e rápida a ocorrências de transformações de fase complexas em aços (47,48), proporcionando uma ferramenta de referência para a avaliar a representatividade do sinal de dilatométrica durante a reação bainítica sob influência de processamento termomecânico. Neste contexto, é importante observar que nenhum trabalho foi encontrado na literatura.

Em relação a formação de microestruturas bainíticas durante a etapa de deformação plástica, evidências têm sido obtidas de modo indireto através de cálculos termodinâmicos, observações microestruturais *ex situ* e medições de dureza (9,13,14,31,49). Entretanto, o entendimento sobre a formação da bainita durante a etapa de compressão ainda não é consolidado, uma vez que os mecanismos de transformação como cinética, mudanças no parâmetro de rede, comportamento de partição de elementos de liga e a fração volumétrica de ferrita bainítica necessitam de evidências experimentais em tempo real. Partindo desta motivação, a evolução da transformação bainítica durante a deformação plástica será abordada de forma detalhada e inédita neste trabalho.

Por fim, pesquisas com enfoque em processamento de materiais por resfriamento contínuo são justificadas pelo grande potencial de redução no consumo energético em cadeias produtivas, principalmente em países como o Brasil, onde o consumo energético no setor industrial representou, nos últimos anos, 40% dos gastos energéticos totais (50). Não obstante, novos programas governamentais como o Rota 2030 (51), têm implementado diretrizes com intuito de incrementar a eficiência energética, o desempenho estrutural e estimular a produção de novas tecnologias e inovações no setor automotivo. Inserido neste contexto, a introdução de aços bainíticos livres de carbonetos na indústria brasileira, bem como o domínio da tecnologia de seu processamento certamente pode contribuir de forma significativa para cumprir as demandas energéticas e tecnológicas mencionadas anteriormente.

1.3 OBJETIVOS

O objetivo geral desta tese é estudar as transformações de fase – com ênfase na evolução microestrutural e cinética da reação bainítica – em um aço C-Mn-Si-Cr-Mo sob condições de processamento termomecânico com resfriamento contínuo. Os objetivos específicos podem ser descritos como:

- Estudar rotas de processamento visando a obtenção de microestruturas bifásicas constituídas de ferrita bainítica e austenita retida por meio de resfriamento contínuo;
- Avaliar o efeito do processamento termomecânico sobre a cinética da transformação bainítica e enriquecimento de carbono da austenita;
- Avaliar o efeito da formação prévia de ferrita proeutetóide na austenita deformada sobre a cinética de transformação bainítica;
- Estudar a cinética e os mecanismos envolvidos na transformação dinâmica (durante a deformação plástica) da austenita para bainita;
- Comparar a cinética de transformação de fase obtida por difração de raios-X síncrotron (análise local) em relação às medições de dilatométrica (análise global) durante a formação e decomposição da austenita;
- Ampliar as informações relacionadas à formação de microestruturas obtidas via processamento termomecânico com resfriamento contínuo em aços de baixo carbono e baixa liga.

1.4 ESTRUTURA DA TESE

Este trabalho encontra-se dividido em cinco capítulos, no qual o Capítulo 1 apresentou uma breve abordagem ao tema estudado, as justificativas e também os objetivos.

O capítulo 2 apresenta uma revisão de literatura sobre a metalurgia física envolvida na formação da microestrutura bainítica isenta de carbonetos, além de uma introdução aos experimentos de difração de raios-X *in situ*, juntamente com os resultados existentes sobre a evolução microestrutural não isotérmica da reação bainítica empregando esta técnica experimental.

O capítulo 3 apresenta o aparato experimental e a metodologia empregada para caracterização *in situ* e *ex situ* da microestrutura.

O capítulo 4 apresenta a discussão dos resultados experimentais obtidos, os quais estão divididos em três seções com suas respectivas conclusões.

Finalizando a tese, no capítulo 5 são apresentadas as conclusões gerais e também sugestões para trabalhos futuros.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 BAINITA

A microestrutura denominada “bainita” foi descrita pela primeira vez na literatura por Davidport e Bain em 1930 como um “agregado acicular escuro” (52) – em tradução literal. Com o passar das décadas, diversos estudos foram realizados a fim de investigar a formação desta microestrutura como pode ser verificado na Figura 1. O crescimento relativamente acelerado de documentos publicados a partir dos anos 1990 reflete a necessidade do desenvolvimento de aços de alta resistência para suprir às demandas da indústria automotiva e outros setores tecnológicos.

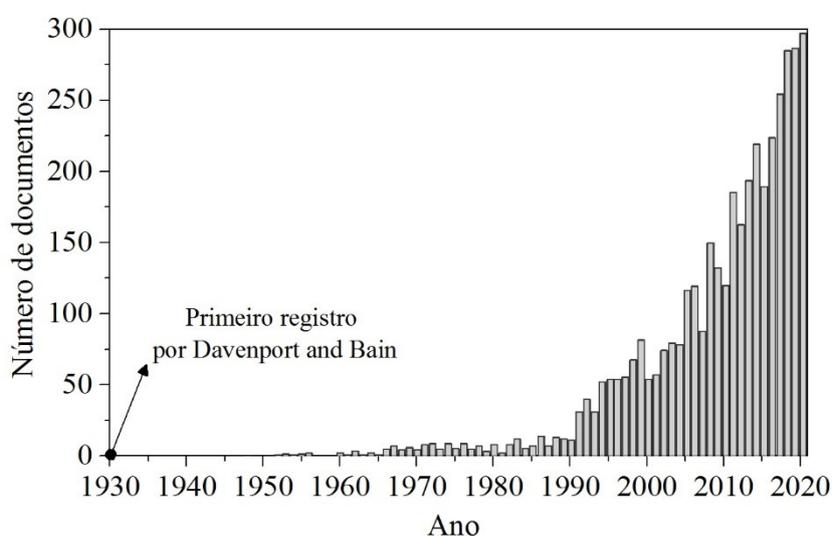


Figura 1. Número crescente de documentos publicados relacionados à bainita de 1930 a 2020. Dados extraídos da *Web Science* com “Bainite” como “Tópico” em 25 de maio de 2021. Fonte: Elaborado pelo autor.

Em relação a microestrutura, bainita ou ferrita bainítica são termos genéricos para designar agregados aciculares de ferrita separadas por regiões de austenita não transformada ou cementita. Os agregados de placas que compartilham uma orientação cristalográfica em comum são designados como “feixes”, enquanto as placas individuais são chamadas de subunidade (53). Um aspecto interessante da reação bainítica em aços é o mecanismo de crescimento por subunidades, no qual uma placa de bainita cresce até um tamanho limitado, embora não exista colisões (*impingement*) ou obstáculos como contornos de grão austenítico (54). A reação bainítica pode ser obtida em diversos aços tanto por meios isotérmicos quanto por resfriamento contínuo, sendo que estas duas rotas de processo levam a diferentes resultados em termos de propriedades mecânicas (55). A transformação

tem início nos contornos de grão austeníticos (56,57), ou de maneira intragranular (58), e prossegue através da nucleação autocatalítica¹ nas interfaces γ/α recém criadas (57).

A transformação bainítica ocorre entre faixas de temperatura nas quais a perlita e martensita se formam, e dependendo da composição química do aço pode ser designada como bainita superior, inferior ou isenta de carbonetos. Os estágios de crescimento da bainita são ilustrados na Figura 2, onde os feixes de ferrita bainítica ilustrados são formados pelo crescimento sucessivo de várias subunidades. A taxa de formação das subunidades individuais é significativamente mais rápida do que a taxa de crescimento dos feixes. O crescimento destas subunidades é acompanhado pelo rápido particionamento de carbono para a austenita não transformada, onde a precipitação de cementita (Fe_3C) ou enriquecimento de C da austenita pode ocorrer dependendo da composição química da liga. Os termos bainita superior e inferior são descrições tradicionais usadas para caracterizar a microestrutura bainítica em aços com teor de carbono relativamente alto e grandes quantidades de cementita (21). Contudo, em aços com adição significativa de silício ou alumínio, a precipitação de Fe_3C é eficientemente retardada devido a solubilidade negligenciável destes elementos na cementita, o que resulta em uma microestrutura bifásica composta de ferrita bainítica e austenita retida denominada bainita isenta de carbonetos (7).

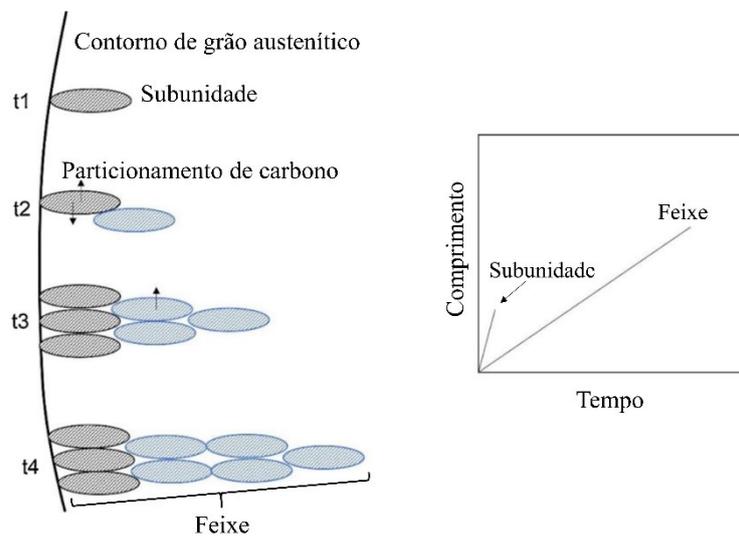


Figura 2. Ilustração esquemática apresentando os estágios iniciais da transformação bainítica. Subunidades nucleadas no contorno de grão austenítico são representadas em cinza, enquanto as subunidades representadas em azul são formadas a partir das subunidades prévias. Tempo $t_1 < t_2 < t_3 < t_4$. Fonte: Adaptado da referência (59).

¹ A autocatálise descreve uma situação onde as placas de martensita se formam e induzem novos embriões que estão disponíveis para a transformação posterior. Este fenômeno também é assistido na transformação bainítica (60).

De acordo com a referência (60), a austenita retida estabilizada por carbono pode ocorrer em duas formas em aços bainíticos isentos de carbonetos, sendo a primeira com morfologia de filmes entre as subunidades de bainita, e a segunda em forma de blocos² entre diferentes feixes de bainita. Os blocos tendem a se transformar mais facilmente em martensita de alto carbono não revenida sob ação de uma deformação, o que conseqüentemente causa uma fragilização da microestrutura. A baixa estabilidade mecânica dos blocos é associada ao seu baixo teor de carbono em relação a morfologia de filmes (4). De um ponto de vista prático, a formação de austenita retida em forma de blocos, embora indesejada, é praticamente inevitável na maioria das microestruturas bainíticas isentas de carbonetos. Assim, a morfologia da austenita em blocos deve ser minimizada na microestrutura a fim de evitar a redução de ductilidade.

2.2 AÇOS BAINÍTICOS LIVRES DE CARBONETOS

Nos primórdios do desenvolvimento dos aços bainíticos de alta resistência, certos aspectos microestruturais não apresentavam sucesso na prática quando comparados com os aços temperados e revenidos, devido à presença de partículas grosseiras de cementita na microestrutura bainítica que degradavam a sua tenacidade (61). Outra característica negativa além da baixa e instável tenacidade (62), eram as relativas dificuldades em atingir níveis de resistência mecânica acima de 1000 MPa combinados com bons níveis de ductilidade (63,64). Essas limitações têm sido contornadas pela adição de Si, suprimindo assim a precipitação de cementita durante a reação bainítica, e promovendo a formação de um produto bainítico isento de carbonetos (65). Esta microestrutura é caracterizada por placas de ferrita bainítica (α_b) alternadas com filmes de austenita retida estável a temperatura ambiente como apresentado na Figura 3. De forma geral, o grau de refinamento destas estruturas está diretamente relacionado à temperatura de transformação na qual a reação bainítica ocorre (66,67). A espessura das placas de bainita tem grande influência sobre as propriedades mecânicas dos aços bainíticos (7,68), sendo que quanto maior o grau de refinamento das placas maior a resistência mecânica e tenacidade da microestrutura.

² A terminologia “*volumes de austenita não transformada*” também pode ser encontrada na literatura para designar regiões com blocos de austenita retida.

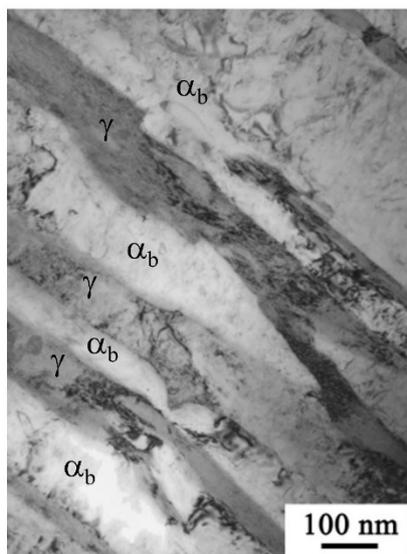


Figura 3. Microestrutura da bainita isenta de carbonetos obtida por microscopia eletrônica de transmissão mostrando as placas de ferrita bainítica alternadas com filmes de austenita retida. Fonte: Adaptado da referência (69).

As propriedades mecânicas de alguns aços bainíticos isentos de carbonetos com baixo teor de carbono são apresentadas na Tabela 1. É possível observar que a composição química destes materiais é baseada principalmente em elementos como C-Mn-Si-Cr. Verifica-se também que a ductilidade para algumas ligas atinge níveis superiores a 15%, com limite de escoamento acima de 1000 MPa. Essas características são tipicamente encontradas em microestruturas bifásicas compostas por ferrita bainítica e austenita retida.

Tabela 1. Composição química e propriedades mecânicas de alguns aços bainíticos isentos de carbonetos disponíveis comercialmente.

| Classificação | %C | %Mn | %Si | %Cr | Tensão de escoamento (MPa) | Tensão máxima (MPa) | Alongamento (%) |
|---------------|------|------|------|------|----------------------------|---------------------|-----------------|
| 20MnCrMo7 | 0,22 | 1,72 | 0,49 | 1,6 | 860 | 1250 | 14 |
| HDB | 0,17 | 1,52 | 1,46 | 1,32 | 782 | 1167 | 12,5 |
| Metasco MC | 0,25 | 1,3 | 0,9 | 0,8 | >700 | >1000 | >15 |
| HSX 130HD | 0,17 | 1,5 | 1,2 | 1,2 | 1030 | 1170 | 16,2 |
| LUT-1 20MnCr5 | 0,20 | 1,3 | 0,5 | 1,1 | 850 | 1100 | 15 |

Fonte: Adaptado da referência (70).

Na Figura 4 (a), o alongamento máximo em função da resistência à tração é apresentado para diversas famílias de aços comumente empregados pela indústria automotiva, e classificados de acordo com sua microestrutura na Figura 4 (b). O círculo pontilhado inserido na Figura 4 (a) e (b) indica as

famílias de aços com maior potencial de combinações de propriedades mecânicas, bem como os materiais que estão atualmente em foco nas pesquisas científicas. A Figura 4 claramente ilustra que aços de elevado desempenho mecânico requerem tanto uma microestrutura com matriz mais complexa como uma contribuição crescente de austenita retida. Esses requerimentos são encontrados nos aços bainíticos livres de carbonetos, os quais podem atingir combinações de resistência mecânica e ductilidade similares ou mesmo superiores aos aços para têmpera e partição (Q&P).

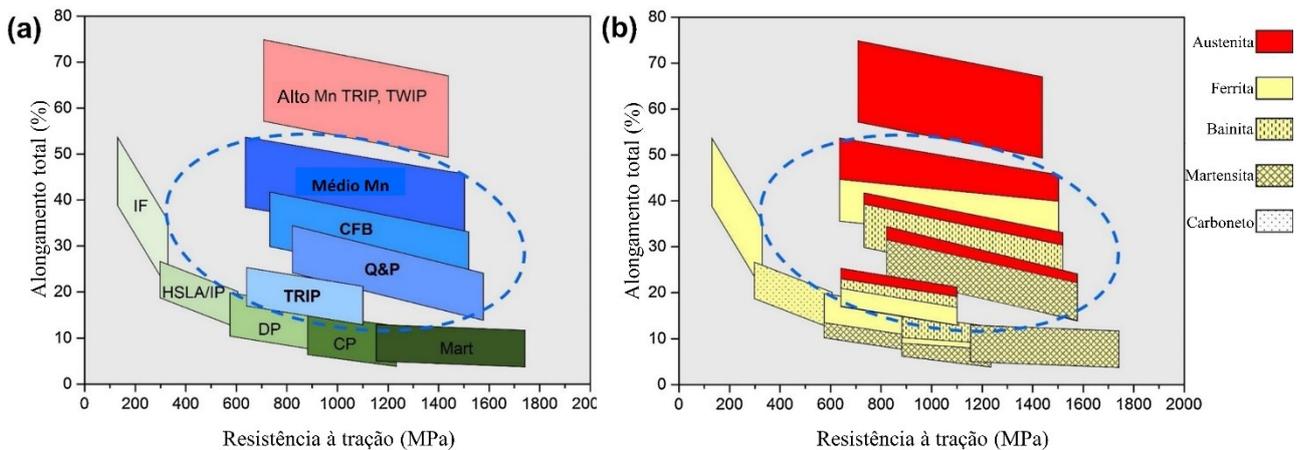


Figura 4. Relação entre alongamento total e limite de resistência à tração de acordo com (a) sua classificação e (b) sua microestrutura correspondente. IF: *interstitial free steel*; HSLA: *high strength low alloyed steel*; DP: *dual phase steel*; CP: *complex phase steel*; Mart: *martensitic steel*; TRIP: *transformation-induced plasticity steel*; TWIP: *twinning-induced plasticity steel*; CFB: *carbide-free bainitic steel*; Q&P: *quenching and partitioning steel*. Fonte: Adaptado da referência (71).

2.3 REAÇÃO BAINÍTICA SOB CONDIÇÕES DE RESFRIAMENTO CONTÍNUO

É importante ressaltar, que a maioria dos estudos sobre resfriamento contínuo em aços bainíticos têm ênfase em analisar a influência da composição química e do histórico térmico sobre a microestrutura final e propriedades mecânicas (3,63,72). Por outro lado, detalhes importantes sobre os mecanismos de transformação de fase e à evolução da fração volumétrica de fases têm recebido pouca atenção. Desta forma, a revisão bibliográfica sobre o tópico de resfriamento contínuo será construída com enfoque na cinética e mecanismos de transformações de fase em aços com composição química dedicada para obtenção de microestruturas bainíticas.

Em relação à morfologia, o termo “bainita granular” é a nomenclatura mais empregada para descrever a microestrutura bainítica obtida por meio de resfriamento contínuo (73). Em aços com adição de silício, a bainita granular é formada por uma matriz de ferrita bainítica intercalada com

filmes de austenita retida, além de regiões formadas por constituintes de martensita-austenita, comumente denominado na literatura científica como M/A. A aparência granular da microestrutura bainítica é explicada pela transformação gradual durante o resfriamento contínuo, resultando na formação de feixes de bainita relativamente grandes devido às altas temperaturas de transformação.

Como pode ser observado na Figura 5, a distribuição das partículas de M/A pode ser aleatória (Figura 5 (a)) ou preferencial (Figura 5 (b)). Estas diferentes morfologias são explicadas pela faixa de temperatura de transformação, na qual cada tipo de microestrutura se forma durante o resfriamento contínuo. Em temperaturas de transformação relativamente altas, o coeficiente de difusão do carbono é alto, resultando no aparecimento de regiões pobres e ricas em carbono. Uma vez que a bainita nucleia em regiões empobrecidas de carbono, a área de austenita reduz gradualmente, o que resulta em um grande número de ilhas isoladas na microestrutura. Estas ilhas de austenita tendem a possuir uma morfologia irregular, uma vez dependem do crescimento da bainita circundante. Quando a temperatura de transformação é baixa o suficiente, as placas de bainita tendem a se distribuir paralelamente. Na medida que as placas de bainita crescem por alongamento e alargamento, as regiões de bainita adjacentes à área de austenita rica em carbono crescem lentamente, enquanto as adjacentes à austenita pobre em carbono crescem rapidamente, e eventualmente se encontram com placas vizinhas. Na medida que a transformação avança, as regiões de austenita ricas em carbono são cercadas e se tornam ilhas alongadas, paralelas às placas de bainita.

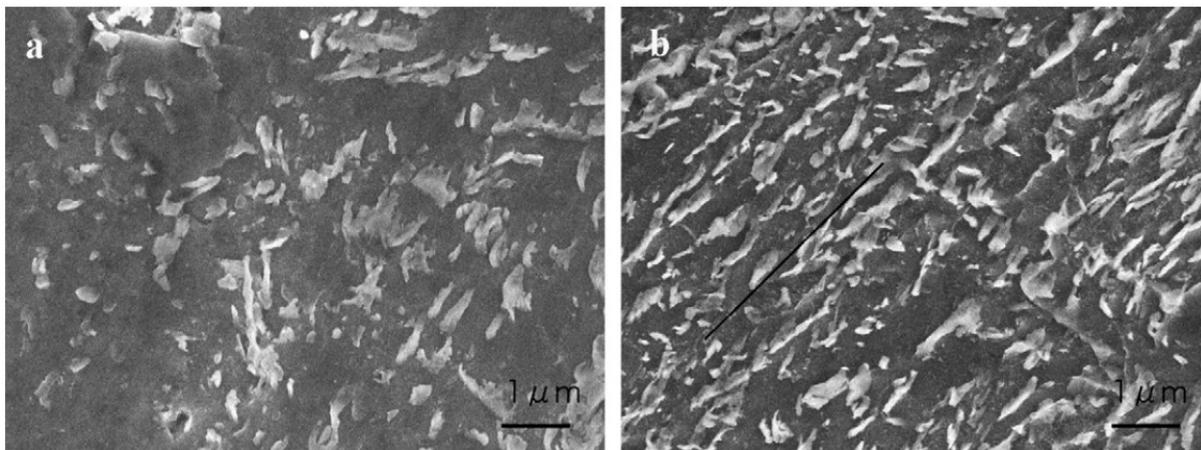


Figura 5. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da bainita granular em um aço 30CrNi3MoV resfriado a 3 °C/min: (a) constituinte M/A distribuído de forma aleatória, e (b) constituinte M/A distribuído de forma orientada. Fonte: Adaptado da referência (74).

A evolução da reação bainítica durante o resfriamento é normalmente investigada por meio de ensaios de dilatométrica, onde a dilatação da amostra é diretamente relacionada a transformação austenita-bainita. Na referência (75), o efeito da taxa de resfriamento sobre as características da transformação bainítica foi avaliado em um aço CrMoV. Estes resultados são apresentados na Figura 6 (a), e demonstram que a temperatura de início da transformação bainítica aumenta com a redução da taxa de resfriamento. Além disso, pontos de inflexão secundários podem ser detectados nas curvas de taxa de dilatação como indicado na Figura 6 (b). A ocorrência do segundo pico foi atribuída pelos autores à formação de precipitados ou de constituintes M/A.

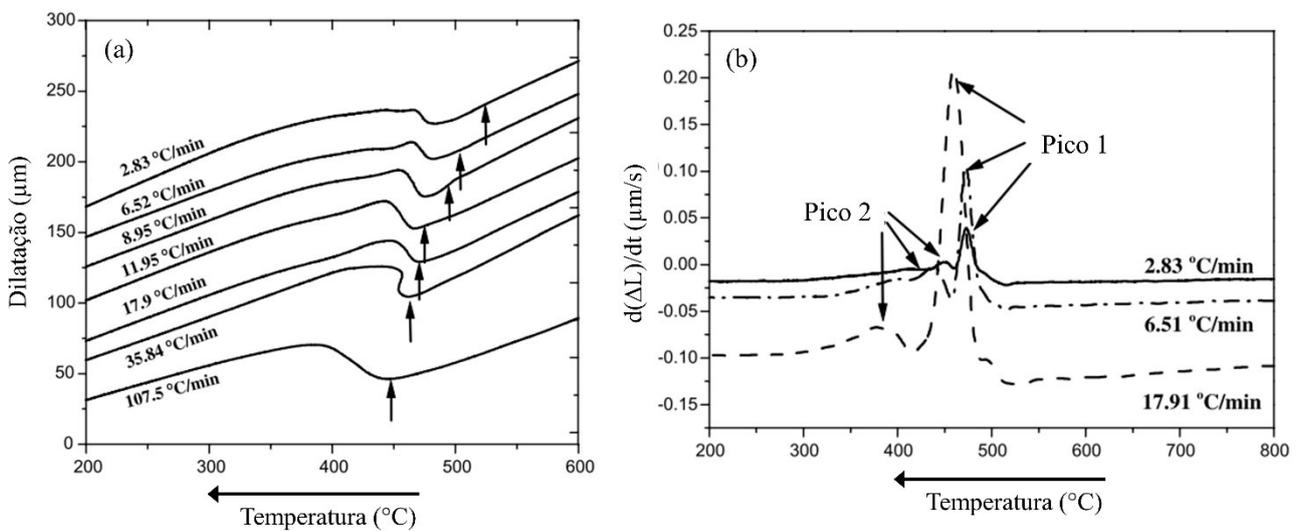


Figura 6. (a) Dilatação da amostra em função da temperatura obtida nos ensaios de dilatométrica de um aço CrMoV sob diferentes taxas de resfriamento, onde as setas indicam o início da transformação bainítica. (b) Taxa de dilatação como uma função da temperatura durante o resfriamento com 17,91 °C/min, 6,51 °C/min e 2,83 °C/min. Fonte: Adaptado da referência (75).

Na referência (76), a cinética de transformação de fase em um aço de baixo carbono microligado foi avaliada por meio de ensaios de dilatométrica. Os resultados relativos a transformação bainítica são apresentados na Figura 7, que mostra a evolução da fração transformada de bainita como uma função da taxa de resfriamento considerando temperaturas de austenitização de 850, 1050 e 1300 °C. De forma geral, os autores explicam, que o aumento da taxa de resfriamento reduz a temperatura de início da transformação bainítica, independente da temperatura de austenitização empregada. Em relação a taxa de transformação (Figura 7 (d-e-f)), os autores mencionam que em uma dada temperatura, o aumento da taxa de resfriamento produz um aumento médio na taxa de reação.

Contudo, esse efeito parece não ser tão evidente quando a taxa de resfriamento é de $0,5\text{ °C/s}$ (Figura 7 (d)). Na Figura 7 (f), é possível identificar um segundo pico na taxa de transformação nos estágios finais da transformação. Os autores atribuem essa variação a formação de constituintes M/A secundários ou precipitados, tal como sugerido na referência (75).

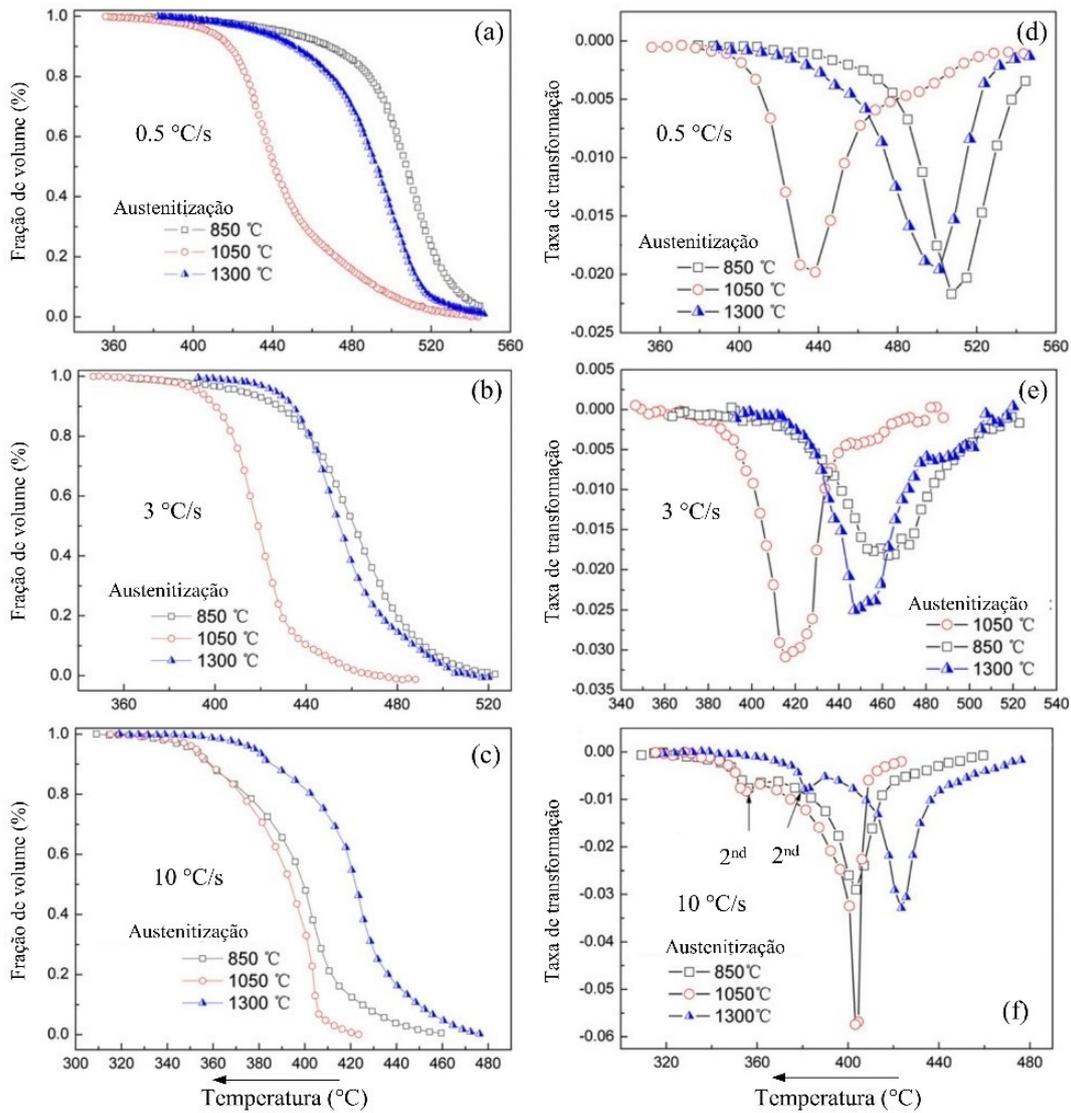


Figura 7. Cinética da transformação bainítica como uma função da temperatura de austenitização sob diferentes taxas de resfriamento de (a) e (d) $0,5\text{ °C/s}$; (b) e (e) 3 °C/s ; (c) e (f) 10 °C/s . Fonte: Adaptado da referência (76)

A identificação de pontos de inflexão secundários nas curvas de dilatométrica durante a reação bainítica, sob condições de resfriamento contínuo, também é reportada na referência (77), em investigações no aço Fe-0,39C-0,65Mn-0,24Si-1,60Ni-0,67Cr-0,15Mo (wt.%). O ponto de

inflexão foi observado em aproximadamente 430 °C durante a reação bainítica, correspondendo a transição de temperatura entre a bainita superior e inferior durante o resfriamento de 1,6 °C/min. Os autores do trabalho mencionado atribuem a transição percebida nas curvas de dilatométrica como um efeito dos diferentes mecanismos e cinética entre a bainita inferior e superior.

Pontos secundários de inflexão sobre a curva de dilatométrica também podem ser interpretados graficamente durante a transformação bainítica obtida por resfriamento contínuo (0,01 K/s) em um aço com 0,3 C wt.% (78). Entretanto, a origem deste comportamento não foi discutida pelos autores do trabalho. Na referência (20), as transformações de fase foram avaliadas por ensaios de dilatométrica em aços baixa liga com taxas de resfriamento de 0,1, 1 e 10 °C/s, após a austenitização em patamares de 880, 900 e 1000 °C. Contudo, nenhuma consideração em relação aos estágios da transformação foi abordada no trabalho mencionado.

Recentemente, os estágios da transformação bainítica foram avaliados de forma abrangente durante o resfriamento em um aço bainítico isento de carbonetos com 0,28 wt.% C (19). Os resultados dos ensaios de dilatométrica para diversas taxas de resfriamento juntamente com a derivada temporal da dilatação são mostradas na Figura 8. A evolução das curvas de expansão associadas a reação bainítica demonstra que as características de transformação de fase mudam de um comportamento contínuo para um comportamento de dois estágios com a diminuição da taxa de resfriamento (< 0,75 K/s). Essa mudança é caracterizada pela ocorrência de um segundo pico nas curvas de dilatométrica na Figura 8 (d), (e) e (f). Esses resultados são similares aos documentados na referência (75) (ver novamente Figura 6 (b)). Entretanto, os resultados apresentados na referência (19), com base em caracterizações por microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução, não fornecem evidências claras da ocorrência de precipitação na microestrutura bainítica. Conseqüentemente, a ocorrência do segundo pico nas curvas de dilatométrica (ver Figura 8 (d), (e), (f)) não pode ser relacionada a presença de precipitados, tal como sugerido na referência (75).

As características da transformação bainítica podem ser descritas consistentemente como um processo de quatro estágios para taxas de resfriamento menores que 0,75 K/s (19):

Estágio I. Rápida nucleação de subunidades de bainita nos contornos de grão e estabilização da austenita retida (com morfologia de filmes) devido ao enriquecimento de carbono;

Estágio II. Enriquecimento de carbono adicional na austenita residual leva a estase na transformação bainítica;

Estágio III. A transformação adicional da austenita remanescente, bem como a difusão de longo alcance do carbono leva a uma estabilização da austenita com morfologia em forma de blocos;

Estágio IV. Fim da transformação e formação dos constituintes M/A.

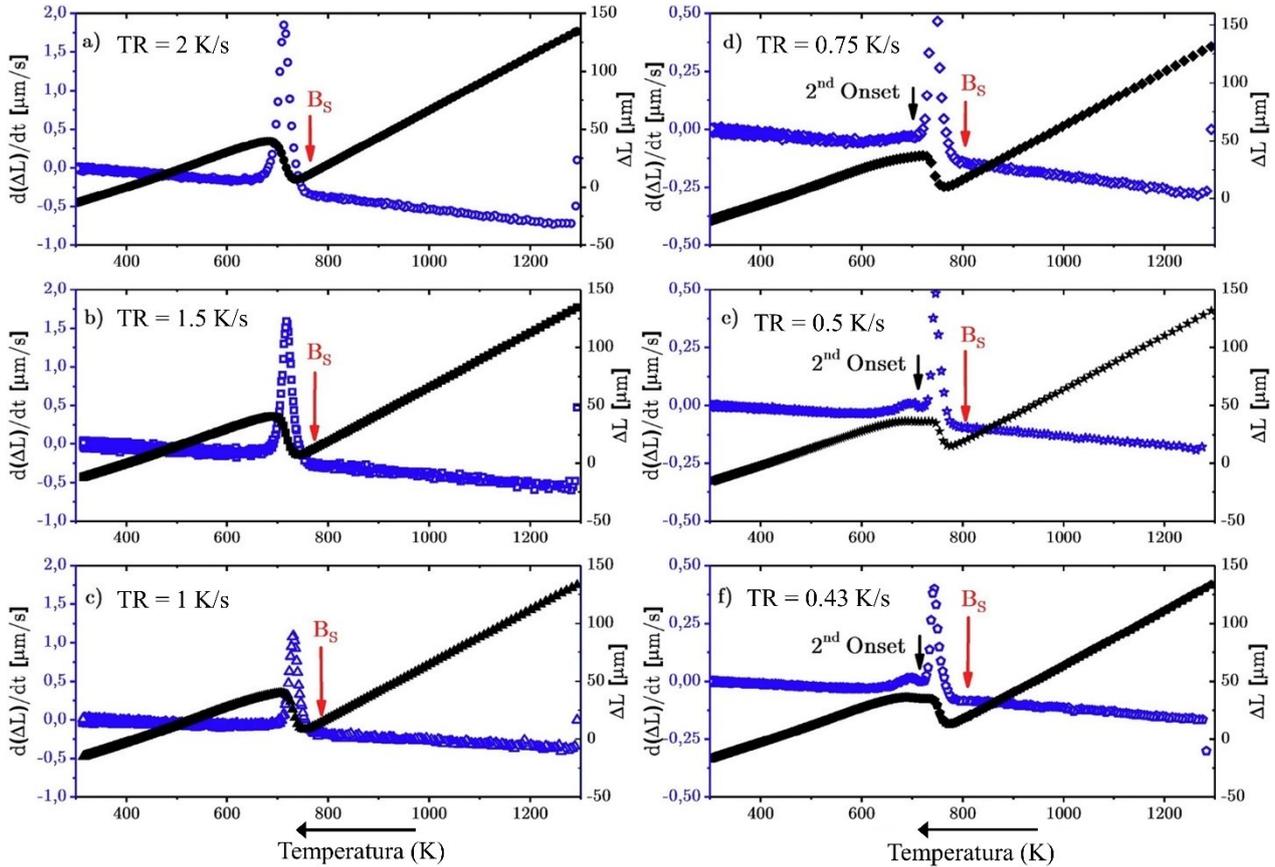


Figura 8. Variação do comprimento ΔL (símbolos fechados), e curva derivativa, $d(\Delta L)/dt$ (símbolos abertos), como uma função da temperatura para taxas de resfriamento entre 2 e 0,43 K/s. O termo “2nd Onset” indicado em (d), (e) e (f) se refere ao segundo ponto de inflexão detectado na curva derivativa durante a transformação bainítica. Fonte: Adaptado da referência (19).

A transformação bainítica obtida por resfriamento contínuo em um aço 22CrMnNiMo pode apresentar diferentes estágios de acordo com a taxa de resfriamento empregada (79). Esses estágios (I, II e III) são delimitados sobre a curva de fração de ferrita bainítica em função da temperatura na Figura 9, onde as setas indicadas para baixo indicam os pontos de inflexão. Além disso, as setas indicadas para cima indicam o pico máximo na taxa de transformação existente entre dois pontos de inflexão. O aumento da taxa de resfriamento de 0,1 K/s (Figura 9 (a)) para 1 K/s (Figura 9 (b)) reduz

o número de estágios da transformação bainítica de três para dois. Sob condições de resfriamento lento (0,1 K/s), os estágios I e II são associados a reação bainítica e formação de ferrita acicular, enquanto a transformação martensítica ocorre no III estágio, ou no estágio II sob condições intermediárias e de resfriamento rápido (1 ou 20 K/s, respectivamente). A transformação incompleta da bainita é responsável pela ocorrência de diferentes estágios de transformação sob condições de resfriamento contínuo.

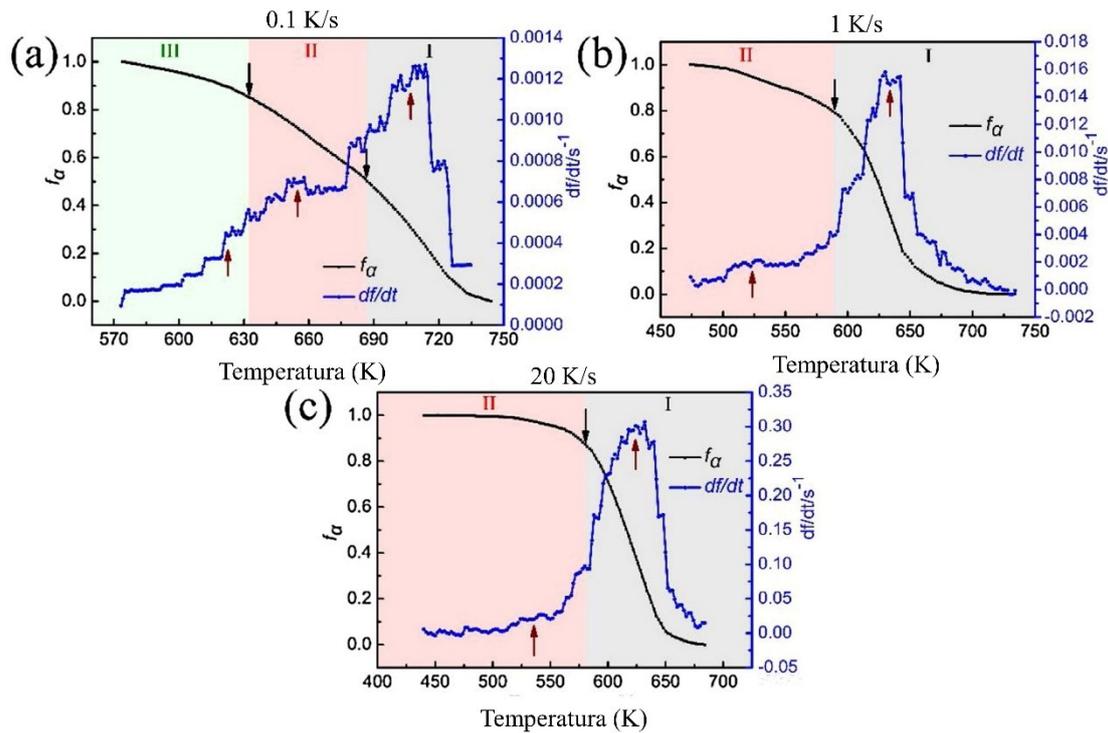


Figura 9. Fração de ferrita bainítica (f_α), e taxa de transformação (df/dt) como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo com taxas de resfriamento de (a) 0,1 K/s, (b) 1 K/s e (c) 20 K/s. As setas apontadas para baixo em cada gráfico f_α -T indicam os pontos de inflexão da transformação, enquanto que as setas apontadas para cima indicam o pico na taxa de transformação em cada curva df/dt . Fonte: Adaptado da referência (79).

A reação bainítica sob condições de resfriamento contínuo em um aço de baixo carbono microligado pode ser precedida pela formação de ferrita proeutetóide, dependendo da taxa de resfriamento empregada no processo (80). Neste cenário, a redução da taxa de resfriamento leva a um aumento da fração transformada de ferrita proeutetóide para uma dada temperatura como observado na Figura 10. Além disso, é observado um intervalo de estagnação (ΔT) entre a transformação ferrítica e bainítica, na qual a fração transformada não varia significativamente, consequentemente retardando a transformação bainítica. Esse fenômeno de estagnação é associado a presença acentuada de

segregações de Mn com distribuição senoidal ao longo da seção longitudinal da amostra. Nessa microestrutura, a ferrita nucleia e cresce preferencialmente ao longo de regiões relativamente pobres em Mn. Deste modo, a transformação subsequente a ferrítica, tende a ocorrer em regiões da austenita com maiores concentrações de Mn, o que conseqüentemente reduz a temperatura de início da reação bainítica, além de retardar significativamente a sua cinética. O aumento da taxa de resfriamento diminui o teor de Mn e C na bainita, bem como a magnitude do fenômeno de estagnação da transformação. Além disso, a morfologia da bainita muda de bainita inferior para ferrita acicular.

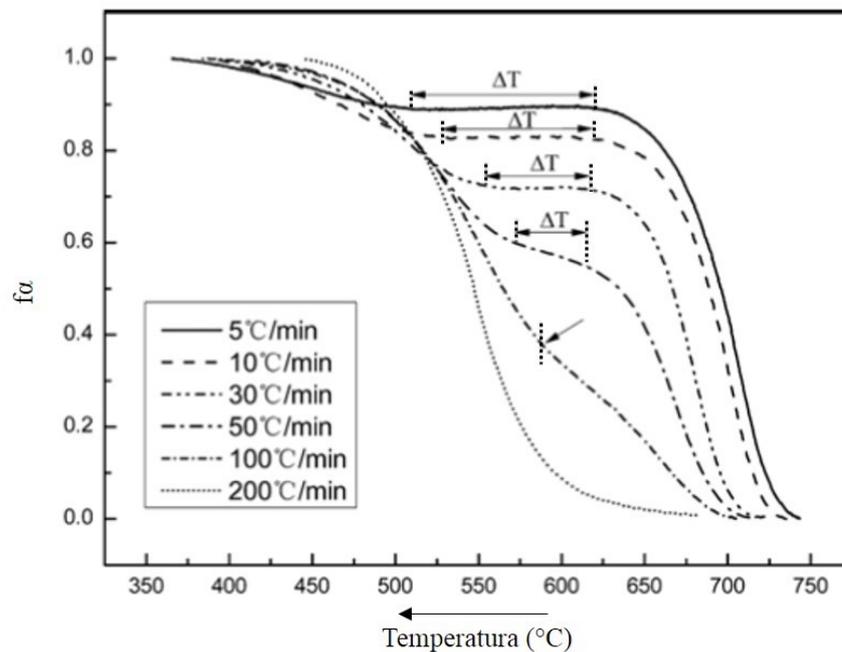


Figura 10. Fração transformada de fase obtida a partir das curvas de dilatométrica como uma função da temperatura sob diferentes taxas de resfriamento. O estágio de estagnação é indicado por “ ΔT ” ou por uma transição (indicada pela seta) na curva temperatura-fração. Fonte: Adaptado da referência (80).

Na referência (81), a microestrutura e cristalografia da microestrutura bainítica, desenvolvida por resfriamento contínuo, foi avaliada em um aço de baixo carbono isento de carbonetos com bandas de segregação. Os autores explicam que a presença de bandas de segregação reveladas pelo ataque metalográfico (Figura 11) são consequência direta do processo de solidificação da liga, onde a formação de ferrita- δ em alta temperatura gera uma segregação de elementos substitucionais, que por conseguinte, podem ser herdadas pelos produtos da decomposição da austenita. Por meio de Espectroscopia dispersiva de comprimento de onda (WDS), os pesquisadores verificaram que as

bandas são relativamente enriquecidas em Cr, Mo e Si e empobrecidas em Mn. Entretanto, observações microestruturais conduzidas por microscopia eletrônica de varredura e difração de elétrons retroespalhados não revelaram nenhuma diferença microestrutural relevante entre as bandas de segregação e a matriz. Baseado nos perfis de elementos químicos analisados, a diferença na temperatura B_s teórica calculada entre a matriz e as bandas de segregação é de aproximadamente $10\text{ }^\circ\text{C}$, o que significa que o empobrecimento de Mn nas bandas é balanceado pelo teor mais alto de outros elementos, Cr, Mo, Si, e vice-versa para a matriz. De acordo com os autores, esse balanço entre os elementos químicos justifica o fato da microestrutura bainítica ser a mesma tanto nas bandas como na matriz.

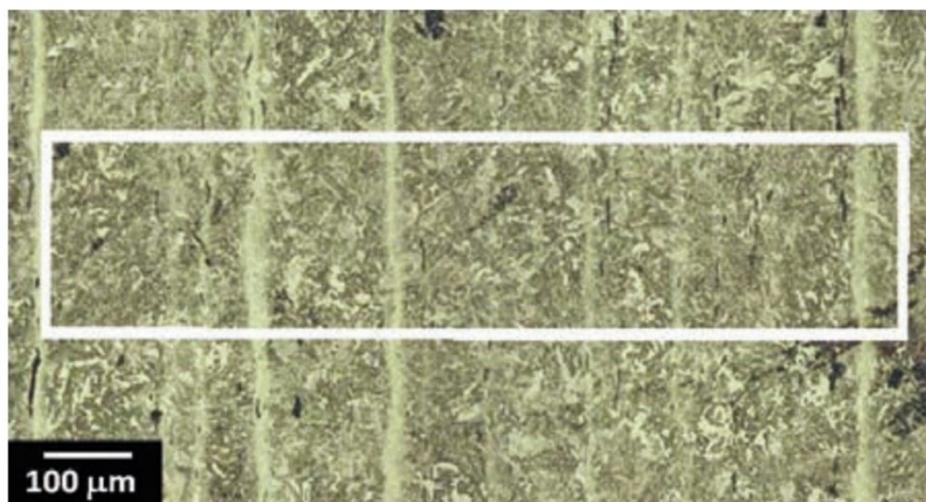


Figura 11. Micrografia obtida por microscopia óptica da microestrutura bainítica mostrando as bandas de segregação (direção vertical). O retângulo em branco indica a área para análise microestrutural comparativa entre as bandas e a matriz). Ataque nital 2%. Fonte: Adaptado da referência (81).

Na referência (82) foi avaliado a influência do grau de refinamento da austenita sobre a microestrutura obtida por resfriamento contínuo em aço de baixo carbono microligado. É documentado neste trabalho que grãos austeníticos relativamente grosseiros não apresentam uma forte seleção de variantes, o que resulta em microestrutura intercalada. Em contraste, uma intensa seleção de variantes foi identificada em grãos austeníticos relativamente refinados, induzindo o crescimento das variantes de forma ordenada. Como resultado das diferentes orientações, uma menor concentração de carbono próximos as interfaces de ferrita bainítica pode ser desenvolvida em grãos grosseiros em comparação com grãos refinados. Em grãos grosseiros (Figura 12 (a)), a concentração

de carbono da austenita próxima aos feixes de bainita existentes podem se tornar baixas o suficiente para geração de sítios de nucleação para crescimento da ferrita bainítica, enquanto que na austenita refinada (Figura 12 (b)), os campos de difusão do carbono adjacentes aos feixes de bainita são mais propensos a sobreposição, mantendo a concentração de carbono mais alta e reduzindo a força motriz para nucleação da bainita. É ressaltado na referência citada, que investigações adicionais sobre o particionamento de carbono e sua distribuição na microestrutura são necessárias para obter detalhes mais precisos destes fenômenos, uma vez que a estratégia de resfriamento contínuo fornece tempo suficiente em temperaturas relativamente altas para difusão de carbono na austenita.

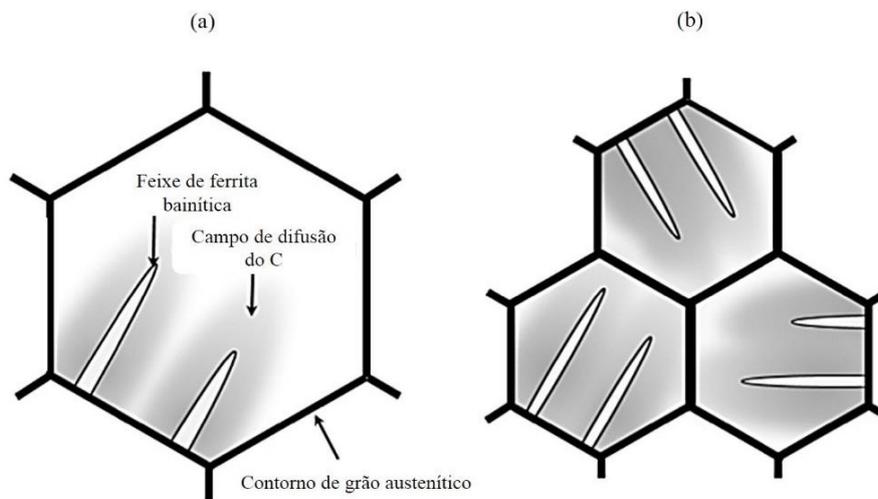


Figura 12. Representação esquemática dos campos de difusão de carbono em (a) grão grosseiros, e (b) grão refinados de austenita. Fonte: Adaptado da referência (82).

Considerações sobre a microestrutura bainítica formada por resfriamento contínuo em aços de baixo carbono microligados são apresentadas na referência (21). Os autores deste trabalho apontam que a morfologia da bainita está relacionada à taxa de nucleação, a qual depende da força motriz, que está principalmente relacionada a dois fatores: a temperatura de transformação e a taxa de resfriamento. Em uma alta temperatura de transformação (devido ao resfriamento lento), a taxa de nucleação da ferrita bainítica é baixa, o que resulta em placas de ferrita bainítica relativamente grandes com orientações cristalográficas semelhantes como pode ser observado na Figura 13 (a). Taxas de resfriamento mais rápidas aumentam a força motriz para transformação, consequentemente induzindo uma maior taxa de nucleação. Como resultado, os pacotes cristalográficos da ferrita bainítica produzida se apresentam em maior número e com maior grau de refinamento (Figura 13 (b)).

Devido a rápida transformação bainítica em aços de baixo carbono, é mais importante controlar a taxa de nucleação da ferrita bainítica do que a taxa de crescimento da mesma.

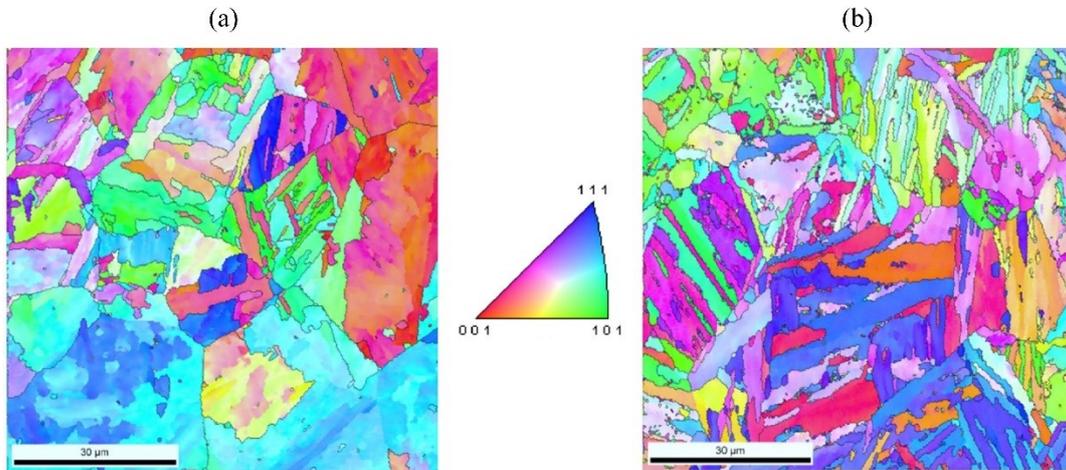


Figura 13. Figuras de polo inverso de microestruturas bainíticas obtidas por resfriamento contínuo: (a) 2 °C/s; (b) 10 °C/s. Fonte: Adaptado da referência (21).

O efeito da taxa de resfriamento (0,5, 1 e 3 K/s) na nucleação da ferrita bainítica em um aço com 0,35 wt.% C, isento de carbonetos e microligado com Nb e Ti, foi estudado na referência (58). Os pesquisadores ressaltam que a microestrutura final obtida por resfriamento contínuo é composta por ferrita bainítica, martensita e austenita retida. O controle da nucleação e morfologia da ferrita bainítica, bem como o efeito no refinamento da martensita, podem ser obtidos com o ajuste da temperatura de transformação inicial. A 623 K e resfriamento por 0,5 K/s, por exemplo, os autores evidenciaram a nucleação intragranular da ferrita bainítica, o que promoveu um refinamento tanto da microestrutura martensítica quanto da austenita retida na microestrutura final. Os resultados também demonstram que a precipitação de carbonetos do tipo épsilon na ferrita bainítica é inevitável quando a taxa de resfriamento é lenta (0,1 K/s), causando uma redução do teor de carbono da austenita não transformada, conseqüentemente aumentando a sua tendência em se transformar para martensita durante o processo de resfriamento. Os autores ainda relatam que a segregação de boro nos contornos de grão austenítico além de suprimir a formação de ferrita, induz a nucleação de ferrita bainítica no interior dos grãos.

2.4 CONSIDERAÇÕES SOBRE O EFEITO DO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO E RESFRIAMENTO CONTÍNUO NA REAÇÃO BAINÍTICA

É importante ressaltar que os efeitos da deformação sobre os produtos da reação bainítica são pouco explorados em relação à temperatura de transformação (10). De modo geral, a literatura científica sobre o processamento termomecânico de aços bainíticos é principalmente relacionada a tratamentos isotérmicos em aços com alto e médio teor de carbono. Em contraste, o conhecimento científico agregado a nova geração de aços bainíticos processados por resfriamento contínuo é escasso, apesar do fato que tratamentos não isotérmicos estão presentes na maioria das operações de deformação a quente em escala industrial. Portanto, esta seção terá enfoque em reunir o conhecimento relacionado à reação bainítica sob condições de processamento termomecânico com resfriamento contínuo.

Na referência (72) a microestrutura obtida por resfriamento contínuo, precedida por deformação em alta temperatura, foi estudada em um aço com 0,06 wt. % C microligado. Como pode ser observado na Figura 14, nas condições sem deformação, taxas de resfriamento relativamente lentas (0,05 °C/s) favorecem a formação de ferrita poligonal, enquanto microestruturas 100% bainíticas são obtidas por resfriamento a 1 °C/s. Com o incremento da taxa de resfriamento, observa-se uma mudança gradual da morfologia granular (com orientação aleatória) para uma morfologia em forma de placas (orientada), bem como a presença de martensita (25 °C/s). O aumento de dureza nas microestruturas resfriadas a 10 e 25 °C/s foi atribuída pelos autores ao refinamento da microestrutura bainítica e também a presença de martensita. Ainda considerando a Figura 14, os autores ressaltam que a deformação da austenita resulta em um refinamento dos grãos de ferrita poligonal (0,05 °C/s). Entretanto, a fração de área de bainita granular formada a 0,05 °C/s não foi afetada pela deformação prévia da austenita. Nesta condição de resfriamento (0,05 °C/s), os autores verificaram uma menor dureza, o que pode ser explicada por diferentes níveis de endurecimento por precipitação causados pela deformação da austenita. Outro efeito da deformação é o aparecimento da microestrutura granular na amostra resfriada a 5 °C/s. Além disso, uma redução de dureza da microestrutura com morfologia em ripas (*lath-like bainite*) é associado ao aparente engrossamento das placas de bainita. Placas mais largas e curtas foram obtidas devido ao fato de que as discordâncias na austenita deformada limitam o crescimento das placas de bainita.

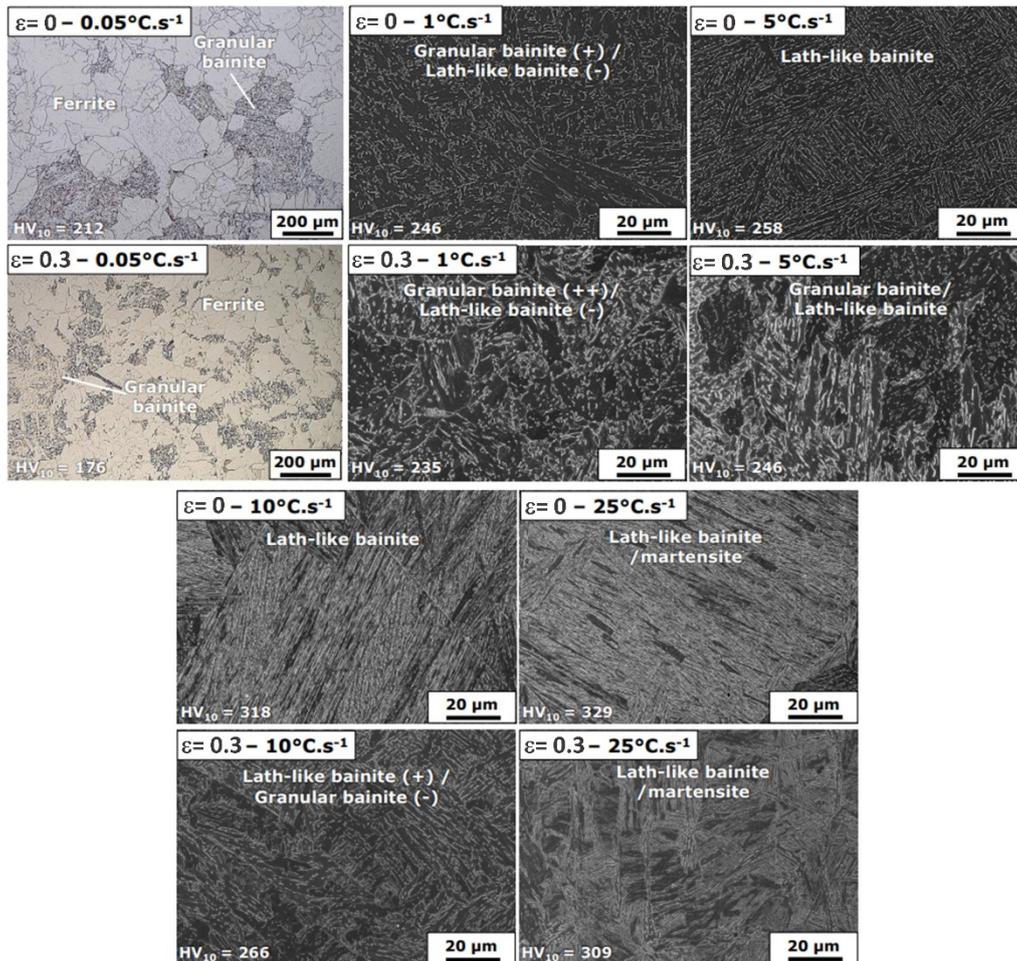


Figura 14. Microestruturas obtidas por resfriamento contínuo (0,05, 1, 5, 10 e 25 °C.s⁻¹) a partir da austenita não deformada ($\epsilon=0$) e deformada ($\epsilon=0,3$) em uma aço com 0,06 wt.% C. Os sinais (+) e (-) são indicações de uma maior ou menor fração volumétrica de um dado constituinte, respectivamente. HV_{10} (canto inferior esquerdo nas ilustrações) representa a dureza Vickers com carga de 10 Kg. *Ferrite*: ferrita; *granular bainite*: bainita granular; *Lath-like bainite*: bainita com morfologia de ripas; *Martensite*: martensita. Fonte: Adaptado da referência (72).

De acordo com referência (83), durante o resfriamento contínuo, os efeitos da deformação podem diferir consideravelmente daqueles sob condição isotérmica. De forma geral, o condicionamento termomecânico da austenita afeta a transformação bainítica de uma maneira complexa devido a ação de vários fatores que podem ou não resultar em um estímulo da transformação. Um efeito da deformação a quente durante o resfriamento contínuo, relativamente bem estabelecido na literatura, é o deslocamento para temperaturas maiores e tempos mais curtos da reação ferrita-perlita. Taxas de resfriamento relativamente baixas reduzem os efeitos da deformação sobre a transformação bainítica durante o resfriamento contínuo, devido ao maior tempo em

temperaturas relativamente elevadas, conseqüentemente promovendo uma restauração da microestrutura deformada. O efeito mencionado pode ou não retardar a reação bainítica.

Em relação a temperatura de início da transformação bainítica (B_s) em um aço de baixo carbono (0,06 wt. % C) microligado, a B_s é maior na austenita deformada (21), sendo este efeito mais pronunciado a medida que a taxa de resfriamento é aumentada como mostrado na Figura 15 (observar a variação ΔT_{B_s}). Nesta figura, é possível perceber que o efeito da taxa de resfriamento, ou seja, a variação de B_s no resfriamento lento versus rápido, é de cerca de 100 °C na austenita deformada e cerca de 150 °C na austenita não deformada. A austenita deformada possui uma maior área de superfície de contorno de grão por unidade de volume, além de bandas de deformação e discordâncias. Essas características aumentam a energia interna armazenada na austenita, o que conseqüentemente aumenta a força motriz para a transformação. Além disso, um aumento na taxa de resfriamento durante o resfriamento contínuo, fornece uma maior força motriz para a reação, criando mais sítios de nucleação e aumentando a taxa de nucleação da bainita. As tendências em termos de temperatura B_s apresentadas na Figura 15 também são documentadas na referência (84) para um aço de baixo carbono (0,03 wt. % C) microligado e referência (85) em um aço com 0,1 wt. % C.

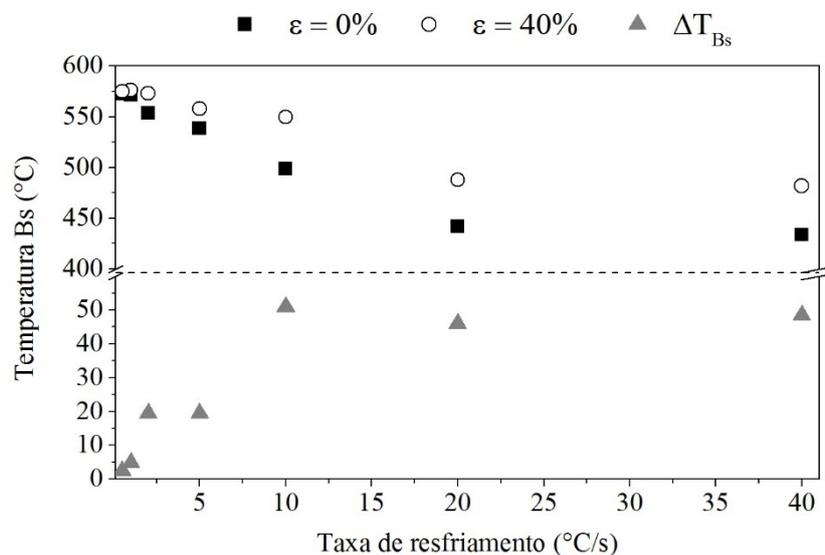


Figura 15. Temperatura de início da transformação bainítica (B_s) em função da taxa de resfriamento em um aço com 0,06 wt.% C, com e sem efeito da deformação prévia da austenita. ΔT_{B_s} representa a diferença de temperatura B_s para uma determinada taxa de resfriamento entre a austenita deformada em relação a não deformada. Fonte: Adaptado da referência (21).

Na referência (86) foi observado uma diminuição da temperatura de início da transformação bainítica com o aumento da deformação da austenita na faixa de temperatura de não recristalização para um aço com 0,042 wt; % C microligado. Os autores ressaltam que tal efeito foi observado tanto para taxas de resfriamento baixas como altas. De acordo com estes pesquisadores, a redução da B_s é associada à obstrução promovida pelas discordâncias na austenita deformada, e a precipitação de Nb induzida por deformação, com as interfaces de austenita/bainita durante o crescimento da ferrita bainítica.

No que se refere ao papel dos defeitos cristalinos, o aumento de discordâncias e subestruturas de deformação na austenita, resultantes da deformação plástica, suprime o alongamento das ripas de ferrita bainítica devido à estabilização mecânica da austenita (87). Esse efeito é observado principalmente em taxas de resfriamento relativamente lentas ou altas temperaturas de transformação, isto é, em condições em que a força motriz para o avanço da interface de transformação não é suficiente para superar as subestruturas de deformação da austenita.

Em relação ao fenômeno da “estabilização mecânica da austenita” mencionado no parágrafo acima, o aumento da densidade de discordâncias na austenita, resultante de um processo de deformação plástica, implica em uma resistência ao avanço das interfaces de ferrita bainítica, de maneira similar ao verificado para a transformação martensítica na austenita deformada plasticamente (7).

As contribuições dominantes para a estabilização mecânica da austenita, durante a reação bainítica, são apresentadas de maneira ilustrativa na referência (27). Como pode ser observado na Figura 16, nos estágios iniciais da formação da bainita, uma densidade de discordâncias relativamente alta na austenita é considerada ser o mecanismo dominante de estabilização, dificultando os mecanismos de deformação plástica associadas ao avanço das interfaces da bainita. Com o progresso da transformação (Estágio II), restrições geométricas impostas pelo particionamento geométrico do grão de austenita pelos feixes de bainita, criam regiões com alto grau de refinamento na austenita, o que pode reduzir a habilidade de acomodação plástica da bainita.

No estágio final de formação da bainita, o número de regiões de austenita isoladas aumentam (Estágio III na Figura 16). Isso significa que a reação continua pela transformação parcial de tais regiões de austenita isoladas em bainita. Essa transformação não é acompanhada de deformação plástica na austenita, uma vez que a resistência imposta pela matriz bainítica adjacente a austenita atua como uma restrição. Ao invés de produzir um aumento adicional na densidade de discordâncias,

a transformação subsequente da austenita em bainita aumenta a pressão hidrostática nas regiões remanescentes de austenita não transformada, consequentemente ocasionando a sua estabilização.

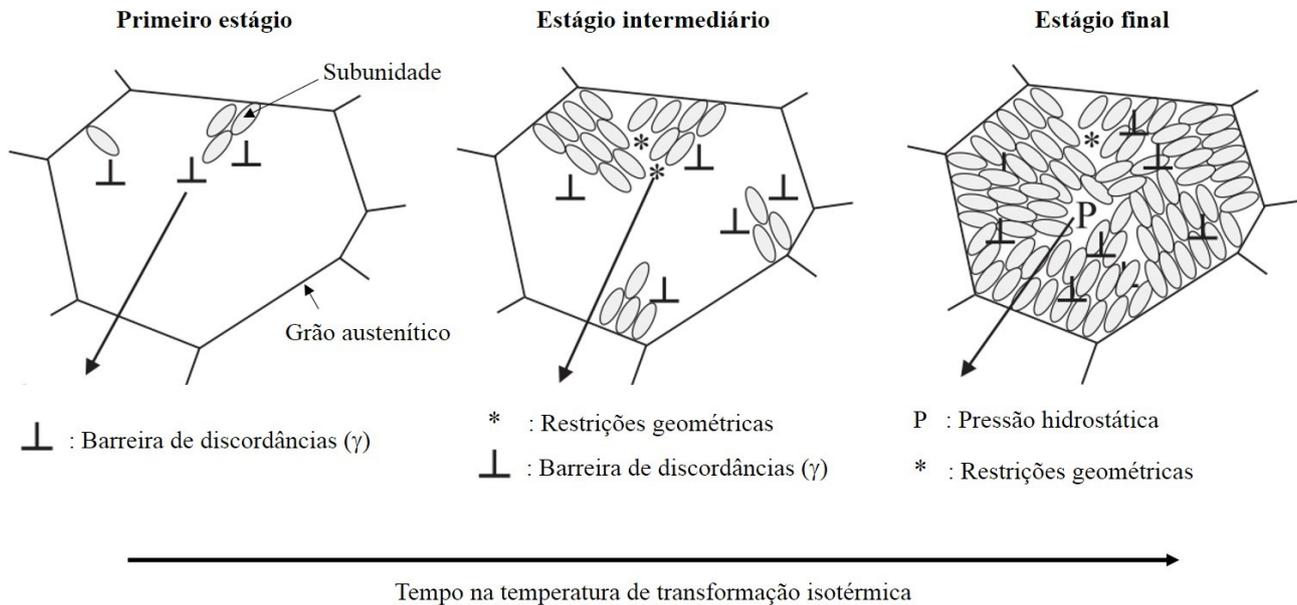


Figura 16. Representação esquemática dos diferentes estágios da formação da bainita em um grão austenítico (previamente deformado), com as contribuições dominantes para a estabilização mecânica indicadas em diferentes estágios da transformação. Fonte: Adaptado da referência (27).

Recentemente, alguns pesquisadores têm reportado que a expansão macroscópica associada a reação bainítica pode ser anisotrópica, isto é, o sinal de dilatométrica mensurado na direção longitudinal da amostra não é o mesmo que o transversal. Esse comportamento é apresentado na Figura 17, onde o sinal de dilatométrica longitudinal (L) e diagonal (D) são bastante similares na condição sem deformação. Por outro lado, quando uma deformação compressiva de 20% é aplicada, o sinal longitudinal é negativo enquanto o diagonal é positivo. Essa dilatação anisotrópica foi observada durante a reação bainítica na austenita deformada em aços de médio teor de carbono nas referências (9,46), e alto carbono (44). Na referência (44), os autores explicam que o fenômeno de dilatação anisotrópica é resultado de uma significativa seleção de variantes ocorrida na austenita texturizada pela deformação a quente. É importante destacar que o fenômeno de dilatação anisotrópica, ou possíveis alterações no sinal de dilatométrica, ainda não foram detalhadamente estudadas durante a reação bainítica sob condições de processamento termomecânico com resfriamento contínuo.

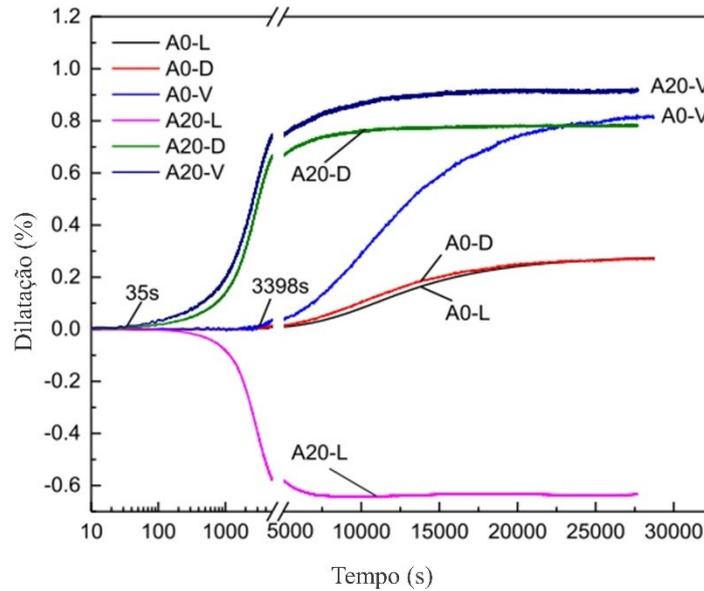


Figura 17. Dilatação nas direções longitudinais (L) e diagonal (D), e mudança de volume (V) para o corpo de prova não deformado (A0) e deformado com 20% em compressão (A20), durante a reação bainítica isotérmica em um aço Fe-0,95C-1,42Si-1,82Mn-0,93Cr-0,24Mo-1,34Co-1,05Al (wt.%). Fonte: Adaptado da referência (44).

Não obstante dos estudos em relação ao resfriamento contínuo de aços bainíticos, na referência (24) foi investigado o efeito da taxa de resfriamento sobre a microestrutura obtida em um aço de médio teor de carbono (0,25 wt.%), isento de carbonetos. O material foi previamente deformado sob compressão em dois estágios no campo austenítico, simulando um processo industrial. Como pode ser observado na Figura 18 (a), a fração volumétrica de austenita retida é inversamente proporcional a taxa de resfriamento. Na Figura 18 (b) é possível perceber que o aumento da taxa de resfriamento leva a um incremento na densidade de discordâncias da ferrita bainítica. Os autores explicam que tanto o comportamento da fração volumétrica de austenita retida como a densidade de discordâncias, podem estar relacionados a uma mudança na morfologia da bainita de granular para forma de placas orientadas, como resultado do aumento da taxa de resfriamento. Além disso, a força motriz para transformação da austenita remanescente (ao final da reação bainítica) em martensita é aumentada devido ao incremento do grau de super-resfriamento produzido pelas maiores taxas de resfriamento, o que possivelmente pode explicar o aumento da densidade de discordâncias. Contudo, os autores não apresentam dados comparativos entre a reação bainítica na austenita deformada e não deformada.

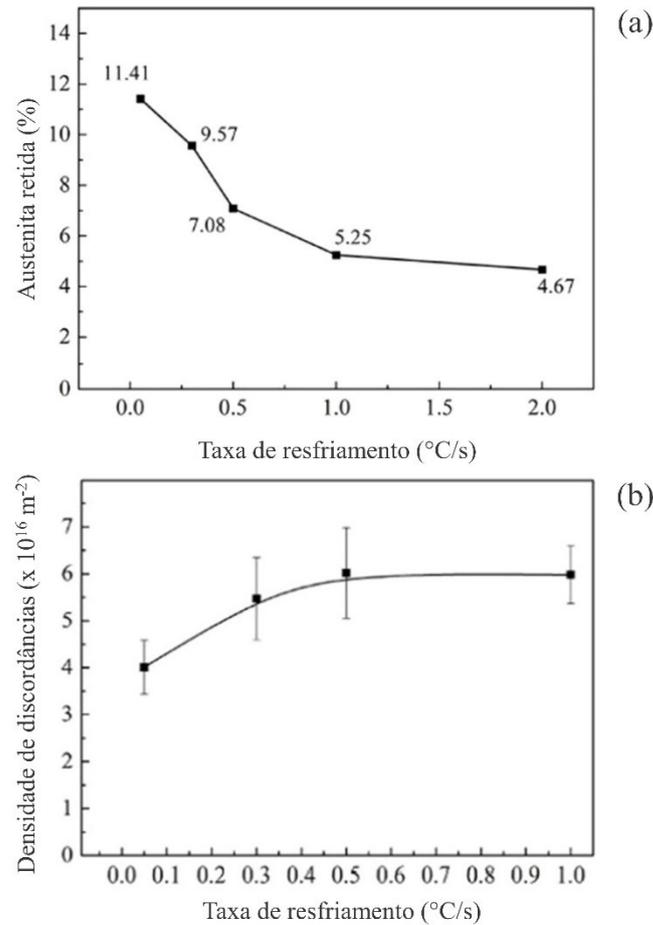


Figura 18. Relação entre austenita retida em (a) e densidade de discordâncias na ferrita bainítica em (b) como uma função da taxa de resfriamento. Fonte: Adaptado da referência (24).

Em relação a cinética de transformação de fases durante o resfriamento contínuo em um aço de baixo carbono (0,03 wt.%) microligado, é reportado na literatura que a reação bainítica é acelerada quando desenvolvida a partir da austenita deformada (não recristalizada) (84). A transformação bainítica pode ser acelerada pela deformação em alta temperatura (sem ou com baixa quantidade de ferrita prévia) em aços com 0,06 e 0,14 wt.% C microligados ao nióbio (88). A redução da temperatura de deformação estimula a formação de ferrita primária, produzindo um efeito de estabilização da transformação bainítica. Esse efeito é resultante de dois fatores: (I) alta densidade de discordâncias na matriz; (II) aumento do teor de carbono da austenita e sua consequente estabilização devido a formação da ferrita.

A fração volumétrica de bainita é influenciada pelo grau de deformação, taxa de resfriamento e temperatura de deformação durante o resfriamento contínuo de um aço com 0,14 wt. % C microligado (89). A temperatura B_s diminui com o aumento da taxa de resfriamento, e aumenta com

o incremento da temperatura de deformação, devido ao aumento da densidade dos defeitos na austenita. A transformação é acelerada quando a austenita é deformada em 950 °C, e retardada quando conduzida abaixo de 900 °C, devido a nucleação de ferrita proeutetóide.

Na referência (90) foram analisados os efeitos do tamanho de grão austenítico e da deformação sobre a reação bainítica em diversos aços com baixo teor de carbono (0,040 e 0,178 wt.% C) microligados. Os resultados indicam que a temperatura de formação da bainita durante o resfriamento contínuo não é afetada pelo tamanho de grão prévio da austenita. Por outro lado, a deformação da austenita, na região de não recristalização, eleva a temperatura de formação da bainita comparada com a estrutura equiaxial com a mesma área de contorno de grão γ por unidade de volume. Além disso, os autores evidenciam a ocorrência de nucleação intragranular da bainita em grãos γ alongados. O aumento da energia armazenada nos contornos de grão e bandas de deformação na austenita não recristalizada aceleram a reação bainítica.

Na referência (91) foram documentadas as características da transformação bainítica na austenita deformada durante o resfriamento contínuo de um aço de baixo carbono microligado. Os autores avaliaram experimentalmente o efeito do tempo (etapa isotérmica) após a deformação da austenita (região de não recristalização) sobre a temperatura de início (B_s) e fim (B_F) da reação bainítica. Na Figura 19 é possível perceber que B_s e B_F aumentam significativamente para tempos de até 100 segundos, e então permanecendo relativamente constantes. O máximo aumento produzido na temperatura de transformação foi aproximadamente 90 °C para a B_s e 50 °C para a B_F , sendo que a austenita permaneceu não recristalizada mesmo para o maior tempo de espera a 850 °C. Os autores da pesquisa concluem que o aumento do tempo, após a deformação da austenita, aumenta a fração de volumétrica de bainita na microestrutura final. Isso é explicado pela recuperação das subestruturas produzidas pela deformação da austenita, levando à um aumento dos sítios de nucleação para a bainita. A formação de ferrita primária (poligonal) durante o resfriamento contínuo diminui a taxa de transformação da bainita na austenita deformada. Isso ocorre devido a nucleação de ferrita (em subestruturas de deformação na austenita) reduzir a densidade de sítios de nucleação nos contornos de grãos para a bainita. Além disso, a transformação ferrítica acontece em uma faixa de temperatura relativamente maior do que a reação bainítica. Por fim, a reação bainítica na austenita deformada (não recristalizada) apresenta as seguintes características: um aumento da temperatura B_s , seguido por um atraso na cinética de reação em relação a austenita não deformada.

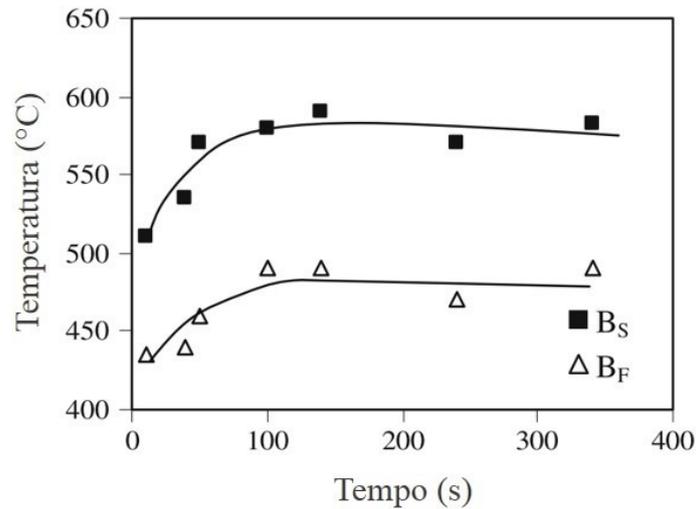


Figura 19. Variação da temperatura de início e fim da reação bainítica durante o resfriamento contínuo em função do tempo de permanência na temperatura isotérmica após a etapa de deformação ($\epsilon = 70\%$ em $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ com taxa de resfriamento de $40\text{ }^{\circ}\text{C/s}$). Fonte: Adaptado da referência (91).

Na referência (92) foi investigado o efeito da taxa de resfriamento sobre a morfologia e área do constituinte austenita-martensita (MA) em uma aço com $0,078\text{ wt. \% C}$ microligado. Os resultados desta pesquisa são apresentados na Figura 20, e sugerem que a fração de área do constituinte M/A aumenta de acordo com a redução da taxa de resfriamento. A área destes constituintes aumenta após a deformação da austenita. Os autores sugerem que essa tendência pode ser relacionada a concentração de carbono próximas as interfaces γ/α durante a transformação bainítica. Quando a taxa de resfriamento é acelerada, as interfaces de bainita crescem rapidamente, conseqüentemente o tempo para redistribuição de carbono na austenita é reduzido em relação as condições com taxas de resfriamento relativamente lentas. Assim, o tamanho do constituinte M/A é limitado em interfaces mais enriquecidas de carbono, devido a formação deste constituinte ser dependente da concentração de C da austenita no período de estase da transformação. Em contraste, em baixas taxas de resfriamento, a transformação de fases é relativamente mais lenta, o que permite ao carbono mais tempo para difusão, conseqüentemente a formação do M/A é facilitada nessa condição.

Ainda considerando a referência citada no parágrafo acima, o aumento da fração de M/A na amostra deformada pode estar associado a maior tendência de estabilização mecânica da austenita, devido a sua deformação na região de não recristalização. As discordâncias resultantes da deformação plástica aceleram a difusão de carbono para as interfaces das fases. Conseqüentemente, a austenita tende a ser mais facilmente retida durante a transformação de fase, o que evolui para uma maior área de M/A durante o resfriamento contínuo. Ainda considerando a Figura 20, de acordo com as

micrografias obtidas nas condições com e sem deformação, é possível perceber que o tamanho dos constituintes M/A diminui à medida que a taxa de resfriamento aumenta em ambas as condições. Na condição não deformada, os constituintes M/A apresentam uma forma irregular, enquanto na condição com deformação, estes constituintes apresentam uma distribuição mais aleatória.

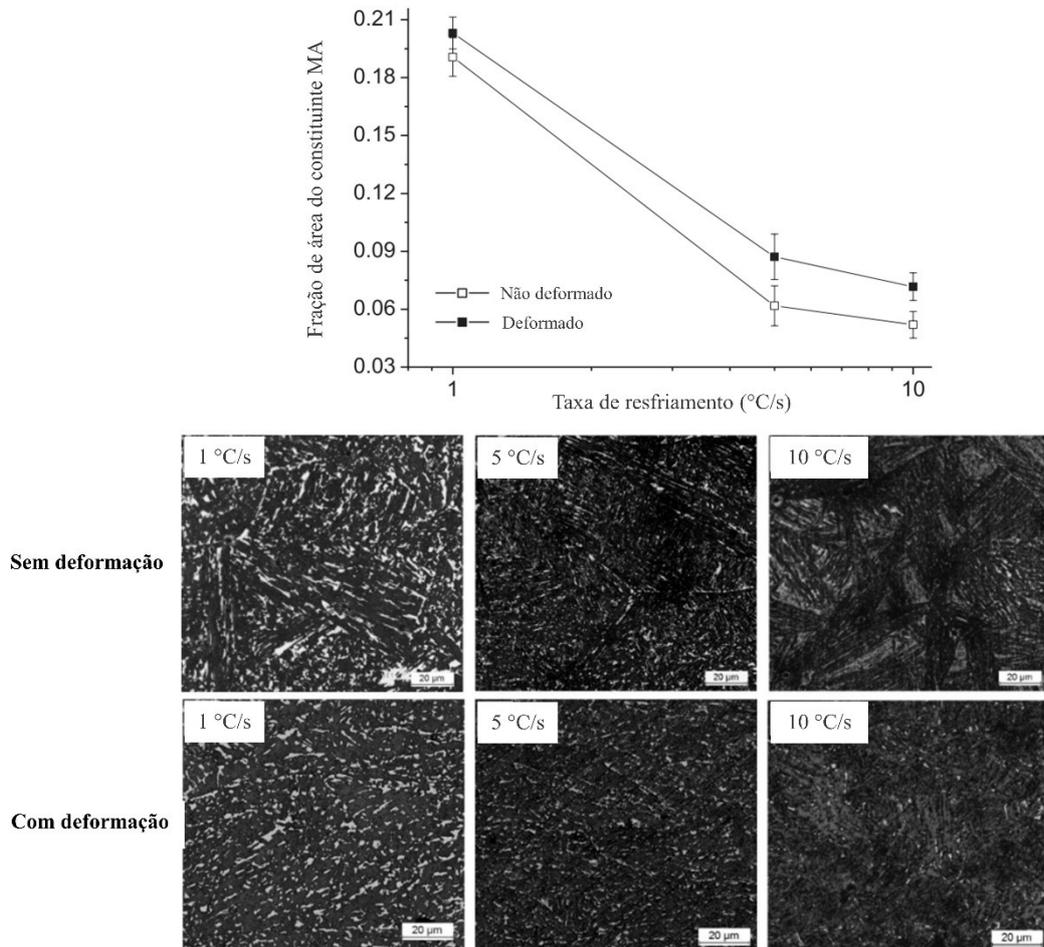


Figura 20. Fração de área mensurada do constituinte MA como uma função da taxa de resfriamento e microestruturas correspondentes obtidas com e sem deformação. Os constituintes MA aparecem como partículas claras em alto relevo nas micrografias. Fonte: Adaptado da referência (92).

2.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X SÍNCROTRON COM ALTA ENERGIA³

Técnicas de difração de raios-X têm sido aplicadas há quase um século (93), contribuindo de maneira significativa para avanços científicos no campo de ciência e engenharia de materiais. Nas últimas décadas, estimulada pelos constantes avanços nas áreas de instrumentação e processamentos de dados, análises de difração de raios-X síncrotron têm se tornado um poderoso método para caracterização de materiais (48). Desde a primeira observação da radiação síncrotron em 1947, o progresso na geração de radiação eletromagnética por meio de aceleradores de partículas e em métodos experimentais têm permitido enormes avanços na análise aprofundada da matéria (94).

O uso da radiação síncrotron apresenta diversas vantagens em relação as fontes de radiação convencionais utilizadas em laboratórios, por exemplo, a altíssima resolução dos padrões de difração, gerados com elevada resolução 2θ (95), e feixe altamente colimado. Além disso, o uso de altas energias (normalmente entre 30 keV e 1MeV), possibilita uma alta penetração do feixe na maioria dos materiais (96), permitindo assim obter informações sobre a estrutura cristalográfica em relação ao volume da amostra, diferentemente das fontes de radiação convencional com Cu ou Cr, nas quais a penetração do feixe é limitada em poucos micrômetros abaixo da superfície da amostra.

Na Figura 21 é apresentada uma ilustração esquemática e simplificada de um anel de armazenamento para radiação síncrotron. Neste dispositivo, os elétrons ou pósitrons são acelerados a velocidades próximas à da luz em tubos de ultra alto vácuo guiados por matrizes de ímãs. Os elétrons são guiados em um anel de armazenamento por campos magnéticos, sendo estes anéis compostos de vários segmentos, compreendendo uma seção reta seguida por uma seção curva, onde os elétrons são direcionados por meio de um ímã de dobra para a próxima seção. A radiação síncrotron é emitida nestas seções curvas, que podem, portanto, servir como uma fonte de raios-X para o desenvolvimento de experimentos científicos. Nas seções retas, os arranjos de ímãs, geralmente referidos como dispositivos de inserção, podem ser posicionados para produzir campos magnéticos alternados, fazendo com que o caminho dos elétrons oscile. Cada oscilação leva à emissão de radiação síncrotron e pela escolha do número, amplitude, frequência e direção dos osciladores, a radiação pode ser adaptada para diversas aplicações (95).

³ Esta seção é apresentada com intuito de proporcionar ao leitor um breve embasamento teórico sobre a difração síncrotron, permitindo assim um melhor entendimento sobre como foram obtidos os resultados apresentados na seção 2.6.

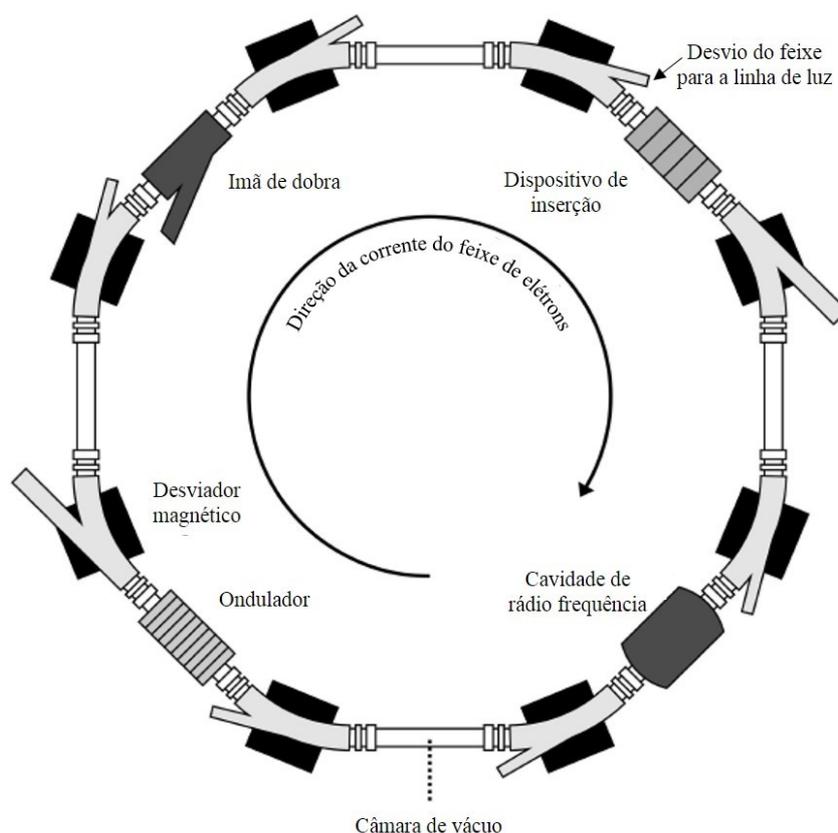


Figura 21. Ilustração esquemática simplificada de um anel de armazenamento para radiação síncrotron. Fonte: Adaptado da referência (95).

As vantagens das fontes de radiação síncrotron de alta energia, combinadas com a alta resolução espacial e rápida taxa de aquisição da nova geração de detectores de área 2D, proporcionam uma ampla gama de possibilidades para o desenvolvimento de experimentos de difração *in situ*. Tais experimentos permitem avaliar continuamente as mudanças na estrutura cristalográfica das fases de interesse e sua evolução durante tratamentos térmicos (97). Para o estudo de materiais metálicos como o aço, experimentos de difração *in situ* com alta energia são caracterizados como o método mais avançado para avaliar as transformações de fase durante processos de fabricação, bem como ensaios mecânicos nos produtos finais (47).

Ensaio de difração *in situ* têm sido desenvolvidos por várias décadas e apresentam diversas vantagens em comparação com outras técnicas como resistividade e dilatométrica. Especificamente, técnicas de difração *in situ* permitem investigar propriedades específicas das fases em questão como parâmetros de rede, fração volumétrica, deformações interplanares, etc., de uma maneira direta (98).

Além disso, os experimentos podem ser conduzidos em diversas atmosferas (alta pressão, corrosivas, vácuo, criogênicas, oxidantes, com variações de temperatura, etc.) e/ou também combinados com uma vasta gama de carregamentos mecânicos (tração, compressão, torção, flexão, fadiga, etc.). Em relação a ensaios mecânicos, a estabilidade mecânica da austenita retida em aços assistidos pelo efeito TRIP é normalmente investigada por meio de difração *in situ* durante ensaios de tração uniaxial (99).

A informação cristalográfica das fases, contida nos anéis de difração ou anéis de *Debye-Scherrer*, coletados durante os experimentos *in situ*, não pode ser diretamente avaliada na forma 2D. Desta forma, os dados 2D devem ser convertidos para a formato 1D (gráficos intensidade do sinal x ângulo 2θ), permitindo assim, que as informações microestruturais possam ser extraídas. Uma das técnicas comumente empregada para a extração da informação dos padrões de difração é o método Rietveld, o qual é baseado na avaliação simultânea de vários picos de difração. A ideia geral deste método é ajustar uma curva teórica considerando todo o padrão de difração, através de uma variedade de parâmetros ajustáveis (100). O refinamento (ou determinação da curva teórica) é conduzido pela minimização da função S dada na Equação 1:

$$S = \sum_i w_i (y_i(\text{obs}) - y_i(\text{calc}))^2 \quad (\text{Equação 1})$$

Na Equação 1, w_i são os pesos dados a cada medição, retirados das margens de erro experimental, que são assumidos como proporcionais à raiz quadrada da taxa de contagem ($y_i(\text{obs})$) seguindo estatísticas de contagem de Poisson, $y_i(\text{obs})$ e $y_i(\text{calc})$ são as intensidades medidas e calculadas, respectivamente, para cada posição 2θ (100).

O cálculo de $y_i(\text{obs})$ (Equação 1) para cada posição i é uma função da contribuição instrumental, reflexão de todas as fases presentes, sinal de fundo (*background*), etc. Para o refinamento Rietveld, os seguintes fatores são levados em consideração para cada fase em uma determinada amostra: posição de todos os átomos na rede elementar; fatores de temperatura; fator de ocupação; grupo espacial; parâmetros de rede, textura, tamanho cristalino, *microstrains*; e fração volumétrica de fase (98). Além disso, diversos parâmetros instrumentais são levados em conta para separar a contribuição da amostra e do equipamento de difração. Estes são: erros de posição 2θ (instrumento), erro no posicionamento da amostra, absorção, perfil de assimetria, sinal de fundo (*background*) e

comprimento de onda. Esses fatores podem ser determinados e compensados a partir da medição de um padrão de referência, por exemplo, o hexaborreto de lantânio (LaB₆).

Ao final dos refinamentos, é necessário checar se os resultados são confiáveis. No geral, um dos critérios mais empregados é a verificação gráfica da diferença entre os dados observados e calculados (98). O critério denominado perfil de resíduos ponderados (R_{wp} – *Weighted profile R-factor*) é apresentado na Equação 2, e tem como objetivo fornecer um indicador de qualidade do refinamento. Assim, quanto o menor valor R_{wp} melhor a qualidade do refinamento.

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i (y_i(obs) - y_i(calc))^2}{\sum_i w_i y_i(obs)^2}} \quad (\text{Equação 2})$$

2.6 INVESTIGAÇÕES *IN SITU* SOBRE A TRANSFORMAÇÃO BAINÍTICA EMPREGANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON

Nesta seção, será realizada uma descrição dos mecanismos e cinética da transformação bainítica obtida por resfriamento contínuo, com ênfase em resultados derivados de experimentos de difração *in situ*. Desta forma, serão analisados os trabalhos desenvolvidos nas referências (19,20,101–104), os quais estão inseridos direta ou indiretamente no contexto desta tese.

Na referência (104) foi estudado o efeito da deformação compressiva não isotérmica na decomposição da austenita durante o resfriamento contínuo em um aço com 0,22 wt.% C microligado. Os resultados obtidos por difração de nêutrons *in situ* são apresentados na Figura 22, onde a Figura 22 (a) mostra que o incremento da deformação compressiva acelera a formação da ferrita durante o resfriamento. No caso da deformação com 30%, a temperatura de transformação inicial é 713 °C, sendo que a temperatura no final da etapa de compressão é de 699 °C. Isso significava que a transformação dinâmica da ferrita inicia em aproximadamente 713 °C seguida por uma transformação estática abaixo de 699 °C. A quantidade de bainita nas microestruturas obtidas diminui gradualmente de 83% para 24% e 12%, de acordo com o aumento do grau de deformação. A deformação da austenita acelera a transformação da ferrita um pouco mais rápido do que a transformação da perlita. A fração atingida de austenita retida diminui de 3,64 para 2,73 e 2,29 wt.%, conforme a quantidade de deformação aumenta. O incremento da deformação reduz a expansão do parâmetro de rede da austenita durante o resfriamento, como pode ser observado na Figura 22 (b). Isso é explicado pela

formação de cementita, que consome uma maior parte dos átomos de carbono da austenita na medida que a quantidade de deformação aumenta. Em relação ao parâmetro de rede da ferrita (Figura 22 (c)), apenas uma tendência de contração térmica é observada durante o resfriamento contínuo.

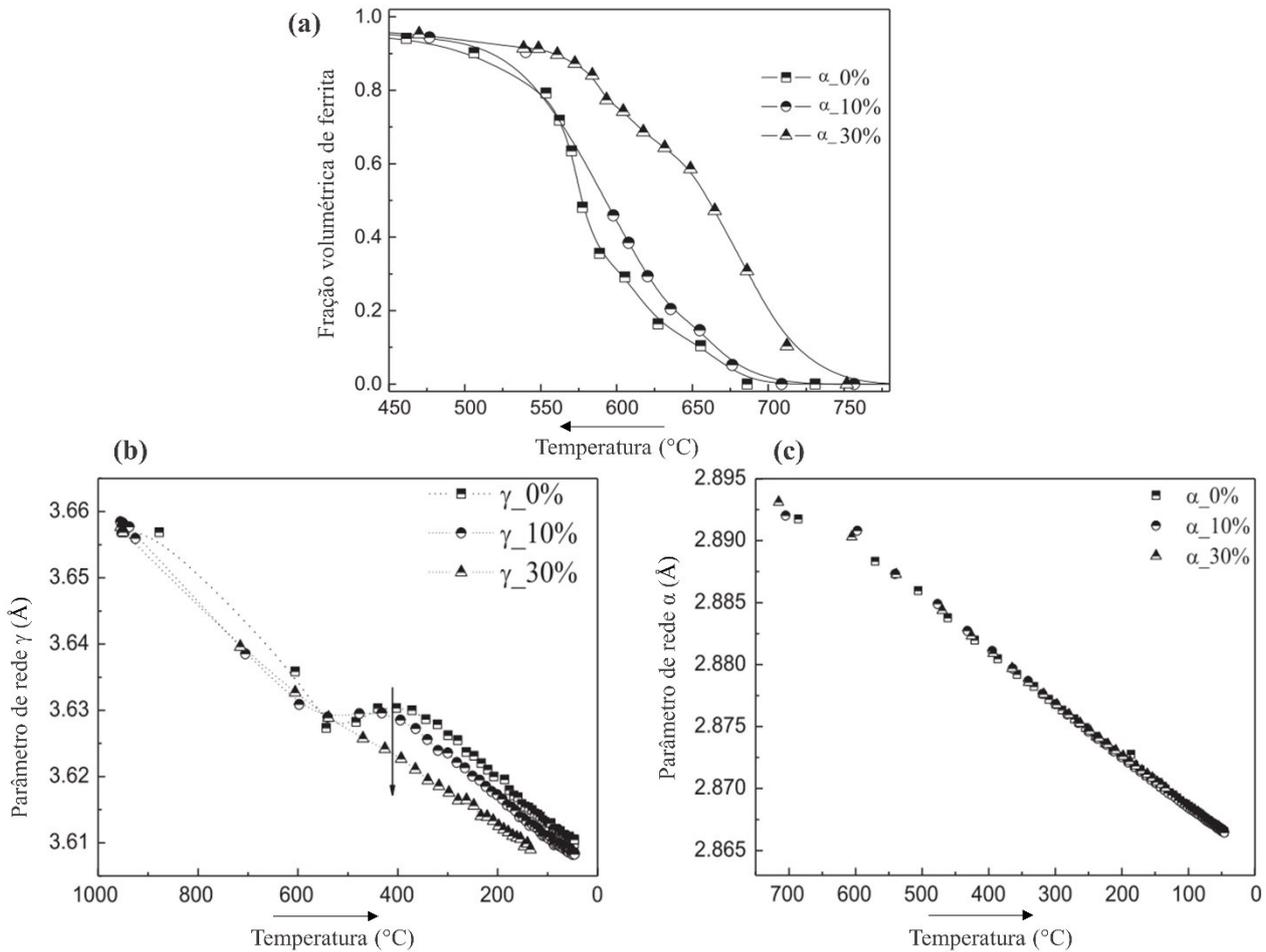


Figura 22. Evolução da fração volumétrica de ferrita em (a), parâmetro de rede da austenita em (b) e parâmetro de rede da ferrita (c), durante o resfriamento contínuo a partir da austenita deformada em compressão com reduções de 0, 10 e 30 %. Fonte: Adaptado da referência (104).

A cinética da transformação bainítica, sob ação de tensões trativas constantes (abaixo do limite de escoamento) durante o resfriamento contínuo (10 °C/s), foi estudada em um aço com 0,16 wt.% C microligado (105). Os autores explicam que o nível de carregamento tem um efeito significativo sobre a fração de ferrita bainítica formada (Figura 23 (a)). A temperatura de início da transformação bainítica é reduzida de acordo com o aumento da carga (894, 861, 828, e 767 K com cargas de 0, 20, 30 e 40 N, respectivamente). É também reportado que pequenos níveis de carregamento mecânico

(20 N) não afetam de maneira significativa a cinética da transformação bainítica (Figura 23 (b)). Os autores também apresentam o comportamento do parâmetro de rede da ferrita bainítica ($a\alpha_b$) (Figura 23 (c)), demonstrando que a deformação elástica aumenta com a tensão aplicada, gerando uma expansão no parâmetro $a\alpha_b$.

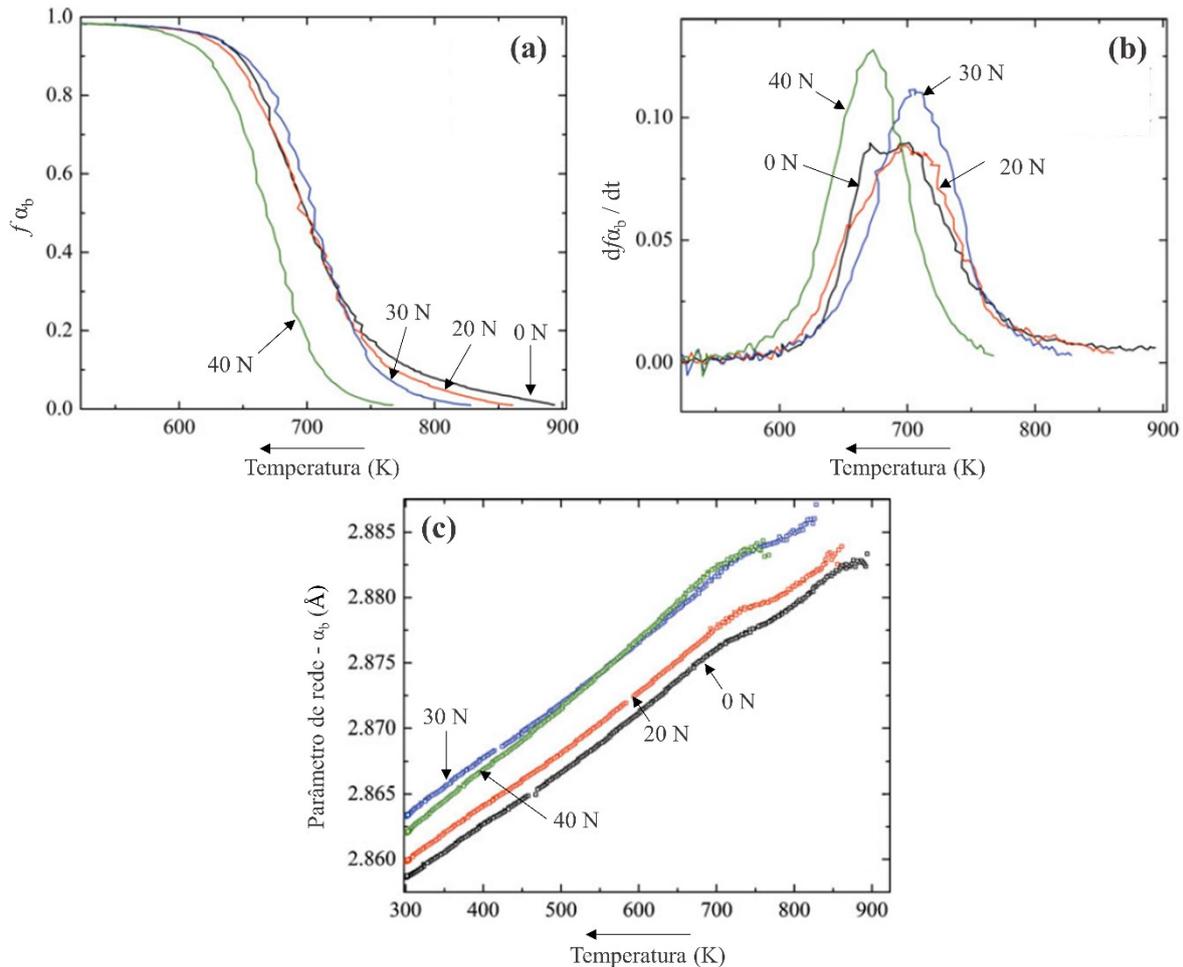


Figura 23. Evolução da fração de ferrita bainítica (f_{α_b}) em (a), taxa de transformação df_{α_b}/dt em (b), e parâmetro de rede da ferrita bainítica (c), durante o resfriamento contínuo (10 °C/s) sob diferentes níveis de tensões trativas constantes. Fonte: Adaptado da referência (105).

Na referência (102) foi investigado o alargamento dos picos de difração (representado por “ $\Delta 2\theta$ ”), durante a transformação bainítica e martensítica sob ação de pequenos carregamento mecânicos (constantes). Na Figura 24 (a) é observado que a aplicação da tensão externa não afeta o parâmetro $\Delta 2\theta$ para o pico $\{220\}_{\gamma}$ durante a transformação bainítica (B) e martensítica (M). Contudo, a taxa de aumento do parâmetro $\Delta 2\theta$ é mais pronunciada durante a transformação bainítica

do que para martensítica, com ou sem aplicação de carga. Em relação ao alargamento do pico $\{211\}$, na Figura 24 (b), o efeito da tensão externa promove uma redução de $\Delta 2\theta^\circ$ durante a formação da bainita (α_b) ou martensita (α'). As discordâncias geradas dentro da bainita/martensita, durante a transformação fase sob ação de cargas externas, deveriam aumentar o parâmetro $\Delta 2\theta^\circ$ ao invés de reduzir. Este resultado foi explicado pelos autores com base em deformações coerentes entre austenita e bainita/martensita. Entretanto, os pesquisadores apontam que mais investigações são necessárias para um melhor entendimento deste fenômeno. Como conclusão geral, o efeito do carregamento externo é mais pronunciado na fase CCC do que na CFC. Além disso, o alargamento do pico $\{220\}\gamma$ é explicado pela deformação plástica desta fase, promovida pela diferença de densidades das fases circundantes (bainita/martensita) durante a transformação de fase.

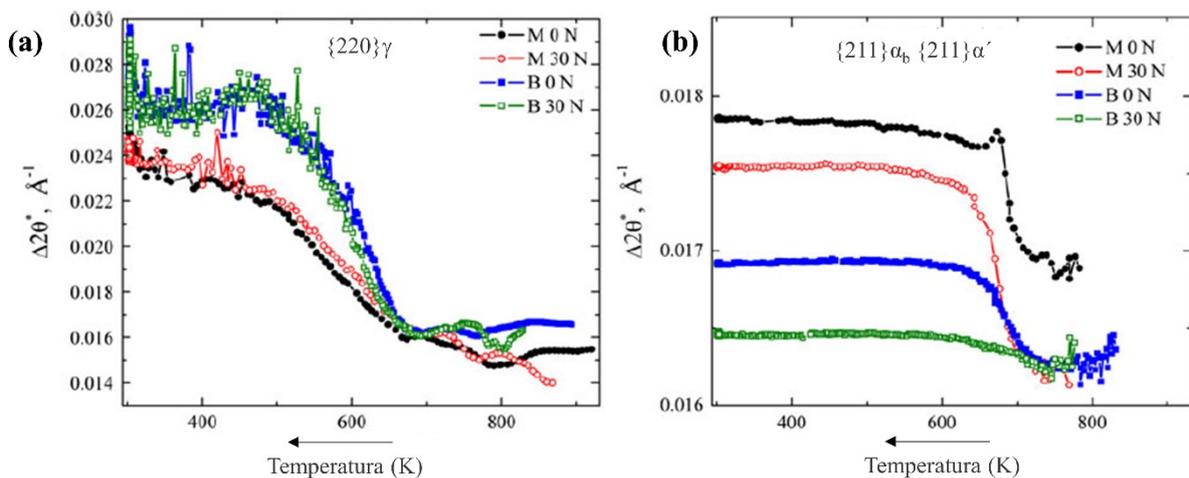


Figura 24. (a) Variação de $\Delta 2\theta^\circ$ em função da temperatura para a reflexão $\{220\}\gamma$. (b) Variação de $\Delta 2\theta^\circ$ para os picos de bainita $\{211\}\alpha_b$ e martensita $\{211\}\alpha'$ em função da temperatura. “M” e “B” representam a transformação martensítica (25 K/s) e bainítica (10 K/s), respectivamente, e 0 e 30 N indicam a tensão externa aplicada. Fonte: Adaptado da referência (102).

Na referência (103) é explicado de forma detalhada a evolução do alargamento do pico $\{200\}\gamma$ durante a reação bainítica obtida por resfriamento contínuo (sem efeito de tensões ou deformações externas). Na Figura 25 são apresentados os cinco estágios referentes a evolução da reflexão $\{200\}$ em função da fração volumétrica de ferrita bainítica. No estágio I, o valor de $\Delta 2\theta^\circ$ aumenta devido à deformações coerentes e semi-coerentes decorrentes da nucleação da bainita, que resultam na geração de defeitos cristalinos e/ou plasticidade na austenita circundante, além do aumento da área de contorno de grão na austenita devido a nucleação da bainita. No estágio II, a redução de $\Delta 2\theta^\circ$ é

associada a um relaxamento de tensões na austenita. Na zona III, é percebido um novo incremento de $\Delta 2\theta^\circ$ resultante da plasticidade induzida na austenita devido ao crescimento da bainita. Além disso, durante este estágio, ocorre um rápido crescimento da ferrita bainítica, uma vez que é energeticamente mais favorável o crescimento dos sítios existentes do que a formação de novos. Com o progresso da transformação até $f_{\alpha^b} = 0,8$, representado pela zona (IV), o parâmetro $\Delta 2\theta^\circ$ permanece aproximadamente constante demonstrando a ausência da formação de uma nova rede de discordâncias ou defeitos. No estágio V, para $f_{\alpha^b} > 0,8$, a austenita remanescente é comprimida pela bainita circundante devido a diferença de densidade entre as fases, gerando um acréscimo da plasticidade na austenita, conseqüentemente, gerando um aumento no parâmetro $\Delta 2\theta^\circ$.

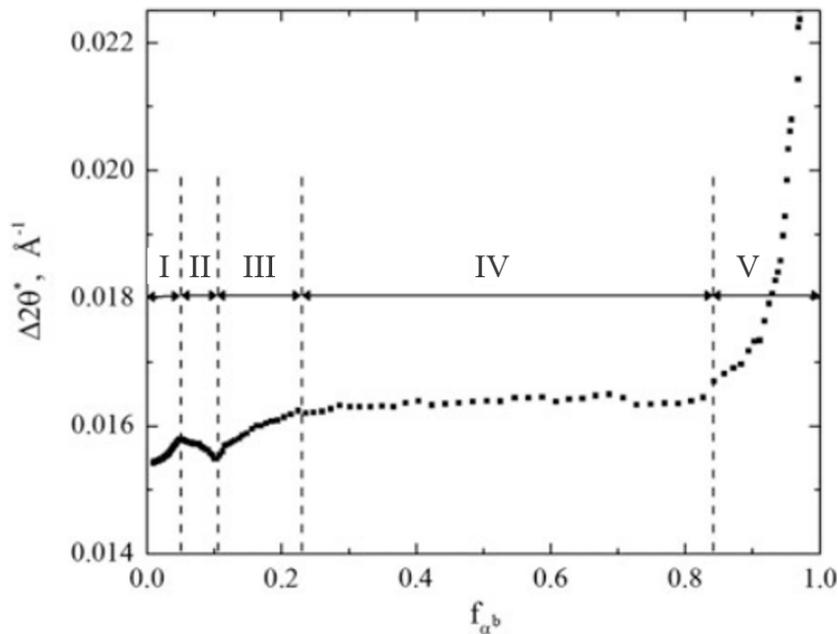


Figura 25. Variação de $\Delta 2\theta^\circ$ para a reflexão $\{200\}\gamma$ como uma função da fração de bainita (f_{α^b}) durante o resfriamento contínuo (10°C/s). Sobre a curva são demarcados cinco estágios referentes a evolução da transformação bainítica e seus efeitos sobre o alargamento do pico da austenita. Fonte: Adaptado da referência (103).

Na Figura 26 são apresentados os resultados obtidos a partir de ensaios de difração síncrotron de alta energia *in situ* durante o resfriamento contínuo (sem etapa de deformação) em um aço Fe-0,28C - 0,27Si - 0,32Mn - 0,43Cr - 0,11Ni - 2,82Mo - 0,39V (19). Segundo os autores, em todas as condições experimentais, a microestrutura final é constituída por ferrita bainítica e austenita retida, sem a presença de cementita. Quando a taxa de resfriamento empregada é menor que $0,75^\circ\text{C/s}$, a transformação bainítica apresenta uma transição de um estágio contínuo para dois estágios, como

indicado pelas setas na Figura 26 (a). Além disso, a temperatura de início da reação bainítica diminui com o aumento da taxa de resfriamento. A fração volumétrica de austenita retida aumenta de 10 wt.% com resfriamento a 2 °C/s, para um máximo de 17 wt.% a 0,75 °C/s.

Ainda considerando a referência mencionada no parágrafo anterior, o teor de carbono em solução sólida na austenita ($C\gamma$) aumenta de acordo com a fração volumétrica de ferrita bainítica, sendo este efeito mais pronunciado com o incremento na taxa de resfriamento (Figura 26 (b)). Também é apontado pelos autores, que um maior enriquecimento de carbono na austenita gera um maior alargamento na reflexão $\{220\}\gamma$, como observado na Figura 26 (c). Segundo os pesquisadores, o alargamento do pico de difração, determinado pelo FWHM (*Full width at half maximum*) da austenita, aumenta durante a reação bainítica devido a um aumento na heterogeneidade de carbono na austenita não transformada (morfologia de blocos e filmes). Como consequência das diferentes morfologias de austenita enriquecida de carbono, parâmetros de rede espacialmente diferentes estão presentes, o que contribui para o alargamento do pico $\{220\}\gamma$.

De forma a explicar o maior valor absoluto para o FWHM em taxas de resfriamento mais altas, os autores inferem que a presença de filmes de austenita retida (com espessuras na faixa de 20 a 100 nm) contribuem de forma mais efetiva para o alargamento de pico do que os blocos de austenita. Ainda considerando os resultados mostrados na Figura 26 (c), uma redução significativa no valor do FWHM (indicada pela seta curva) é percebida durante a reação bainítica para taxas de resfriamento acima de 0,5 °C/s. Este fenômeno observado durante o período de estase da transformação, entretanto, não foi levado em consideração nas discussões conduzidas pelos autores da referência (19).

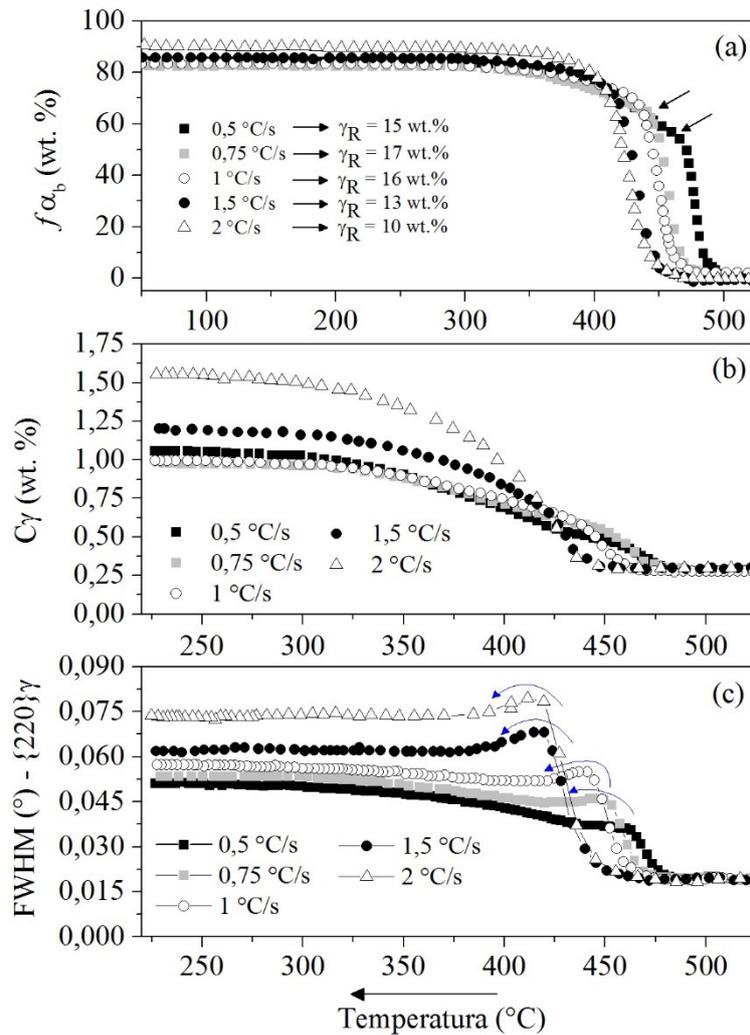


Figura 26. Evolução microestrutural durante a reação bainítica para diferentes taxas de resfriamento em um aço com 0,28 wt.% C: (a) Fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}), onde γ_R representa a quantidade de austenita retida na microestrutura final; (b) teor de carbono em solução na austenita (C_{γ}); e (c) FWHM da reflexão $\{220\}_{\gamma}$. Notar que a escala do eixo das abscissas em (a) é diferente de (b) e (c). As setas em (a) representam pontos de inflexão sobre a curva f_{α_b} , enquanto as setas curvas em (c) representam a tendência de redução nos valores de FWHM. Fonte: Adaptado da referência (19).

Na referência (20) foi realizado um estudo das transformações de fase empregando ensaios de dilatométrica e difração de raios-X síncrotron (*in situ*), durante o resfriamento contínuo em aços de baixo carbono (0,18 e 0,21 wt.% C) microligados. O objetivo geral deste trabalho foi comparar a fração volumétrica de fase determinada por difração de raios-X em relação àquela obtida pela conversão do sinal de dilatométrica. Ao analisar estes resultados, os pesquisadores verificaram uma boa concordância em relação ao início das transformações. Entretanto, a fração volumétrica de ferrita

(Widmanstätten ou alotriomórfica), estimada pelo sinal de dilatometria, tende a superestimar significativamente aquela determinada pelos dados de difração síncrotron (Figura 27). Os autores ressaltam que esta discrepância entre as técnicas é explicada por dois motivos: primeiro, porque o método para extrair a fração de ferrita a partir dos dados de dilatometria geralmente ignora a presença de qualquer austenita retida em baixas temperaturas e, segundo, porque o sinal de dilatometria contém ambas as contribuições da expansão associada a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ e enriquecimento por carbono da austenita. Nos cálculos de dilatometria, a expansão por carbono (área sombreada sobre as curvas na Figura 27) é atribuída a uma formação adicional de ferrita, ao invés da expansão da austenita não transformada. Contudo, possíveis discrepâncias na fração volumétrica de ferrita bainítica determinada por dilatometria em relação a difração não são mencionadas pelos autores, uma vez que a formação de ferrita de Widmanstätten foi predominante sobre a formação de bainita nos aços investigados. Além disso, os pesquisadores não mencionam qual contribuição (fração volumétrica de austenita ou expansão por carbono) tem maior influência sobre os erros observados na fração de ferrita determinada por dilatometria.

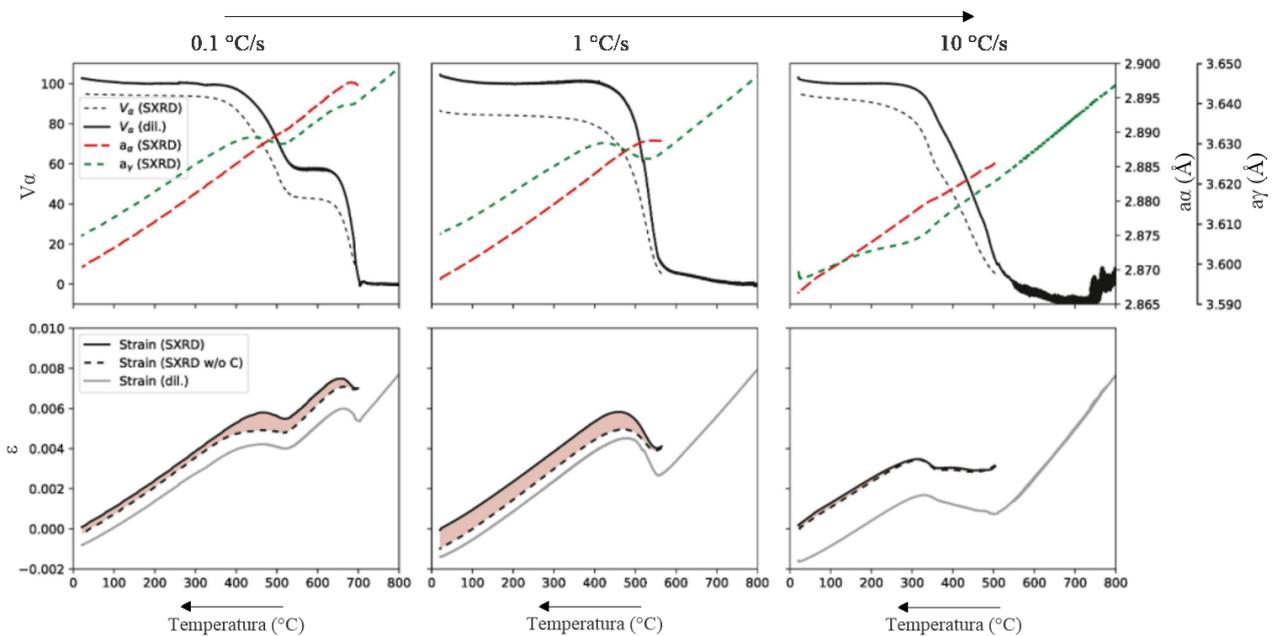


Figura 27. Comparação das medições realizadas por difração de raios-X síncrotron *in situ* (SXRD) e dilatometria (Dil) durante o resfriamento contínuo em um aço de baixo carbono resfriado a 0,1, 1 e 10 °C/s. O termo *strain* (ϵ) se refere a variação do volume específico durante a transformação de fase. A abreviação “w/o C” se refere a dilatação relativa do volume investigado por difração síncrotron, sem o efeito do enriquecimento de carbono da austenita. a_α e a_γ se referem ao parâmetro de rede da ferrita e austenita, respectivamente. Fonte: Adaptado da referência (20).

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIAL

A composição química do material empregado neste trabalho é apresentada na Tabela 2. Procurou-se selecionar esta liga devido ao baixo teor de carbono, o que proporciona uma rápida cinética de transformação bainítica em relação às ligas de médio e alto carbono. Além disso, a adição de silício suprime a formação de carbonetos durante a reação bainítica, promovendo o enriquecimento por carbono da austenita e sua consequente estabilização à temperatura ambiente (53).

Tabela 2. Composição química do aço empregado neste trabalho.

| Elemento | C | Mn | Si | Cr | Mo | Ni | Cu | N | V | Al | P | S |
|------------------------------------|------|------|------|------|------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|
| Concentração wt. % ¹ | 0,16 | 1,48 | 1,22 | 1,19 | 0,27 | 0,067 | 0,11 | 0,01 | 0,01 | 0,005 | 0,009 | 0,015 |

¹ Mensurada pela técnica de espectrometria de emissão óptica.

Fonte: Fabricante do aço.

A temperatura de início da transformação bainítica (B_s) foi estimada em 528 °C, com base nas concentrações de Mn, Si, Cr, Ni e Mo inseridas na equação proposta por Bohemen (106):

$$B_s = P_0 - \sum_i P_i x_i - R_1 [1 - \exp(-R_2 x_C)] \quad (\text{Equação 3})$$

Onde,

i = Concentração dos elementos de liga na austenita (Mn, Si, Cr, Ni e Mo) em wt.%;

P_0 = Constante de 839 °C;

x_C = Teor de carbono do aço;

$\sum_i P_i x_i = 86x_{Mn} + 23x_{Si} + 67x_{Cr} + 33x_{Ni} + 75x_{Mo}$;

R_1 = Constante de 270 °C;

R_2 = Constante de 1,33 (wt.%).

A temperatura de início da transformação martensítica (Ms) foi determinada a partir de um experimento de dilatométrica. Optou-se realizar este experimento com deformação plástica prévia da austenita, uma vez que a maioria dos experimentos apresentados neste trabalho envolvem processamento termomecânico. A Figura 28 (a) apresenta a curva de dilatação durante o resfriamento com taxa de 10 °C/s. Neste experimento de dilatométrica, a amostra foi aquecida até 1050 °C, deformada em 40% e então resfriada até a temperatura ambiente. A temperatura Ms determinada pela curva de expansão é de aproximadamente 409 °C. Este valor foi adicionalmente comparado com a temperatura Ms calculada com base na composição química da liga de acordo com a Equação 4 sugerida por Bohemen (106):

$$M_s = 565 - \sum_i K_i x_i - 600 [1 - \exp(-0,96x_C)] \quad (\text{Equação 4})$$

Onde,

i = Concentração dos elementos de liga na austenita (Mn, Si, Cr, Ni e Mo) em wt.%;

x_C = Teor de carbono do aço;

$\sum_i K_i x_i = 31x_{Mn} + 13x_{Si} + 10x_{Cr} + 18x_{Ni} + 12x_{Mo}$.

A temperatura Ms definida com base na composição química da liga é de 400 °C, ligeiramente menor do que a temperatura de 409 °C determinada com base no experimento de dilatométrica (Figura 28 (a)). É importante ressaltar que, durante a reação bainítica, a concentração de carbono da austenita não transformada aumenta devido a difusão de átomos de carbono da ferrita bainítica supersaturada. Consequentemente, a temperatura Ms é reduzida a medida que a concentração de carbono na austenita aumenta. Esta tendência é ilustrada na Figura 28 (b), onde o termo (x_C) descrito na Equação 4 é variado na faixa de 0,16 até 1,0 wt.% simulando o enriquecimento por carbono do aço empregado neste pesquisa. Assim, a temperatura Ms dependerá da transformação bainítica prévia, como será explicado no capítulo de resultados (seção 4.2).

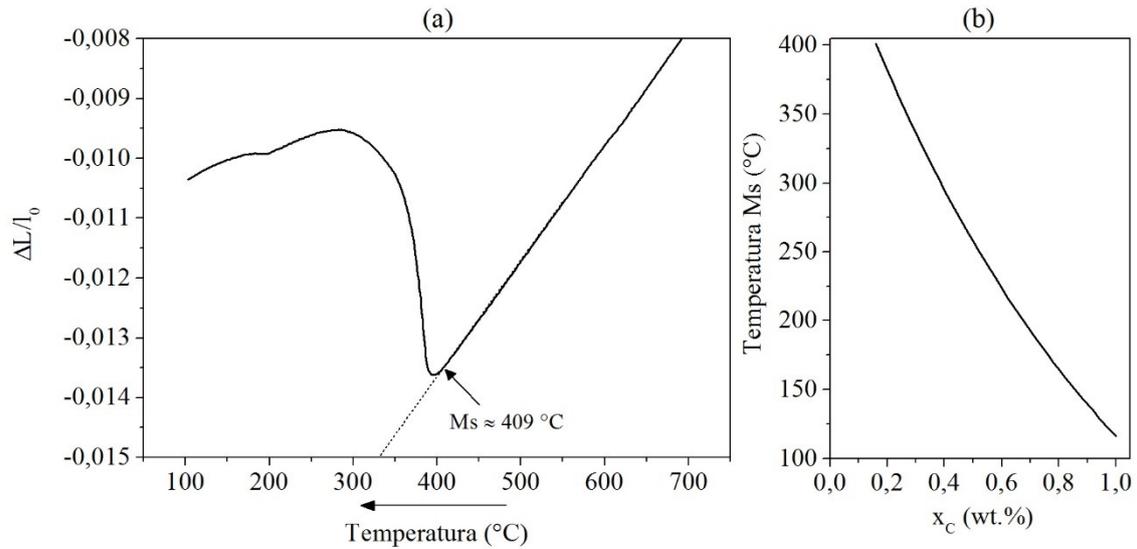


Figura 28. (a) Expansão macroscópica decorrente da transformação martensítica em uma amostra resfriada a 10°C/s após deformação em compressão a 1050°C (40%). (b) Temperatura M_s (calculada de acordo com a Equação 4) em função de vários teores de carbono em solução sólida na austenita (x_C). Fonte: Elaborado pelo autor.

A liga de aço C-Mn-Si-Cr-Mo empregado neste trabalho foi fornecida em barras laminadas a quente e extrudadas a frio, com diâmetro nominal de 43 mm e comprimento de 975 mm. Macrografias da seção transversal e longitudinal foram preparadas por lixamento até granulometria 1200, sendo posteriormente atacadas por imersão utilizando o reagente nital 10% (90 % vol. $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ + 10 % vol. HNO_3). A microestrutura das seções transversal e longitudinal são apresentadas, respectivamente, nas Figura 29 (a) e (b). Na Figura 29 (a), a seta indica a presença de uma macrosegregação na região central da barra. Essa heterogeneidade, é possivelmente originada pelo histórico de processamento termomecânico do material e também devido ao gradiente térmico entre o núcleo e a superfície da barra durante a etapa de resfriamento.

A microestrutura a meio raio da barra, na condição como recebida (Figura 29 (c)) é formada por uma mistura de bainita granular, ferrita e austenita retida (≈ 12 wt.%). É importante destacar que a barra cilíndrica não foi submetida a um tratamento térmico de homogeneização prévio. No detalhe ampliado da microestrutura na Figura 29 (c), bandas de segregação podem ser identificadas. O teor médio de Mn e Cr das regiões analisadas é ligeiramente superior à da matriz. Essa microsegregação ocorre na microestrutura durante o processo de solidificação, devido a formação da ferrita- δ , conseqüentemente, promovendo a difusão de elementos substitucionais como Mn, Cr e Si para a austenita (2). É importante ressaltar que o efeito da orientação das bandas de segregação sobre a

formação da microestrutura não será abordado no presente trabalho, uma vez que os corpos de prova foram extraídos apenas no sentido longitudinal da barra como será mostrado na seção 3.1.1.

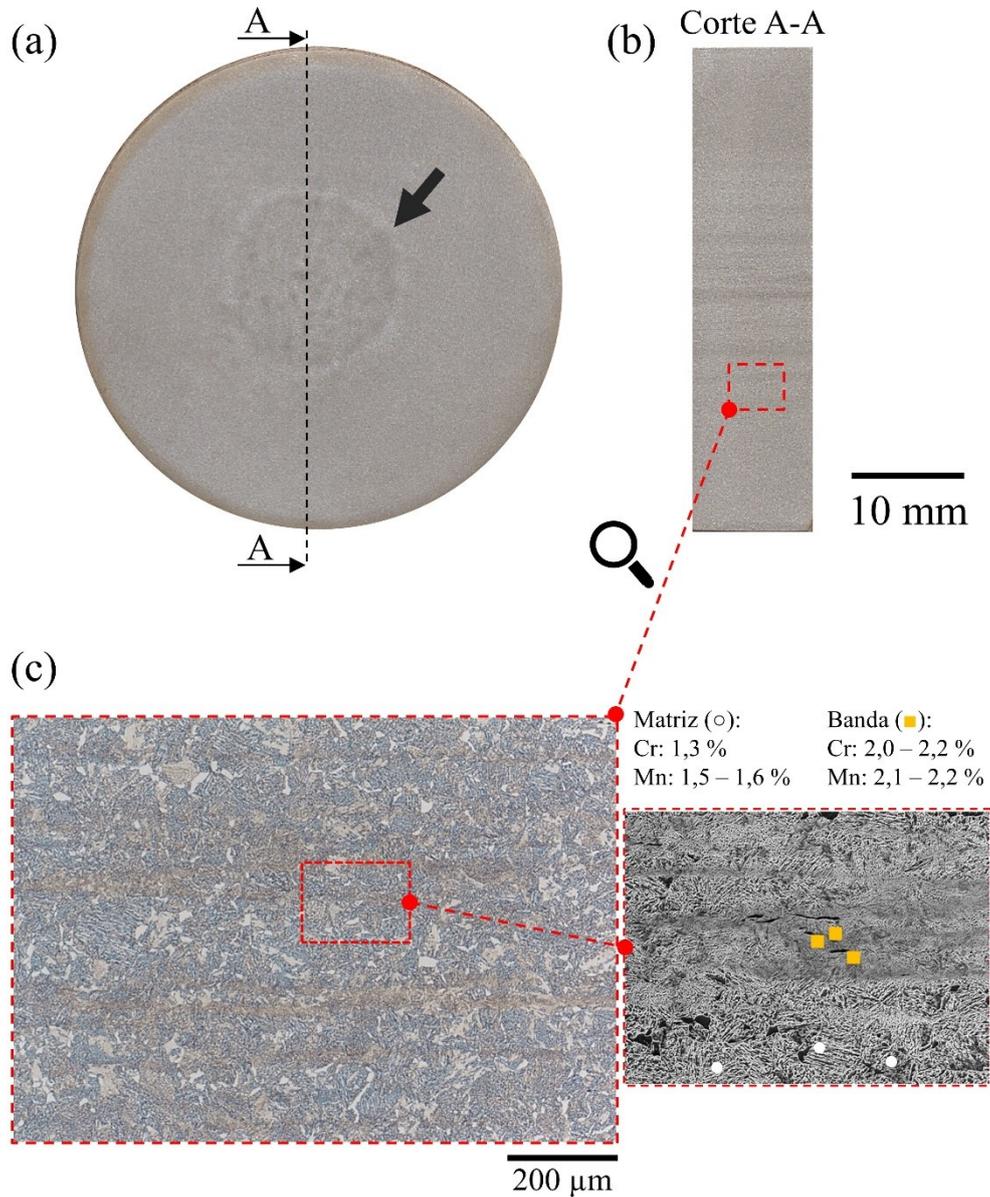


Figura 29. (a) Macrografia da seção transversal (corte A) e (b) longitudinal (corte A-A) da matéria prima (barra cilíndrica) na condição como recebida. A seta em (a) indica a macrosegregação. (c) Microestrutura obtida por microscopia óptica da região indicada em (b), onde o detalhe em (c) apresenta a caracterização química quantitativa pontual da matriz e banda de segregação. Fonte: Figuras (a) e (b) elaboradas pelo autor e (c) fornecidos pelo fabricante do aço.

3.1.1 Corpos de Prova

A Figura 30 (a) e (b) apresenta, respectivamente, a orientação de extração e as dimensões dos corpos de prova (CP), confeccionados para os ensaios de dilatometria. Amostras sólidas foram extraídas por eletro-erosão a fio à uma distância aproximada de meio raio da barra laminada, de modo a evitar a região de macrosegregação. Com o intuito de garantir o paralelismo entre as superfícies de apoio do corpo de prova e as placas do dilatômetro, as faces indicadas pela tolerância geométrica na Figura 30 (b) foram retificadas. Esta estratégia previne a ocorrência do fenômeno denominado na literatura como “*jumps*” nas curvas de dilatometria (107).

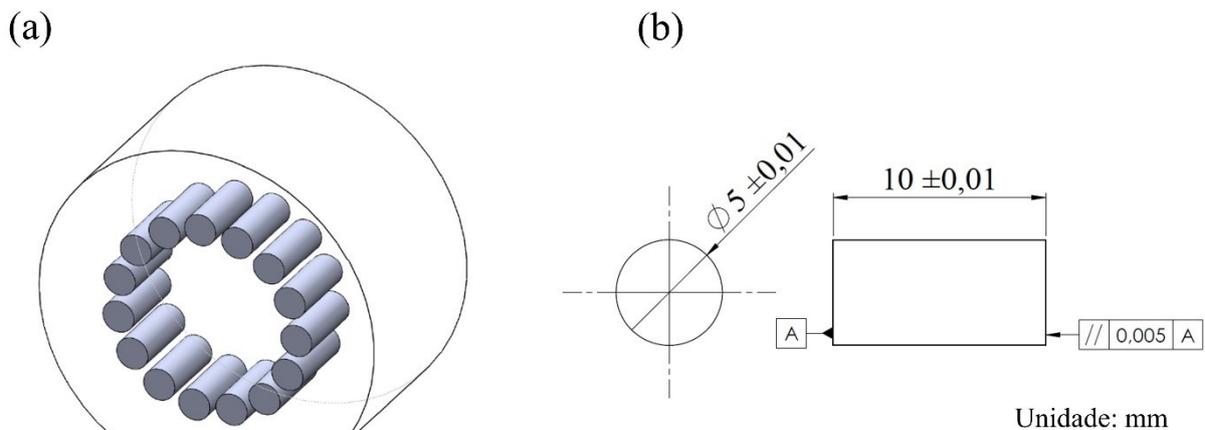


Figura 30. (a) Orientação dos corpos de prova extraídos da barra cilíndrica; (b) Detalhamento do corpo de prova. Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2 CICLOS TERMOMECAÂNICOS

A descrição detalhada dos ciclos de tratamentos térmicos e termomecânicos será apresentada esquematicamente no início de cada capítulo de resultados. De forma geral, as rotas termomecânicas desenvolvidas tiveram como objetivo simular processos de forjamento através de ensaios de compressão uniaxial. Em todos os ciclos, as amostras foram aquecidas a uma taxa de $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ até a temperatura de $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, sendo então mantidas por 120 segundos neste patamar. As temperaturas de deformação, reduções (ϵ) e taxas de deformação ($\dot{\epsilon}$) aplicadas nos tratamentos, foram selecionadas considerando as limitações técnicas do dilatômetro empregado neste trabalho. Após a etapa de deformação, as amostras foram resfriadas até a temperatura de transformação com uma taxa de

10 °C/s ou 1 °C/s. Durante a reação bainítica, a taxa de resfriamento foi de 0,5 °C/s, condizente com a faixa de resfriamento encontrada em processos industriais.

3.3 TÉCNICAS ANALÍTICAS E APARATO INSTRUMENTAL

3.3.1 Dilatometria

Os tratamentos termomecânicos foram conduzidos sob atmosfera de vácuo ($1,75 \times 10^{-4}$ mbar) em um dilatômetro de alta resolução modelo Bähr DIL 805 A/D (TA *instruments*), equipado com um módulo para deformação em compressão (108). Durante todas as etapas de processamento, a expansão/contração macroscópica do corpo de prova foi aferida na direção axial por meio de um cabeçote de medição com hastes de sílica fundida, conectadas a um transformador diferencial variável linear (LVDT *Linear Variable Differential Transformer*). A resolução da variação de comprimento atingida por este sistema é de aproximadamente 50 nm.

O aquecimento das amostras foi realizado por meio de indução eletromagnética empregando uma bobina de cobre refrigerada à água. A temperatura do CP foi registrada por um termopar do tipo S (com diâmetro nominal de 0,1 mm), soldado por descarga capacitiva na superfície da amostra (região central). Para garantir uma medição de temperatura precisa e com rápido tempo de resposta, a qualidade da junta soldada do termopar é fundamental. Esta variável foi garantida através de lixamento e limpeza com solvente (acetona) da superfície do CP, previamente à soldagem do sensor de temperatura. O procedimento de soldagem por descarga capacitiva foi realizado de acordo com as instruções do fabricante (nível e tempo de corrente do pico) empregando um gabarito de soldagem, a fim de garantir a reprodutibilidade dos procedimentos. Além disso, uma blindagem térmica e não condutora foi utilizada nos cabos do sensor de temperatura, com o intuito de evitar a formação de juntas térmicas secundárias com a amostra.

Folhas de molibdênio (com 99,95% de pureza e espessura nominal de 0,1 mm) foram dispostas entre as faces de contato do CP e os punções do dilatômetro de maneira a reduzir o atrito durante a deformação plástica e também reduzir as perdas térmicas. O alinhamento e centralização dos CP's com as placas de medição do dilatômetro foi assegurado pelo uso de um dispositivo padrão. A aplicação da carga para deformação foi realizada por um punção de nitreto de silício⁴ (Si₃N₄), sendo a carga compressiva gerada por uma unidade hidráulica com capacidade de carga nominal de 25 kN.

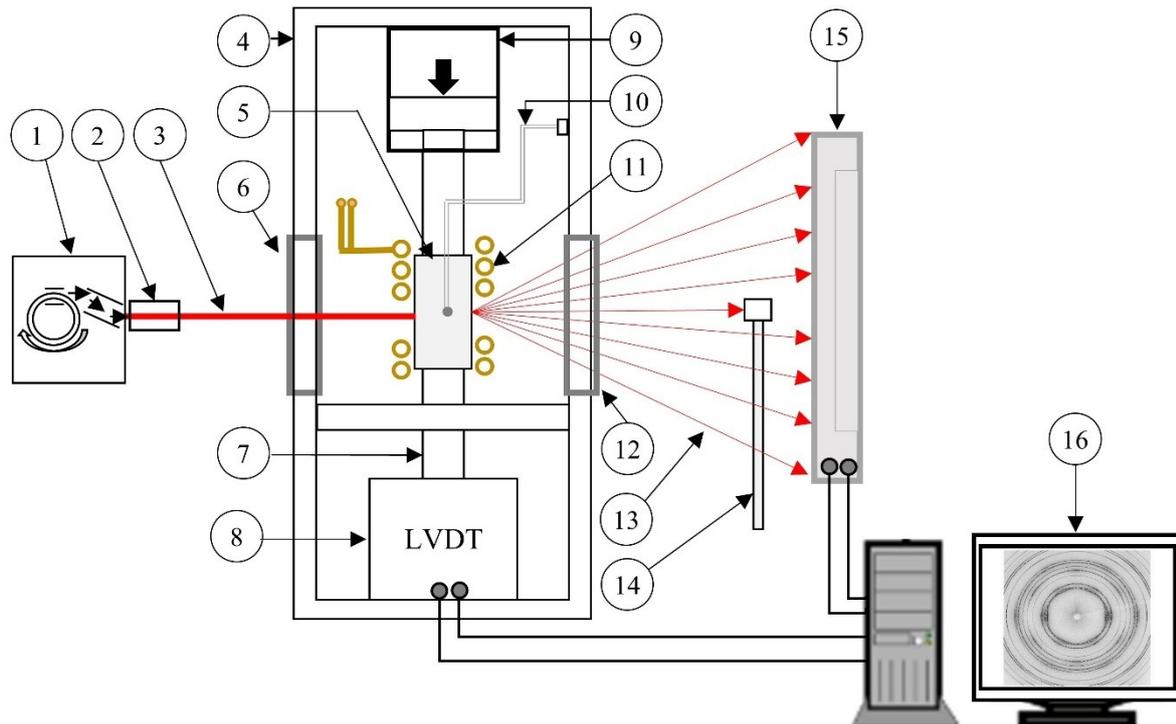
⁴ Os efeitos associados à rigidez e a expansão térmica das placas de medição do dilatômetro foram considerados como desprezíveis nos dados de dilatometria.

O resfriamento das amostras foi realizado através do controle da potência da bobina de aquecimento e também através da injeção de argônio (Ar) diretamente na superfície do corpo de prova. A pressão do gás foi ajustada ao mínimo possível a fim de minimizar a ocorrência de vibrações no conjunto corpo de prova/sistema de medição do dilatômetro (109). A aquisição dos dados de dilatométrica (tempo, temperatura, força e variação de comprimento da amostra) foi registrada a uma taxa de 10 Hz, sendo estes dados sincronizados com a aquisição dos padrões de difração.

3.3.2 Difração de raios-X síncrotron de alta energia (*in situ*)

A configuração experimental do dilatômetro integrado com o aparato de difração síncrotron é apresentada de forma simplificada e esquemática na Figura 31. Como pode ser observado nesta ilustração, o dilatômetro possui duas janelas, de modo a proporcionar a passagem do feixe colimado de radiação síncrotron através do corpo de prova, enquanto os ciclos térmicos/termomecânicos e as medições de dilatométrica são realizadas. Os experimentos de difração de raios-X *in situ* em geometria de transmissão foram conduzidos na linha de luz P07-HEMS de PETRA III em *Deutsches Elektronen-Synchrotron* (DESY), Hamburgo – Alemanha (110). O feixe de raios-X foi gerado por uma fonte de radiação síncrotron, com energia ajustada para 98,188 keV ($\lambda=0,126 \text{ \AA}$). O fluxo de fótons foi controlado por meio de fendas verticais e horizontais, colimando o feixe em dimensões de 1 mm x 1 mm. Nessa configuração e considerando a espessura da amostra, é estimado que o sinal de difração corresponda a um volume de $\approx 6 \text{ mm}^3$ (ou aproximadamente 4700 grãos austeníticos analisados), o que é considerado relevante para análise microestrutural. Embora o aquecimento indutivo cause um gradiente de temperatura ao longo da seção longitudinal da amostra (111), o feixe de raios-X incidente foi posicionado o mais próximo possível do ponto de medição de temperatura, onde o gradiente térmico pode ser considerado como desprezível.

A aquisição dos anéis de *Debye-Scherrer* foi realizada por meio de um detector de área 2D modelo *Perkin Elmer XRD 1621* (112), com dimensões nominais de 410 mm x 410 mm, matriz de pixels com 2048 x 2048 pontos e resolução de 200 μm x 200 μm . Durante todas as etapas de processamento (aquecimento, austenitização, deformação e resfriamento), os dados de difração foram coletados com uma frequência de 5 Hz, totalizando mais de 6000 padrões de difração 2D por experimento. A distância detector-amostra foi ajustada em 1384 mm, o que proporcionou a aquisição de dez anéis de difração completos e uma resolução 2θ de 0,0056305°.



Legenda:

- 1 – Fonte de radiação síncrotron
- 2 – Colimadores
- 3 – Feixe de raios-X
- 4 – Encapsulamento do dilatômetro
- 5 – Corpo de prova
- 6 – Janela de entrada
- 7 – Base de Si_3Ni_4
- 8 – Transdutor LVDT

- 9 – Unidade hidráulica
- 10 – Termopar
- 11 – Bobina de indução
- 12 – Janela de saída
- 13 – Feixe de radiação difratado
- 14 – Dispositivo para absorção parcial do feixe (*beam stop*)
- 15 – Detector de área (2D)
- 16 – Sistema de aquisição de dados (difração/dilatometria)

Figura 31. Representação esquemática do aparato experimental (fonte de radiação, dilatômetro e detector 2D) empregado para o monitoramento *in situ* das transformações de fase durante os tratamentos térmicos/termomecânicos. Fonte: Elaborado pelo autor.

3.4 PROCESSAMENTO DE DADOS (DILATOMETRIA)

A mudança de comprimento da amostra registrada durante os experimentos foi expressa em termos de variação relativa de acordo com a Equação 5:

$$\Delta L = \frac{(\Delta l - l_0)}{l_0} \quad (\text{Equação 5})$$

Onde:

ΔL = Variação de comprimento relativo;

Δl = Variação total de comprimento registrado pelo dilatômetro (μm);

l_0 = Comprimento inicial (μm).

De modo a obter uma comparação direta entre as tendências obtidas pela evolução da fração volumétrica (dados de difração) e a dilatação associada a transformação de fase durante o resfriamento contínuo, as curvas de variação de comprimento relativo (ΔL) foram convertidas em fração transformada (f) de acordo com a regra da alavanca descrita na Equação 6:

$$f = \frac{L(T) - L_A(T)}{L_B(T) - L_A(T)} \quad (\text{Equação 6})$$

Onde:

f = Fração transformada;

$L(T)$ = Variação de comprimento relativo em função da temperatura;

$L_A(T)$ = Extrapolação da expansão térmica da fase gama;

$L_B(T)$ = Extrapolação da expansão térmica da fase alfa.

O método de cálculo da fração transformada a partir da extrapolação das linhas de expansão (α e γ) é apresentado de forma esquemática na Figura 32 (a). Esta metodologia também foi empregada no estudo da formação da austenita durante a etapa de aquecimento. A curva de variação de comprimento relativo com a correspondente conversão para fração transformada (f) em função da temperatura é ilustrada na Figura 32 (b).

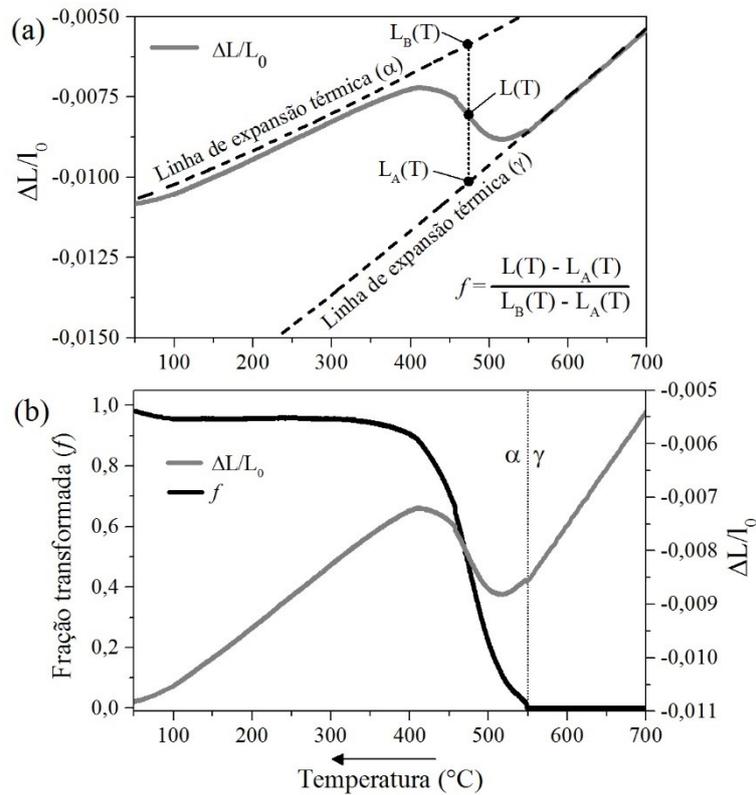


Figura 32. (a) Processo de extrapolação da expansão térmica da fase alfa e gama. (b) variação de comprimento relativo da amostra durante o resfriamento contínuo com a respectiva curva de fração transformada obtida pela regra da alavanca. Fonte: Elaborado pelo autor.

Os termos $L_A(T)$ e $L_B(T)$ descritos na Equação 6 foram determinados pela extrapolação da expansão térmica linear, utilizando o sinal de dilatometria na faixa de temperatura onde nenhuma transformação de fase foi observada. Para fins de comparação, a fração transformada também foi calculada com base na expansão térmica não-linear das fases, de acordo com o modelo proposto por Bohemen (113), o qual é descrito na Equação 7. O coeficiente de expansão térmica (B) de cada fase foi determinado por meio do parâmetro de rede, obtido através dos dados de difração *in situ*.

$$\frac{\Delta L}{l_0} = BT + B \Theta_D \left[\exp \left(-\frac{T}{\Theta_D} \right) - 1 \right] \quad (\text{Equação 7})$$

Onde:

$\frac{\Delta L}{l_0}$ = Variação de comprimento relativo;

B = Coeficiente de expansão térmica das fases: $\gamma = 22,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ e $\alpha = 14,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

T = Temperatura (K);

Θ_D = Temperatura de Debye da fase.

Na Figura 33, as linhas de expansão térmica linear e não-linear são comparadas com o sinal de dilatometria em função da temperatura durante o resfriamento. É importante destacar que a fração transformada (Equação 6) é a soma da expansão causada pela transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ e o enriquecimento de carbono da austenita remanescente. Entretanto, o particionamento de carbono normalmente não influencia de maneira significativa a dilatação da amostra em relação a reação bainítica (114). Desta forma, para o caso de aços baixo carbono, pode ser assumido que o enriquecimento de carbono da austenita tem um efeito desprezível na variação absoluta de comprimento da amostra. Assim, os resultados de fração transformada obtidos pela aplicação da Equação 6 serão atribuídos unicamente a formação da ferrita/ferrita bainítica.

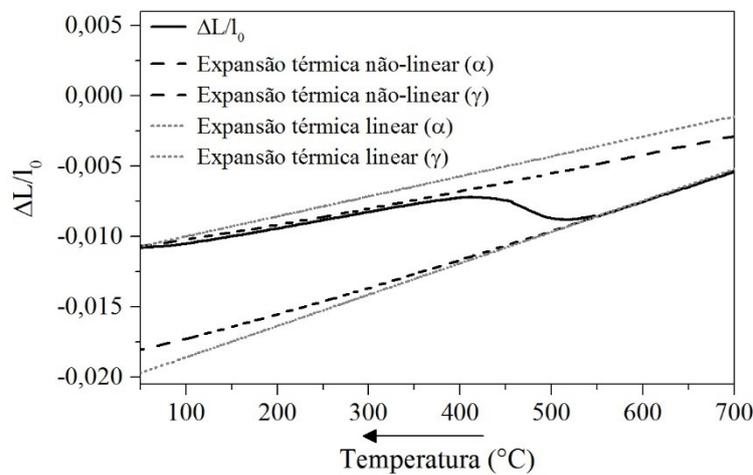


Figura 33. Variação de comprimento relativo durante o resfriamento contínuo sobreposto com as linhas de expansão térmica linear e não-linear para as fases γ e α . Fonte: Elaborado pelo autor.

3.5 PROCESSAMENTO DE DADOS (DIFRAÇÃO DE RAIOS-X SÍNCROTRON)

3.5.1 Procedimentos de calibração e integração dos dados experimentais

Os parâmetros de calibração (distância detector-amostra, centro do feixe difratado, parâmetros dimensionais e erros associados a rotações e distorções do detector) foram determinados com base na medição de um padrão na forma de pó. Uma amostra de hexaboreto de lantânio (LaB_6) com 6 mm de espessura nominal foi preparada em uma cápsula polimérica. Essa amostra foi cuidadosamente posicionada nas placas do dilatômetro e medida (obtenção de padrões de difração 2D), utilizando os mesmos parâmetros experimentais (energia, distância amostra-detector e tamanho de feixe)

empregados durante os tratamentos termomecânicos. Um exemplo de padrão de difração 2D obtido para o LaB_6 é mostrado na Figura 34.

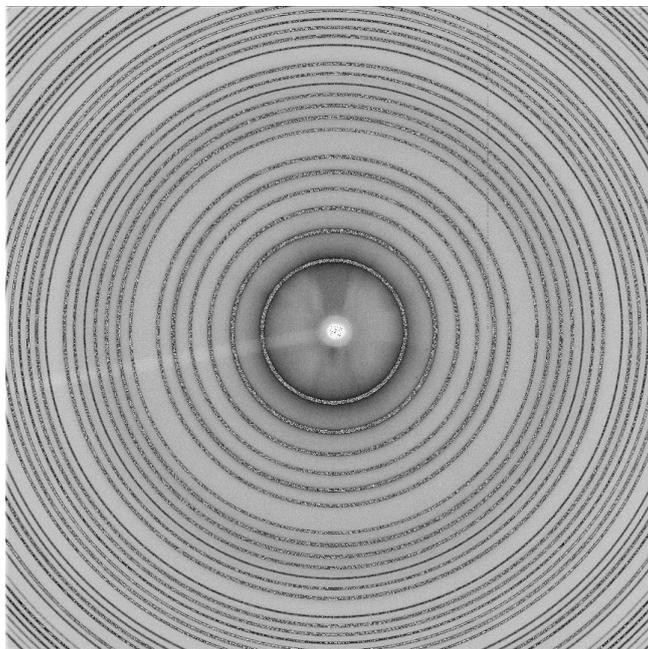


Figura 34. Padrão de difração 2D obtido na amostra de hexaboreto de lantânio (LaB_6). Fonte: Elaborado pelo autor.

Os dados de calibração obtidos foram utilizados para conversão dos padrões de difração 2D (anéis completos de *Debye Scherrer*) para o formato 1D convencional (Intensidade versus 2θ) utilizando o software PyFAI (115). Na Figura 35 (a) é apresentado um exemplo de padrão 2D com o seu correspondente formato 1D (Figura 35 (b)). Nesta figura, é possível perceber que a configuração experimental de difração empregada neste trabalho gerou padrões 1D com alta qualidade, permitindo a identificação de reflexões referentes a inclusões de sulfeto de manganês (MnS), como indicado pela seta no detalhe da Figura 35 (b).

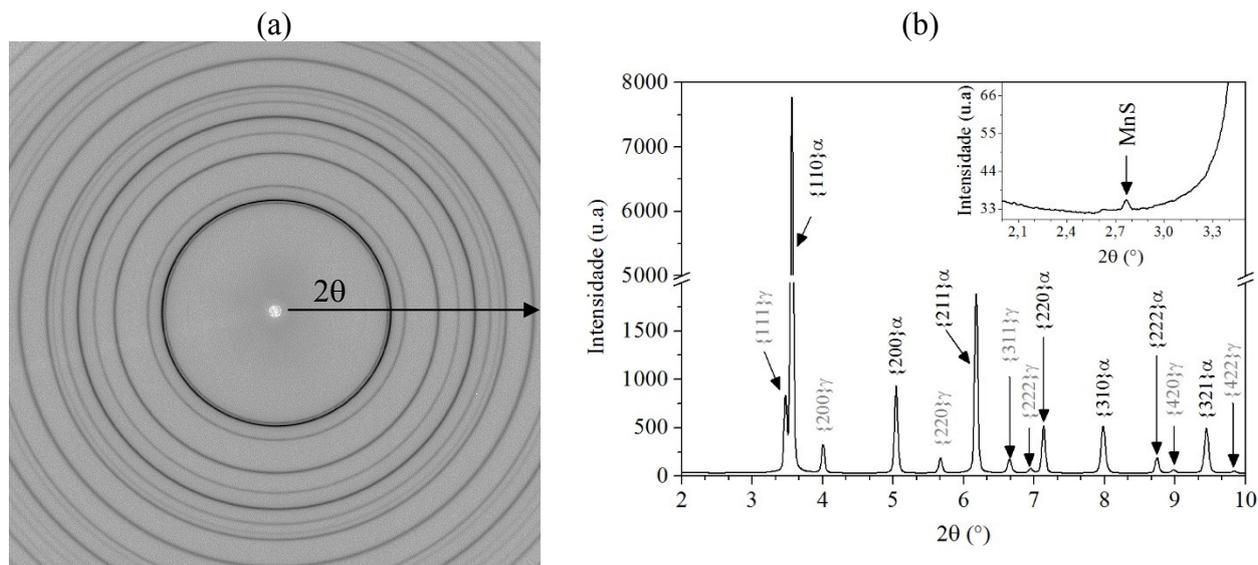


Figura 35. Padrão de difração 2D em (a) e 1D em (b). A seqüência dos anéis de difração indicada pela seta em (a) corresponde aos picos de difração identificados em (b). O detalhe em (b) indica a reflexão referente as inclusões de sulfeto de manganês (MnS) na posição 2θ de $2,76^\circ$. Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma vez que os experimentos de difração *in situ* foram conduzidos em geometria de transmissão (feixe de raios-X transpassa a amostra) é imprescindível compensar o efeito da espessura do corpo de prova e também da configuração instrumental sobre o alargamento dos picos de difração. Essa compensação foi realizada através da implementação de um modelo matemático (função instrumental), o qual é formado por uma série de deconvoluções e coeficientes baseados nos picos de difração obtidos na amostra de calibração (LaB_6), sendo este procedimento realizado no Software TOPAS versão V4.2. É importante destacar que a amostra padrão não apresenta contribuições significativas em termos de alargamento de pico devido à tensão residual ou tamanho de partícula (tamanho cristalino). Desta forma, a largura dos picos de difração da amostra de LaB_6 (Figura 36 (a)) contém apenas efeitos associados à espessura do corpo de prova e a configuração experimental do equipamento de difração. Na Figura 36 (b) é apresentada a relação linear entre o FWHM dos picos de difração em função da posição 2θ . Estes dados representam a contribuição instrumental para o alargamento dos picos de difração.

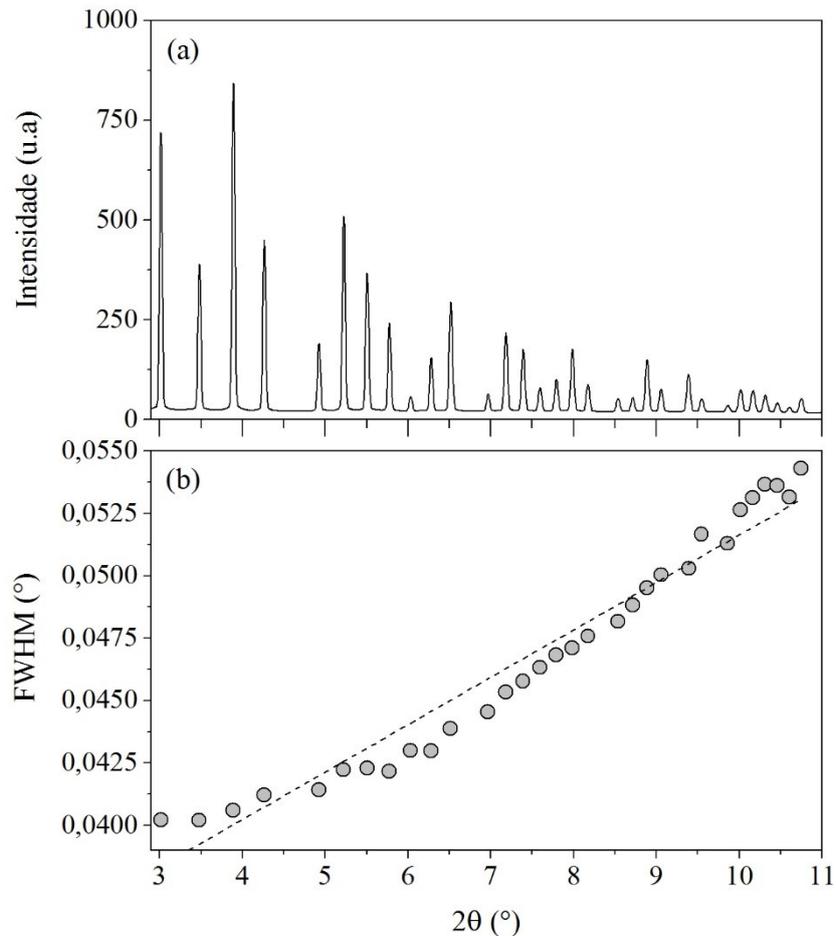


Figura 36. (a) Padrão de difração 1D da amostra LaB₆. (b) FWHM dos respectivos picos apresentados no difratograma em (a) em função da posição 2θ. A linha tracejada representa o ajuste linear dos dados. Fonte: Elaborado pelo autor.

3.5.2 Determinação da fração volumétrica de fases e parâmetros de rede

Após a obtenção dos padrões de difração 1D e procedimentos de calibração (função instrumental), a fração volumétrica e o parâmetro de rede médio das fases foram obtidos através do método de refinamento Rietveld, implementado no software TOPAS V4.2. Os refinamentos foram realizados em uma faixa de ângulos 2θ de 2° – 8,4°, a qual compreende cinco anéis de difração completos de ferrita/bainita ({110}; {200}; {211}; {220}; {310}) e austenita ({111}; {200}; {220}; {311}; {222}). A determinação da fração volumétrica das fases foi realizada em padrões de difração obtidos pela integração completa dos anéis de difração (0-360°), de modo a obter as melhores estatísticas possíveis e remover efeitos de textura cristalográfica (116–118). A definição da primeira medição de fração volumétrica diferente de zero, ou seja, o início da transformação de fase a partir

de uma microestrutura 100 % austenítica foi identificada com base em variações entre 0,3 – 0,6 wt.% (119).

A integração completa dos anéis de difração também foi empregada para a determinação do parâmetro de rede das fases em experimentos sem etapas de deformação, devido ao raio do anel resultante ser considerado como uniforme. Contudo, após a compressão uniaxial os anéis resultantes possuem uma forma aproximadamente elíptica (116,120). Nessa condição, o método de integração azimutal de 360° pode gerar picos de difração assimétricos (118), o que consequentemente aumenta a incerteza na determinação do espaçamento interplanar dos mesmos. Uma maneira de contornar este problema é integrar parcialmente uma seção angular relativamente pequena sobre os anéis de difração, como mostrado esquematicamente na Figura 37, que apresenta três seções azimutais compreendendo 20° nas posições de 0, 45 e 90°. A seção azimutal em torno de 45° foi utilizada nos refinamentos Rietveld para determinação do parâmetro médio de rede durante o resfriamento contínuo, enquanto as seções azimutais de 0, 45 e 90° foram utilizadas para acompanhar a evolução do parâmetro de rede durante a transformação de fase sob condições de deformação plástica.

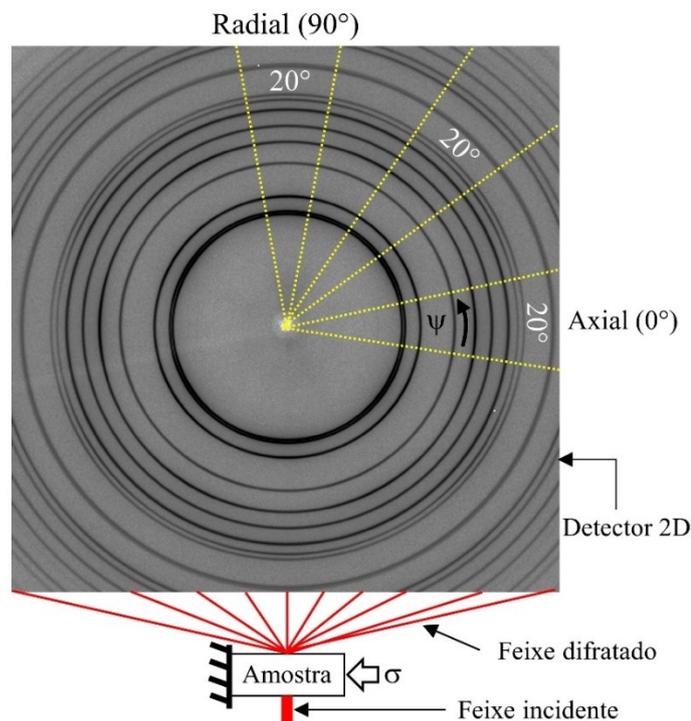


Figura 37. Representação esquemática das faixas angulares integradas sobre os anéis de *Debye-Scherrer* (0, 45 e 90°). O símbolo “ ψ ” representa o ângulo azimutal e a seta indica o sentido de integração das intensidades. Fonte: Elaborado pelo autor.

Devido ao grande volume de dados a serem analisados, os refinamentos Rietveld foram executados no modo *Launch* do software TOPAS, sendo as informações cristalográficas das fases escritos na forma de *macros* (arquivos .INP), editados no programa *JEdit*. Devido a quantidade de carbonetos ser desprezível no aço estudado, os refinamentos foram conduzidos considerando apenas as estruturas cúbica de corpo centrado (CCC - Im3m) e cúbica de face centrada (CFC - Fm3m) (20). A informação cristalográfica das fases é apresentada na Tabela 3. Algumas tentativas de refinamentos foram realizadas empregando a estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC - I4/mmm), com intuito de verificar uma possível tetragonalidade nos padrões de difração obtidos durante o resfriamento. Contudo, nenhuma evidência foi observada em relação a presença de tetragonalidade durante a transformação de fase. Isso é esperado devido ao baixo teor de carbono da liga estudada, uma vez que a tetragonalidade da martensita é observada em aços com teores de carbono acima de 0,18 wt.% (121). Além disso, estudos empregando radiação síncrotron para caracterização da transformação bainítica em aços com 0,22 wt.% (35) e 0,28 wt.% (19) não observaram evidências de tetragonalidade nos padrões de difração analisados. Assim, a estrutura cristalina da ferrita/bainita/martensita foram tratadas como cúbica de corpo centrado (CCC) nos refinamentos Rietveld.

Tabela 3. Informação cristalográfica das fases consideradas para os refinamentos Rietveld.

| Fase | Grupo espacial | Faixa de parâmetros de rede (Å) | Elemento | Fator de ocupação | Multiplicidade Wyckoff (coordenadas) |
|------------------------|----------------|---------------------------------|----------|-------------------|--------------------------------------|
| Ferrita (α) | Im-3m | 2,86-2,95 | Fe | 1 | 2 (x 0; y 0; z 0) |
| | | | C | 0,008 | 6 (x 0; y 0; z 0) |
| Austenita (γ) | Fm-3m | 3,59-3,67 | Fe | 1 | 4 (x 0; y 0; z 0) |
| | | | C | 0,050 | 4 (x 0; y 0; z 0) |

Fonte: Elaborado pelo autor.

A qualidade dos refinamentos Rietveld foi avaliada pelo parâmetro R_{wp} (*weighted profile R-factor*), considerado um dos parâmetros mais relevantes para este fim (98,122–124). Além disso, a diferença entre os padrões de difração adquiridos e os calculados pelo método Rietveld foi analisada graficamente em diversos pontos durante as etapas de aquecimento, deformação e o resfriamento. A Figura 38 apresenta os padrões de difração medidos, calculados e a fração residual em diferentes etapas de processamento. Os valores de R_{wp} obtidos são comparáveis aos reportados na referência (35), sobre investigações *in situ* da transformação bainítica. No Apêndice A é apresentado os erros associados aos refinamentos Rietveld implementados no software TOPAS. Devido a

magnitude relativamente pequena destes erros, optou-se por apresentá-los fora dos gráficos referentes a seção de resultados da tese. De modo geral, para a fração volumétrica de fases, o erro máximo foi de aproximadamente ± 1 wt.%, sendo este valor comumente obtido em refinamentos Rietveld de acordo com a literatura (19,119,125,126).

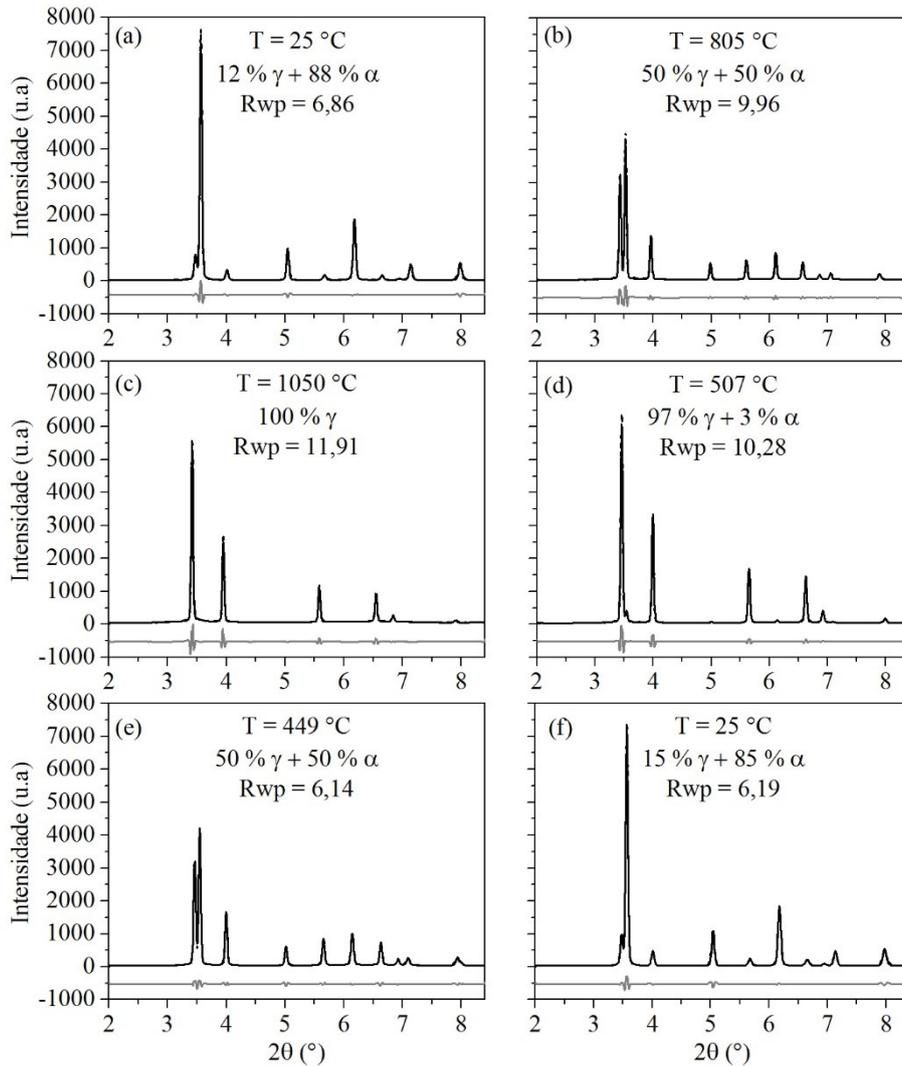


Figura 38. Padrões de difração adquiridos *in situ* na condição como recebido em (a) e durante as etapas de aquecimento em (b e c) e resfriamento em (d-e-f). A qualidade dos refinamentos Rietveld é representada pelo fator R_{wp} e fração residual (forma gráfica), para cada condição experimental. Devido a pequena fração residual, as diferenças entre os difratogramas medidos e os calculados não podem ser distinguidas claramente. Fonte: Elaborado pelo autor.

3.5.3 Enriquecimento por carbono da austenita

Durante a reação bainítica, a evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ) foi associada ao enriquecimento por carbono desta fase. Este fenômeno foi avaliado quantitativamente de acordo com a Equação 8 sugerida por Dyson e Holmes (127):

$$a_\gamma = 3,5780 + 0,0330 w_C + 0,00095 w_{Mn} - 0,0002 w_{Ni} + 0,0006 w_{Cr} + 0,0220 w_N + 0,0056 w_{Al} - 0,0004 w_{Co} + 0,0015 w_{Cu} + 0,0031 w_{Mo} + 0,0051 w_{Nb} + 0,0039 w_{Ti} + 0,0018 w_V + 0,0018 w_W \quad (\text{Equação 8})$$

Onde a_γ é o parâmetro de rede da austenita em Å e w_i é a concentração de elementos de liga em porcentagem em peso na liga. Os elementos Si e P têm efeito desprezível na distorção da rede de austenita (128) e, portanto, sua contribuição não é incorporada na Equação 8. A equação de Dyson e Holmes foi escolhida devido a ser extensivamente empregada na literatura para descrever o enriquecimento de carbono na austenita durante a reação bainítica (19,35,36). É importante observar que a metodologia empregada para a análise do enriquecimento de carbono considera a condição de paraequilíbrio, ou seja, não há particionamento de elementos substitucionais entre γ e α (por exemplo, o manganês). Além disso, as seguintes suposições devem ser adotadas:

- O coeficiente de expansão térmica da austenita não é afetado significativamente pelo enriquecimento de carbono;
- O valor resultante de w_C na Equação 8 corresponde ao valor médio de carbono na austenita, não considerando variações ou heterogeneidades locais na composição química da microestrutura;
- A composição química da austenita é considerada homogênea antes da ocorrência da transformação de fase;
- As tensões residuais de segunda ordem são consideradas como desprezíveis durante o resfriamento contínuo.

Uma vez que a equação de Dyson e Jones considera o efeito dos elementos de liga à temperatura ambiente, é necessário compensar o efeito da expansão térmica no parâmetro de rede da austenita mensurado em altas temperatura. Para isso, o coeficiente de expansão térmica da austenita foi precisamente determinado através do ajuste linear de um gráfico a_γ versus temperatura na faixa de

1150 até 700 °C (Figura 39). Nesta faixa de temperatura, a microestrutura é complementarmente austenítica, livre de tensões residuais significativas e homogênea em termos de composição química (129). A média aritmética relativa a três experimentos resultou em um valor do coeficiente de expansão térmica de $22,3 \times 10^{-6} \text{ °C}^{-1}$, concordando razoavelmente com os valores apresentados na literatura para aços com composição química similar (35,125,129,130).

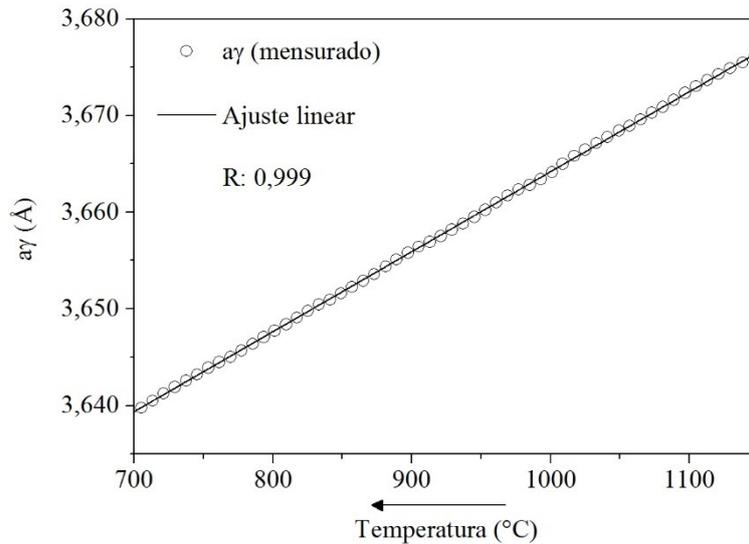


Figura 39. Evolução do parâmetro de rede da austenita em função da temperatura durante o resfriamento (10 °C/s). Fonte: Elaborado pelo autor.

Após a determinação do coeficiente de expansão térmica da austenita, este valor foi inserido na Equação 9, proposta por Bohemen (113), a qual apresenta uma dependência exponencial de temperatura para a expansão térmica da austenita:

$$\text{CET} = B \left[1 - \exp \left(-\frac{T}{\Theta_D} \right) \right] \quad (\text{Equação 9})$$

Onde:

CET = Coeficiente de expansão térmica corrigido;

B = Coeficiente de expansão térmica determinado;

T = Temperatura em Kelvin;

Θ_D = Constante com valor de 280 K.

3.5.4 Variação de volume específico

Utilizando a variação dos parâmetros de rede e fração volumétrica de cada fase, ambos determinados pelos dados de difração coletados *in situ*, a variação de volume específico total ($\Delta V/V_0$) no volume investigado por difração foi calculada conforme a Equação 10 (20):

$$\Delta V/V_0 = \frac{\left(\frac{a_\alpha^3}{2} \frac{V_\alpha}{100} + \frac{a_\gamma^3}{4} \frac{V_\gamma}{100}\right)^{1/3} - \left(\frac{a_{\alpha,0}^3}{2} \frac{V_{\alpha,0}}{100} + \frac{a_{\gamma,0}^3}{4} \frac{V_{\gamma,0}}{100}\right)^{1/3}}{\left(\frac{a_{\alpha,0}^3}{2} \frac{V_{\alpha,0}}{100} + \frac{a_{\gamma,0}^3}{4} \frac{V_{\gamma,0}}{100}\right)^{1/3}} \quad (\text{Equação 10})$$

Onde:

$\Delta V/V_0$ = Variação de volume específico total;

a_α = Parâmetro de rede da fase alfa (ferrita bainítica ou ferrita proeutetóide);

a_γ = Parâmetro de rede da fase gama (austenita);

V_α = Fração volumétrica da fase alfa (ferrita bainítica ou ferrita proeutetóide);

V_γ = Fração volumétrica da fase gama (austenita);

$V_{\alpha,0}$ = Fração volumétrica da fase alfa (ferrita bainítica ou ferrita proeutetóide) no início do resfriamento;

$V_{\gamma,0}$ = Fração volumétrica da fase gama (austenita) no início do resfriamento;

Assim, a partir dos resultados obtidos pela Equação 10, $\Delta V/V_0$ obtido no volume investigado por difração pode ser comparado com a mudança relativa no comprimento macroscópico da amostra, registrada pelos ensaios de dilatométrica. Em relação ao efeito do enriquecimento de carbono da austenita sobre a variação de volume específico total, os valores medidos do parâmetro de rede da austenita na faixa de 950 a 800 °C (sem formação de ferrita primária) foram extrapolados de maneira não-linear conforme a Equação 9 até a temperatura ambiente (vide Figura 40). Estes valores foram inseridos na Equação 10, de forma a comparar o resultado de $\Delta V/V_0$ resultante da transformação de fase com e sem efeito do enriquecimento de carbono da austenita.

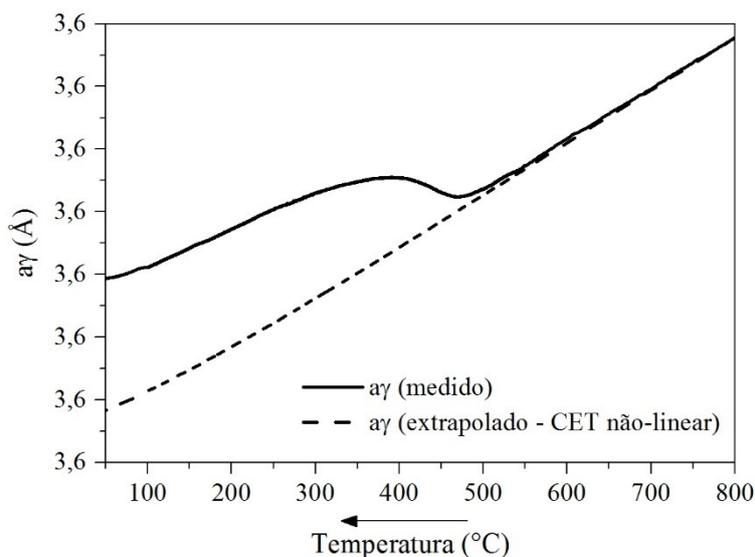


Figura 40. Processo de extrapolação do parâmetro de rede da austenita (dados de difração) até a temperatura ambiente.

3.5.5 Análise dos Picos de Difração

Análises específicas foram conduzidas no Software TOPAS empregando funções do tipo Gaussian–Lorentzian (131), de modo a separar os efeitos produzidos pelo *microstrain*⁵ e *crystallite size*⁶ no alargamento dos picos de difração de cada fase. De maneira geral, apesar da dispersão significativa nos valores medidos, os resultados referentes ao *microstrain* foram obtidos em todas as condições experimentais investigadas. Por outro lado, a estimativa ao *crystallite size* apresentou uma grande margem de erro, sugerindo que os picos de difração não são afetados de forma significativa por este componente. Esta tendência também têm sido reportada na literatura para a transformação isotérmica da bainita (132). Optou-se por não utilizar a estimativa do *microstrain* na discussão dos resultados, devido à dispersão nos valores medidos, que por conseguinte, geraram dúvidas na interpretação dos mesmos. Por este motivo, optou-se investigar a evolução do alargamento dos picos de difração a partir do FWHM, o qual é sensível a presença de defeitos de rede como discordâncias (133,134). Procurou-se avaliar o FWHM das reflexões da austenita $\{220\}_\gamma$ e ferrita/bainita $\{211\}_\alpha$, de modo a evitar qualquer sobreposição com outros picos no difratograma.

⁵ Contribuição para o alargamento dos picos de difração produzida por variações locais no espaçamento interplanar dos cristalitos. Essas variações podem ser de origem elástica devido à microtensões/tensões de segunda ordem, bem como campos de deformações de discordâncias ou de natureza não elástica devido a composição local ou variações na concentração (131).

⁶ Contribuição para o alargamento dos picos de difração produzida por domínios homogêneos, onde supostamente não existe uma completa quebra na ordem tridimensional interna, embora possa haver alguma distorção limitada (95).

Além disso, estas reflexões são frequentemente analisadas com intuito de fornecer informações adicionais sobre a evolução da microestrutura durante a transformação de fase (19,47,102,135).

O FWHM dos picos de difração foi extraído de forma independente através do ajuste de uma função *Pseudo-Voigt* implementada em um *script* (MATLAB[®]), originalmente desenvolvido pelo pesquisador Heiner Meyer do Departamento de Análise Física do IWT. O parâmetro GOF (*Goodness of fit*) foi escolhido como indicador da qualidade do ajuste da função matemática, uma vez que resume a discrepância entre os picos experimentais e os modelados pela função em questão. O critério de convergência adotado foi baseado na obtenção de valores de GOF entre 0,95 e 0,99, sendo o valor 1 um ajuste perfeito. A aplicação da função *Pseudo-Voigt* apresentou resultados satisfatórios na modelagem dos picos de difração estudados, uma vez que a superposição de picos (ou *peak split*⁷) não foi observada durante a transformação de fase. Os erros associados a determinação do FWHM dos picos e os valores de GOF obtidos são apresentados no Apêndice A.

3.6 CARACTERIZAÇÕES COMPLEMENTARES

A caracterização microestrutural *ex situ* das amostras após os tratamentos térmicos e termomecânicos foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), análises de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e medições de dureza Vickers. Procurou-se avaliar a microestrutura na seção longitudinal das amostras, compreendendo a área incidente do feixe de raios-X, como ilustrado esquematicamente na Figura 41. Nesta região, os gradientes absolutos de deformação e temperatura foram considerados desprezíveis.

⁷ “*Peak Split*” é um termo utilizado na literatura inglesa para descrever a separação de um pico de difração em dois picos com diferentes parâmetros de rede. Durante a reação bainítica em ligas com médio e alto teor de carbono, a ocorrência de heterogeneidades de carbono significativas na austenita pode ocasionar o fenômeno de “*peak split*” (36,38–40,236).

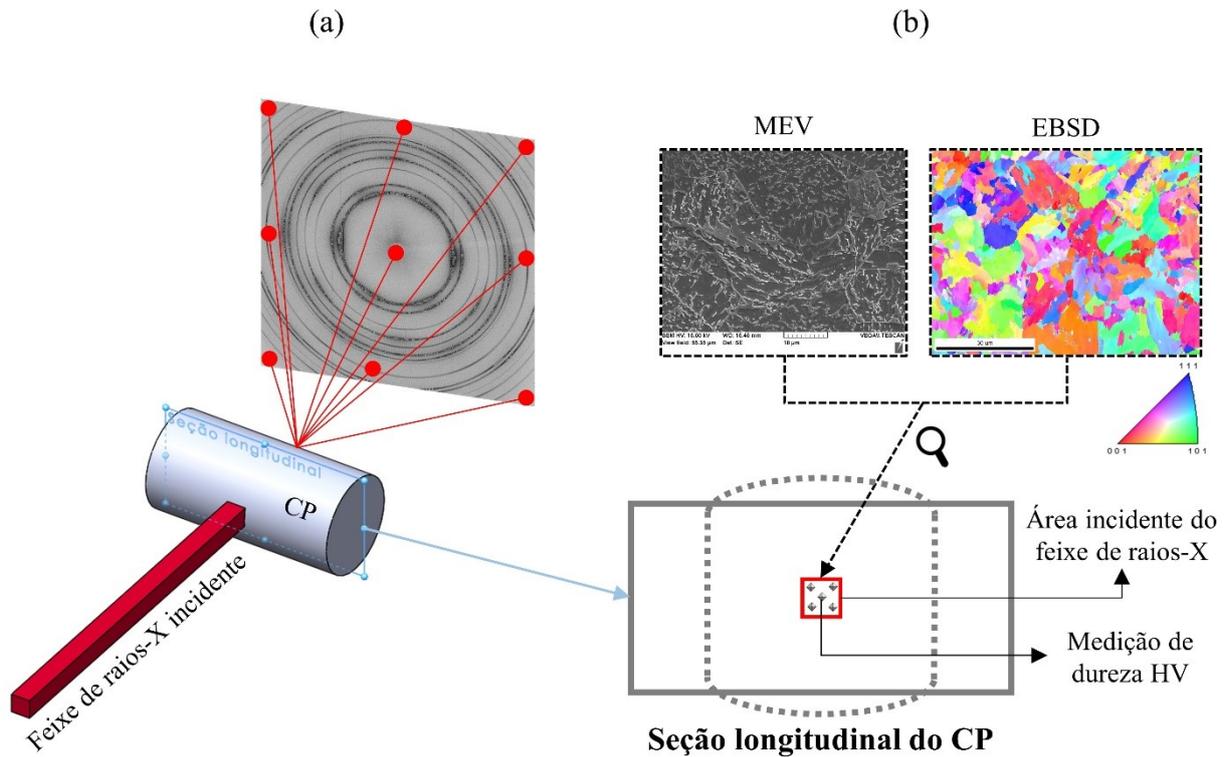


Figura 41. (a) Representação esquemática do corpo de prova (CP) com o feixe de raios-X incidente e (b) seção longitudinal do CP (não deformado – linha cheia / deformado – linha pontilhada), onde é indicada a região das caracterizações *ex situ* (MEV, EBSD e dureza HV). Fonte: Elaborado pelo autor.

3.6.1 Preparação metalográfica e microscopia eletrônica de varredura

A preparação metalográfica dos corpos de prova para microscopia consistiu de seccionamento na direção longitudinal, embutimento em baquelite e lixamento com lixas de granulação 120 até 1200. O polimento subsequente foi realizado com pastas de diamante com granulometrias de 4 e 1 μm . Ao final da preparação, as amostras foram atacadas por imersão no reagente nital 3% (97 % vol. $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ + 3 % vol. HNO_3) durante ≈ 15 segundos, limpas em banho ultrassônico com acetona e secadas com ar frio. A microestrutura foi analisada em um microscópio eletrônico de varredura da marca VEGA II (*XLH TESCAN*), utilizando uma energia de 15 keV e um detector de elétrons secundários.

3.6.2 Difração de elétrons retroespalhados

Análises por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foram conduzidas em um equipamento Philips XL 30 operando a 25 keV, com distância de trabalho de 8,4 mm e inclinação da amostra de 75° . Uma área de aproximadamente $129 \times 166 \mu\text{m}^2$ (seção longitudinal) foi analisada

utilizando um passo de 0,1 μm , de modo a evitar possíveis problemas de indexação decorrentes do aumento da densidade de discordâncias nas amostras deformadas plasticamente (9). A preparação metalográfica padrão seguiu os procedimentos padrões já especificados na seção 3.6.1, adicionalmente a um polimento final empregando um feixe de íons, conduzido em um equipamento da marca LEICA modelo EM RES102. O processamento dos dados foi conduzido no software *Orientation Imaging Microscopy* (OIM_EDAX), sendo obtidos mapas de fase (Fe- γ e Fe- α), mapas de orientação (Fe- α), desorientação média de Kernel (KAM), figuras de polo inverso (IPF) e índice de qualidade de imagem (IQ).

3.6.3 Dureza

A dureza das microestruturas foi mensurada na seção longitudinal (polida), utilizando um microdurômetro da marca Shimadzu (modelo HMV-G20DT), equipado com um indentador do tipo Vickers, carga de 1000 gf e tempo de penetração de 15 s, conforme os procedimentos descritos na norma ASTM E384 – 17 (136). Foram realizadas 10 medidas distribuídas aleatoriamente na região central das amostras (ver novamente Figura 41 (b)), sendo os valores de dureza expressados como a média aritmética e o desvio padrão amostral das medições.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 TRANSFORMAÇÕES DE FASES DURANTE A ETAPA DE AQUECIMENTO

Nesta seção serão abordadas as transformações de fase durante a etapa de aquecimento e austenitização da amostra. Vale ressaltar que a microestrutura na condição como recebida é constituída essencialmente por ferrita bainítica (isenta de carbonetos) e austenita retida estabilizada por carbono.

4.1.1 Resposta dilatométrica

A Figura 42 apresenta uma compilação de gráficos referentes aos dados de dilatométrica coletados durante a etapa de aquecimento de 25 °C até 1050 °C, com taxa de 10 °C/s. A curva de aquecimento da amostra em função do tempo é apresentada na Figura 42 (a), onde é possível perceber no detalhe, que a temperatura da amostra decai ligeiramente próximo a 748 °C. Esse fenômeno térmico é geralmente observado durante o aquecimento de aços (por exemplo, na referência (137)), e pode ser explicado pelo calor latente devido a transição magnética do ferro alfa (138). Na Figura 42 (b) é possível perceber que a variação de comprimento relativo da amostra é aproximadamente linear durante o aquecimento na faixa de 25 a 690 °C. Uma ligeira contração na curva $\Delta L/l_0$ é percebida na faixa de temperatura entre ≈ 699 °C e 749 °C. Interpreta-se que esta contração seja relacionada a formação de cementita na microestrutura. Em seguida, um aumento na taxa de expansão é observado na curva derivativa mostrada na Figura 42 (b), acompanhada pela contração macroscópica associada a formação da austenita em torno de 780 °C (temperatura Ac_1 na Figura 42 (b)). Essa contração na curva $\Delta L/l_0$ é explicada pela: (i) diferença no volume específico entre as fases envolvidas na transformação (austenita e ferrita bainítica, no presente caso); e (ii) variação do volume específico da austenita devido ao enriquecimento ou redução de carbono (139). Após o término da contração da amostra na temperatura de 963 °C (Ac_3), observa-se apenas a expansão térmica da austenita.

A Figura 42 (c) mostra a potência de indução registrada pelo sistema do dilatômetro durante o aquecimento da amostra. É possível perceber que a potência aumenta abruptamente em aproximadamente 747 °C, o que corresponde a temperatura de Curie. É interessante observar que a temperatura citada apresenta uma boa concordância com o fenômeno térmico observado em 748 °C no detalhe da Figura 42 (a).

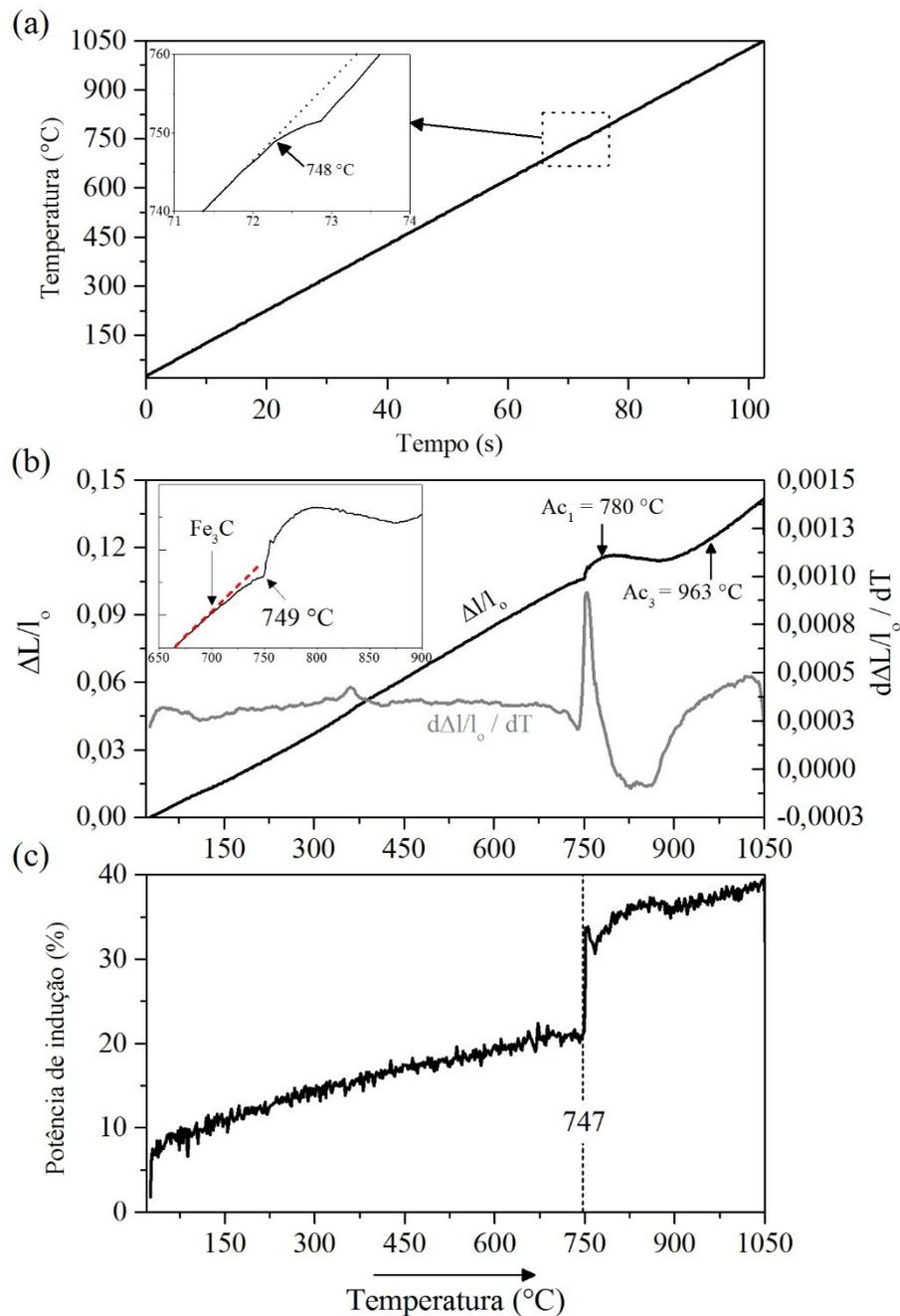


Figura 42. (a) Temperatura em função do tempo durante o aquecimento da amostra com taxa de 10 °C/s. O detalhe em (a) apresenta uma variação de temperatura em aproximadamente 748 °C. (b) variação de comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) e curva derivativa ($d\Delta L/l_0/dT$) como uma função da temperatura. O detalhe em (b) apresenta pontos de inflexão associado a transformação de fase. (c) potência de indução requerida durante o aquecimento da amostra como uma função da temperatura. Fonte: Elaborado pelo autor.

A variação de comprimento da amostra associada a formação da austenita é apresentada em detalhe na Figura 43, onde os dados foram adicionalmente comparados com os resultados obtidos por

Esin (119) em um aço médio carbono (Fe-0,36C – 1,29Mn – 0,25Si – 0,65Cr – 0,065Mo – 0,21Ni (wt.%)), e Ariza (28) para um aço de baixo carbono (Fe-0,23C – 1,50Mn – 1,23Si (wt.%)). A microestrutura inicial de Esin é formada por bainita e uma pequena fração de austenita retida (AR =3,3 wt.%). No caso de Ariza, a microestrutura contém ferrita, bainita, martensita e AR 6,7 wt.%. É interessante observar na Figura 43, que a expansão durante a formação da austenita não é identificada nos dados apresentados por Esin. Essa expansão, todavia, é observada na curva de dilatometria obtida por Ariza. Baseada nas tendências apresentadas na Figura 43, é razoável inferir que a ocorrência da expansão na curva $\Delta L/l_0$ pode estar relacionada, não apenas a presença de austenita retida, mas sim relacionada a fração volumétrica desse microconstituente na microestrutura. É importante frisar que a expansão observada na curva $\Delta L/l_0$ durante a formação da austenita foi observada em vários experimentos de aquecimento aqui desenvolvidos e, portanto, é pouco provável que tal expansão seja apenas um artefato experimental. Além disso, não foram encontrados trabalhos na literatura explicando a origem da expansão na curva $\Delta L/l_0$ durante a formação da austenita. Desta forma, uma explicação para a expansão observada durante a formação da austenita será desenvolvida com base nos resultados de difração síncrotron apresentados na próxima seção.

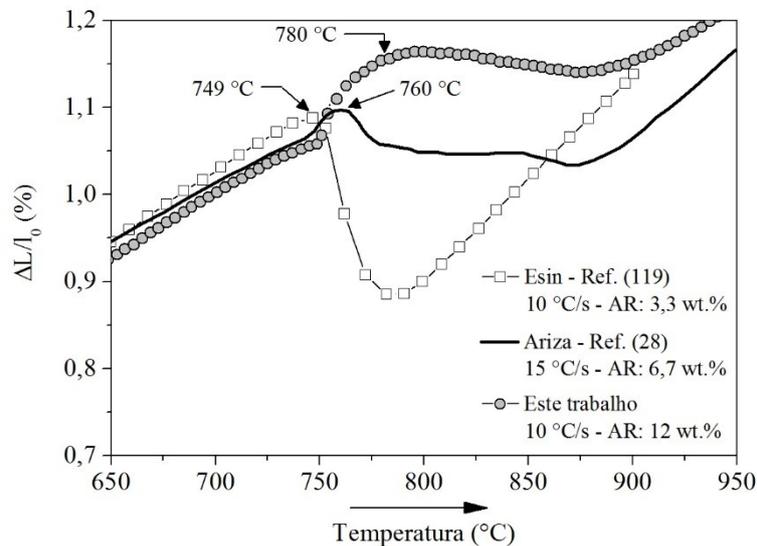


Figura 43. Variação de comprimento relativo da amostra durante a formação na austenita comparada com os dados de um aço de médio carbono (0,36 wt.%) (119) e baixo teor de carbono (0,23 wt.%) (28). As setas indicam a temperatura de início da contração macroscópica. AR se refere a quantidade de austenita retida na microestrutura inicial. Fonte: Elaborado pelo autor com dados extraídos das referências (119) e (28).

4.1.2 Cinética das reações obtida por difração síncrotron

Na Figura 44 é apresentada a evolução da fração volumétrica de fases determinadas por meio dos padrões de difração síncrotron, coletados durante a etapa de aquecimento. É importante frisar que uma pequena fração de ferrita proeutetóide é esperada na microestrutura inicial do material, composta em sua maioria por ferrita bainítica e austenita retida. Devido a sobreposição das reflexões de ferrita e bainita nos difratogramas, a fração volumétrica e o parâmetro de rede destas microestruturas serão aqui definidos apenas como alfa (α). Percebe-se que durante o aquecimento abaixo da temperatura Ac_1 , a fração volumétrica de austenita retida não apresenta mudanças significativas. A temperatura de início da formação da austenita (Ac_1) obtida pelos dados de difração é de aproximadamente 745 °C, enquanto a Ac_3 foi de 902 °C. Esta faixa de temperatura, é cerca de 14 % menor daquela obtida pelos resultados de dilatométrica. As discussões referentes as temperaturas de início e fim da formação da austenita, bem como a cinética obtida pela técnica de dilatométrica (análise global) em relação ao volume analisado por difração (análise local) serão discutidas na seção 4.1.3.

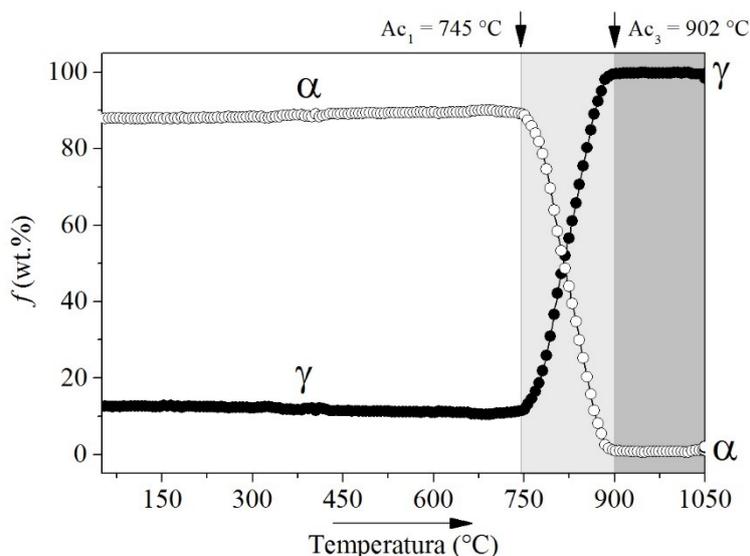


Figura 44. Evolução da fração volumétrica de fases, determinada de acordo com os dados de difração, como uma função da temperatura durante a etapa de aquecimento até 1050 °C. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a sequência de difratogramas em função da temperatura apresentada na Figura 45, percebe-se o aparecimento de picos identificados como cementita, em aproximadamente 550 °C. Em seguida, a completa dissolução da cementita parece ocorrer em torno de 800 °C, onde

não é possível distinguir picos de Fe_3C ou outros carbonetos do sinal de fundo (*background*) nos difratogramas. A formação de cementita consome carbono da austenita, o que leva a uma redução macroscópica no comprimento da amostra (140–143), explicando a contração observada na curva de dilatométrica na faixa de 699–749 °C (ver novamente o detalhe na Figura 42 (b)). Vale ressaltar que a quantificação precisa da fração volumétrica de cementita pelos padrões de difração é difícil devido à baixa intensidade dos picos referentes aos carbonetos.

Embora a formação de cementita pareça inconsistente, considerando a alta relação Si/C na composição do aço empregado neste trabalho, a força motriz para essa reação é alta em regiões da austenita retida mais enriquecidas por carbono (por exemplo com morfologia de filmes) (143,144). Também é importante destacar que, além da formação de cementita, a decomposição dos filmes de austenita retida durante o aquecimento leva a formação de ferrita (145). No entanto, a formação deste microconstituente não foi pronunciada, uma vez que a fração volumétrica de fase CCC apresentada na Figura 44 não varia de forma significativa durante o aquecimento. Assim, é possível concluir que para a composição de aço estudada, a formação da austenita ocorre em uma microestrutura constituída por ferrita bainítica e austenita retida com uma mistura de ferrita e carbonetos.

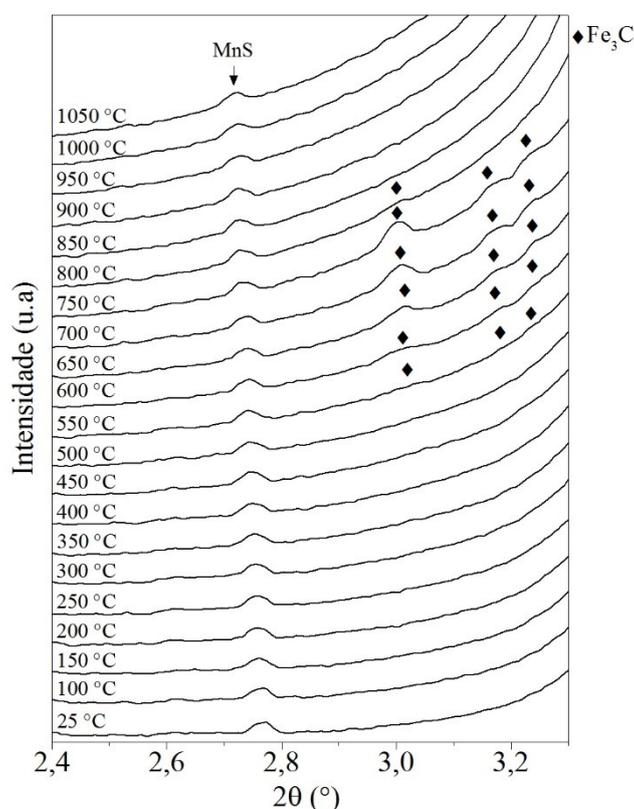


Figura 45. Compilação de difratogramas evidenciando a precipitação de cementita (símbolo ♦) durante a etapa de aquecimento. A seta indica a reflexão das inclusões de sulfeto de manganês (MnS). Fonte: Elaborado pelo autor.

Os difratogramas representativos durante a etapa de formação da austenita são apresentados na Figura 46 (a). Percebe-se que a cementita persiste na microestrutura acima da temperatura Ac_1 , levando a conclusão que a dissolução completa de carbonetos não é uma reação necessária para o início da formação da austenita na liga estudada. Fica claro que a dissolução completa dos carbonetos ocorre antes da temperatura Ac_3 ser atingida. Na Figura 46 (b), é interessante observar que a mudança de volume positiva na amostra coincide razoavelmente bem com o início da formação da austenita sugerida pelos dados de difração. Além disso, a dissolução completa dos carbonetos, qualitativamente interpretado a partir dos difratogramas, acompanhada o início da contração macroscópica do corpo de prova.

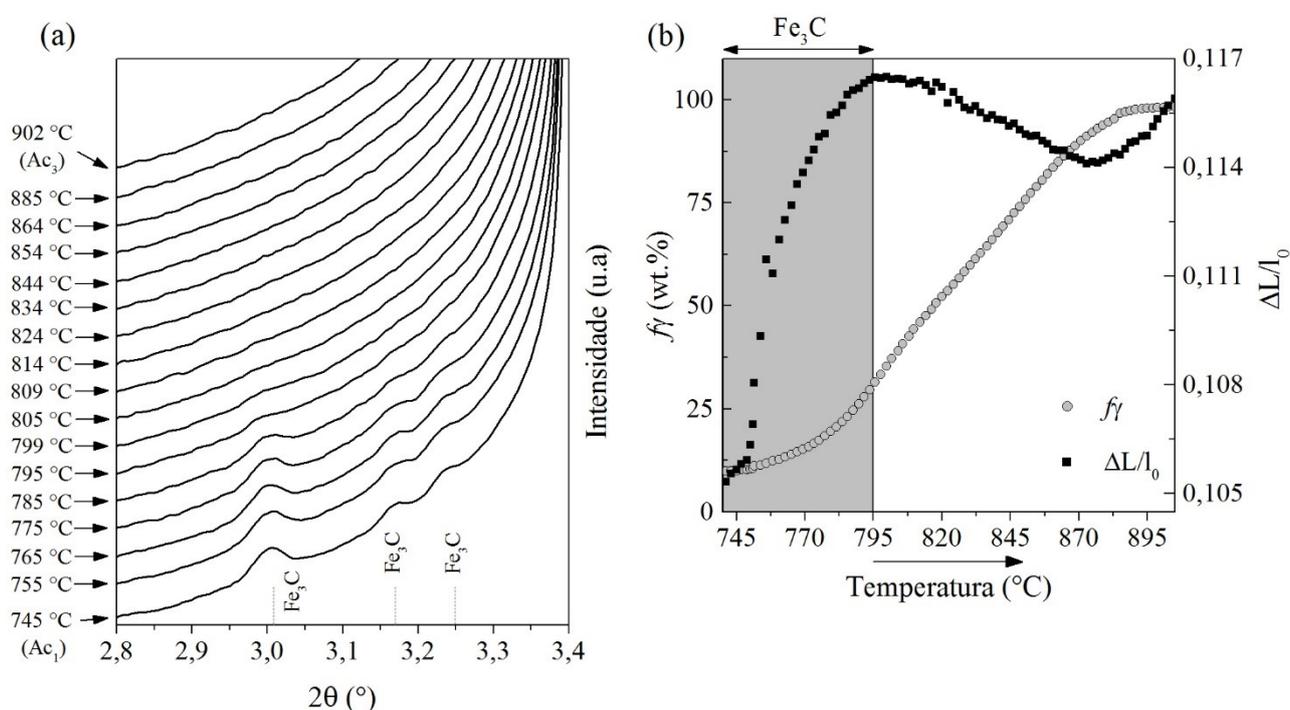


Figura 46. (a) Compilação de difratogramas obtidos durante a etapa de austenitização, onde as temperaturas Ac_1 e Ac_3 foram determinadas de acordo com os dados de difração síncrotron. (b) fração volumétrica de austenita (f_γ) obtida por radiação síncrotron e variação do comprimento relativo da amostra ($\Delta L/L_0$ - dilatométrica) em função da temperatura durante a formação da austenita. A região sombreada em (b), define a faixa de temperatura onde a cementita é qualitativamente identificada nos difratogramas apresentados em (a). Fonte: Elaborado pelo autor.

A evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ) e ferrita/ferrita bainítica (a_α) na condição como mensurado é apresentado como uma função da temperatura na Figura 47. O comportamento linear de a_α abaixo da temperatura Ac_1 é atribuído ao efeito da expansão térmica, evidenciando que a precipitação de carbonetos na bainita é desprezível. A redução de a_α observada durante o início da

formação da austenita é possivelmente associada ao desenvolvimento de tensões compressivas, devido a diferenças entre o coeficiente de expansão térmica das fases (146,147). Nota-se que o parâmetro de rede da austenita retida apresenta um desvio da linearidade em torno de 550 °C (indicado pela linha tracejada). Este comportamento pode ser atribuído a redução do teor de carbono em solução sólida devido a formação de cementita (discutida anteriormente). Durante a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$, uma contração significativa de a_γ é relacionada homogeneização de carbono na austenita.

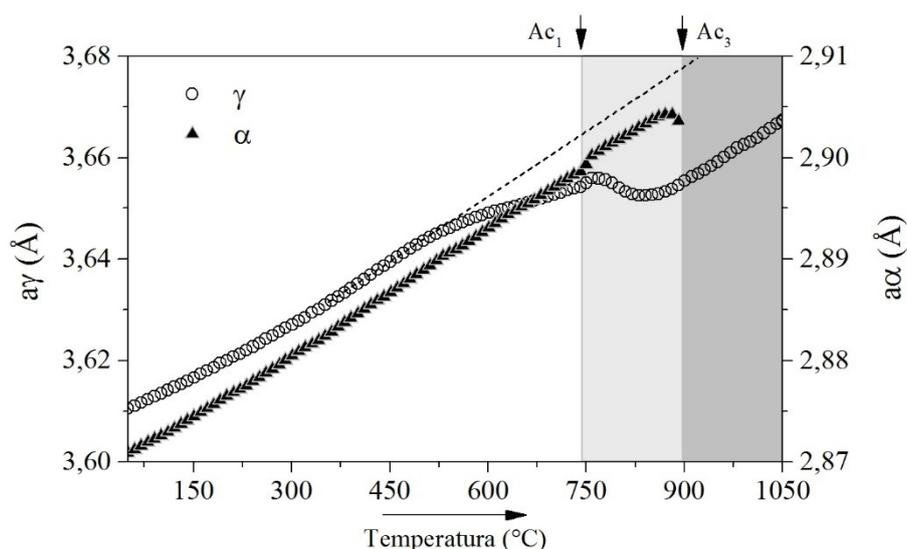


Figura 47. Evolução do parâmetro de rede γ e α , na condição como mensurado, como uma função da temperatura durante a etapa de aquecimento até 1050 °C. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 48 (a) é apresentado a variação do parâmetro de rede da austenita (a_γ) sem o efeito da expansão térmica. É possível observar claramente que a redução de a_γ , devido a formação da cementita, é bastante significativa. Por outro lado, a concentração de carbono (Figura 48 (b)), abaixo de Ac_1 , permanece relativamente alta, indicando que o carbono da austenita retida não é completamente consumido pela formação de cementita. No detalhe ampliado da Figura 48 (a), nota-se que a_γ sofre uma expansão abrupta durante o início da transformação $\alpha \rightarrow \gamma$, semelhante ao comportamento observado na curva de dilatométrica (ver novamente Figura 46 (b)). Assim, é possível concluir que a expansão macroscópica observada na curva $\Delta L/l_0$, durante a formação da austenita, é diretamente relacionada a uma mudança no volume específico da austenita retida.

É sabido que a nucleação da austenita se inicia nas interfaces de ferrita/cementita (148), de forma relativamente rápida e controlada por difusão de carbono (149). Dessa forma, uma vez que a

precipitação de cementita foi observada indiretamente nos filmes de austenita retida, a difusão de carbono oriundo da formação da austenita tende a ocorrer em direção as interfaces de austenita retida, conseqüentemente, acarretando no aumento do teor de carbono da austenita pré-existente. Essa interpretação é consistente com os resultados experimentais observados na Figura 46 (b), onde o início da expansão macroscópica do corpo de prova coincide com o início da formação da austenita. Além disso, a dissolução de carbonetos, formados durante o aquecimento, pode levar a um aumento no teor de carbono da austenita pré-existente, contribuindo para a expansão macroscópica da amostra enquanto a austenita é formada na microestrutura. Isso é corroborado pelo fato de que a contração macroscópica da amostra se inicia quando a cementita é completamente dissolvida (mostrado anteriormente na Figura 46 (b)). Conforme a temperatura aumenta, a concentração de carbono na austenita é reduzida, estabilizando em um patamar próximo à composição química nominal da liga (Figura 48 (b)).

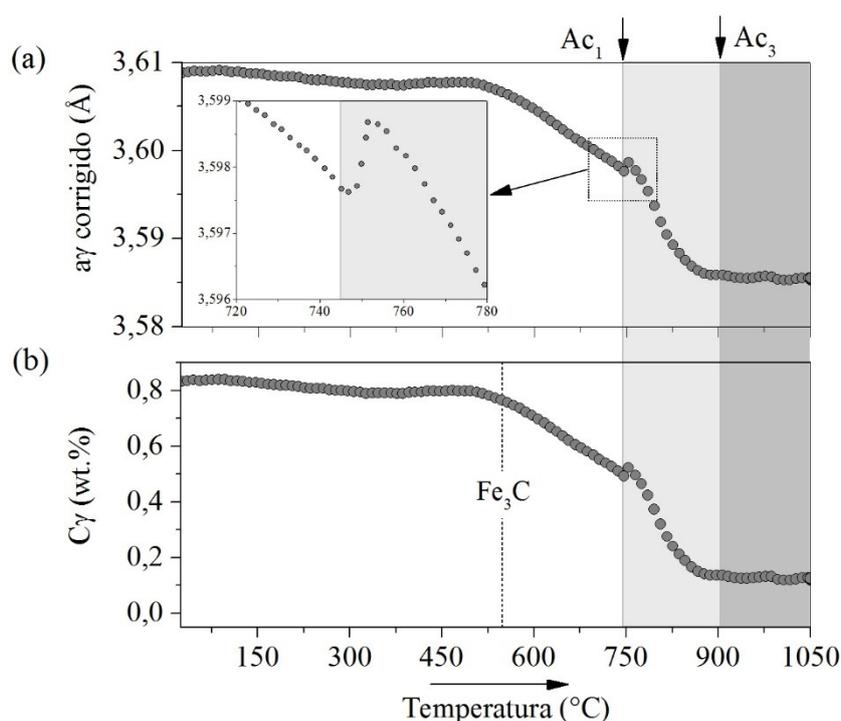


Figura 48. (a) Evolução do parâmetro de rede da austenita (a_{γ}) sem o efeito da expansão térmica. A região ampliada em (a) mostra a expansão abrupta de a_{γ} (austenita retida) durante a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$. (b) evolução do teor de carbono em solução sólida na austenita baseado no parâmetro de rede. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. A linha pontilhada vertical em (b) indica a temperatura na qual a formação de cementita é detectada qualitativamente nos padrões de difração. Fonte: Elaborado pelo autor.

A evolução do FWHM das reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$ durante a etapa de aquecimento é apresentada na Figura 49. Percebe-se que o FWHM dos picos não varia de forma significativa na faixa de 25 °C até aproximadamente 450 °C. Contudo, acima de 465 °C, alterações microestruturais são indiretamente evidenciadas pela redução do FWHM $\{220\}$. Essas mudanças são possivelmente associadas a uma redução na densidade de defeitos na austenita retida. Essa redução de defeitos somente é observada acima de 510 °C na reflexão $\{211\}$, demonstrando a estabilidade térmica da bainita em relação a austenita retida. É interessante observar que a redução do FWHM da austenita precede a formação de cementita. Esta sequência de eventos metalúrgicos é consistente com os resultados apresentados na referência (144). De acordo com estes autores, a precipitação de cementita ocorre durante o aquecimento de aços bainíticos quando os defeitos presentes na austenita retida enriquecida de carbono são aniquilados. Também pode ser observado na Figura 49 que, durante a formação da austenita, o FWHM $\{220\}$ diminui até atingir um patamar de estabilidade, indicando a completa homogeneização de carbono na microestrutura, como será discutido no próximo parágrafo.

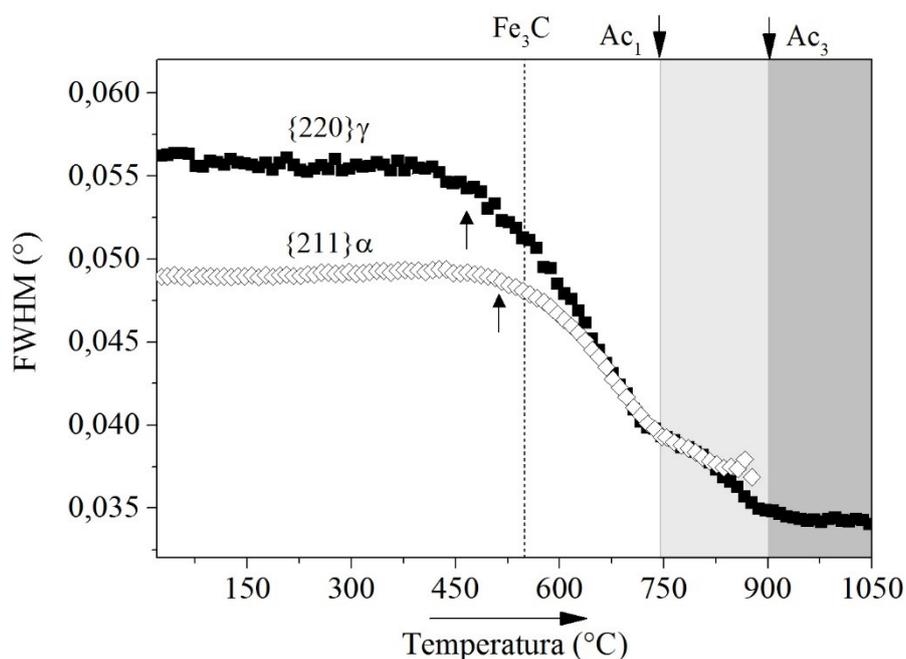


Figura 49. Evolução do FWHM das reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$ durante a etapa de aquecimento até 1050 °C. A linha pontilhada vertical indica a temperatura na qual a formação de cementita é detectada qualitativamente nos padrões de difração. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 50 apresentada a evolução da fração volumétrica (f_γ), teor de carbono (C_γ) e FWHM da austenita durante o aquecimento entre a temperatura Ac_1 e Ac_3 . Percebe-se que a medida que a austenita é formada, o teor de carbono em solução sólida é reduzido. Além disso, o comportamento do FWHM da reflexão $\{220\}$ é similar aquele observado para o teor de carbono na austenita. De acordo com a referência (147), a diminuição do FWHM dos picos de austenita durante a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$ é associada principalmente a homogeneização do teor de carbono nesta fase, uma vez que durante esta transformação, o efeito das tensões residuais pode ser considerado como desprezível. O FWHM do pico de difração da austenita é, portanto, máximo no início da transformação devido a uma heterogeneidade química máxima. Assim, é possível concluir que o comportamento do FWHM da reflexão $\{220\}$ durante a austenitização é associado a redução dos gradientes de carbono ao longo da microestrutura.

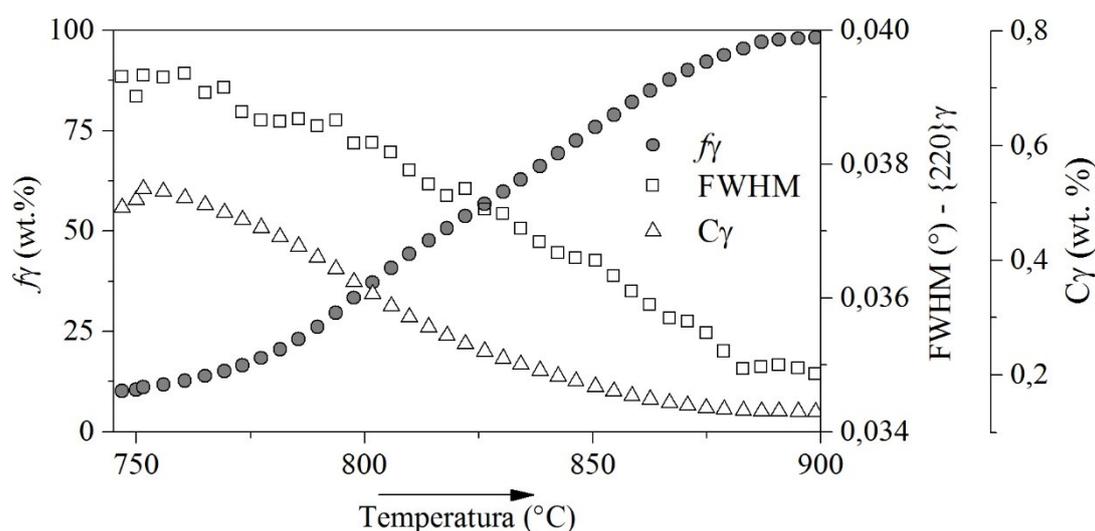


Figura 50. Evolução da fração volumétrica de austenita (f_γ) com o respectivo teor de carbono em solução (C_γ) e FWHM do pico de difração $\{220\}$ durante a formação da austenita. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.3 Formação da austenita: comparação da cinética obtida por difração síncrotron e dilatometria

A Figura 51 apresenta a variação de comprimento relativo do corpo de prova ($\Delta L/l_0$) registrado pelo dilatômetro durante a etapa de aquecimento. No eixo y secundário é apresentado a variação de volume específico total ($\Delta V/V_0$) determinado pelos dados de difração. Na faixa de temperatura de 25

até 750 °C, a curva de dilatométrica apresenta uma boa concordância com os dados de difração. No detalhe da Figura 51 é mostrado o início da transformação $\alpha \rightarrow \gamma$, onde é possível identificar uma rápida expansão associada a formação da austenita, como discutido anteriormente. Esta expansão segue uma tendência similar entre $\Delta L/l_0$ e $\Delta V/V_0$, porém com magnitudes ligeiramente diferentes. Nota-se que $\Delta V/V_0$ apresenta uma contração macroscópica mais pronunciada, possivelmente explicada devido ao menor gradiente de temperatura no volume relativamente pequeno analisado por difração, em comparação ao volume investigado por dilatométrica.

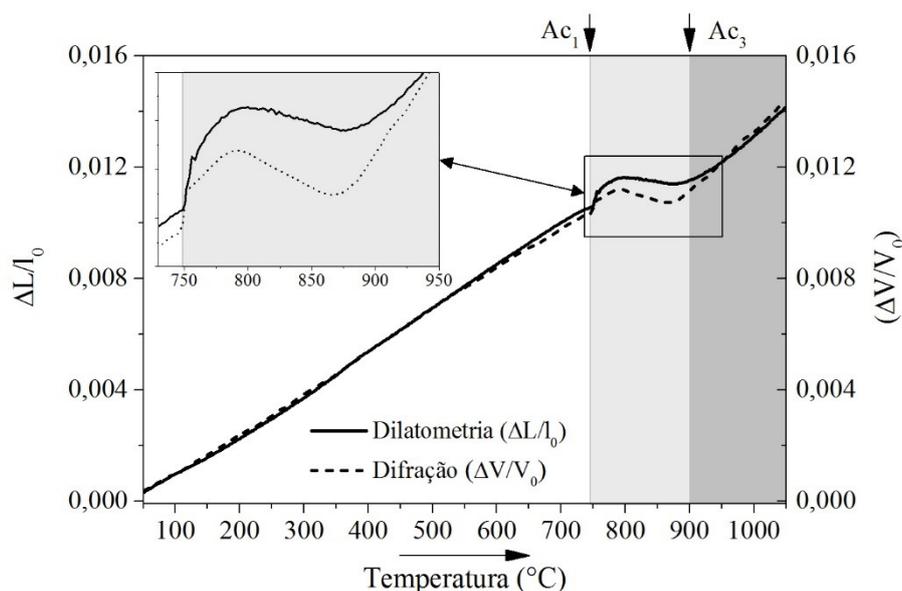


Figura 51. Variação do comprimento relativo ($\Delta L/l_0$) obtido por dilatométrica como uma função da temperatura durante o aquecimento da amostra. O eixo y secundário do gráfico apresenta a variação do volume específico total ($\Delta V/V_0$) calculado com base nos dados de difração. O detalhe ampliado na figura mostra a etapa de formação da austenita. As temperaturas críticas Ac_1 e Ac_3 são indicadas na figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 52 (a) é apresentada a evolução da fração transformada de austenita como uma função da temperatura durante a etapa de austenitização da amostra. A fração de austenita foi estimada a partir das curvas de dilatométrica utilizando a regra de alavanca, e comparada à fração transformada determinada a partir dos dados de difração síncrotron (wt.%). Comparando apenas os resultados de dilatométrica (expansão linear e não-linear), conclui-se que a expansão não-linear das fases leva a uma cinética de formação da austenita ligeiramente mais lenta.

A cinética de formação da austenita obtida pela conversão da curva de dilatométrica é similar a obtida por difração síncrotron. Entretanto, a faixa de temperatura na qual a transformação ocorre é

significativamente maior no volume analisado por dilatometria. Normalmente, a dilatometria detecta a contração da amostra após um volume mínimo transformado, enquanto a configuração experimental de difração síncrotron apresenta uma maior sensibilidade a transformação de fase (tipicamente abaixo de 1% em refinamentos Rietveld) (119). Contudo, não parece ser razoável associar a resolução das técnicas às diferenças obtidas na fração transformada de austenita, que em uma dada temperatura podem chegar até 32%.

A cinética de formação da austenita é mais lenta no volume investigado por dilatometria, devido à expansão do parâmetro de rede da austenita retida durante a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$, discutida anteriormente na Figura 48 (a). Essa dilatação promove um aparente atraso na contração macroscópica da amostra, que, por sua vez, somente é detectada pela dilatometria quando uma fração significativa de austenita já foi formada durante a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$. Isso explica a mudança sistemática na curva de fração transformada obtida por dilatometria para maiores temperaturas. De fato, a primeira variação significativa na curva $\Delta L/l_0$ é detectada a aproximadamente 749 °C (ver novamente Figura 42 (b)), apenas 4 °C abaixo da temperatura Ac_1 sugerida pelos dados de difração, sendo esta diferença entre técnicas experimentais também reportada por Esin (119) durante o aquecimento de microestruturas bainíticas, empregando a mesma configuração experimental de dilatometria/difração deste trabalho.

Na Figura 52 (b) é possível perceber que a cinética global de formação da austenita é comparável quando a curva de fração transformada é deslocada sobre o eixo das abscissas de forma a coincidir com a temperatura de 749 °C (Ac_1). A máxima diferença entre os dados experimentais é de aproximadamente 10% (contração térmica linear). Esse percentual é possivelmente atribuído a presença de gradientes de temperatura na seção longitudinal da amostra, ou seja, as faces do corpo de prova (em contato com as placas do dilatômetro) experimentam temperaturas menores do que centro (onde o termopar é posicionado). Esse gradiente produz um atraso na transformação, considerando que o volume analisado pela dilatometria está, em um determinado momento, a uma temperatura inferior à do centro da amostra (119). De fato, gradientes de temperatura têm sido verificados experimentalmente no dilatômetro empregado nesta investigação (150), especialmente em altas temperaturas. Além disso, a presença de heterogeneidades químicas na microestrutura (microsegregações de Mn, C ou Cr) pode causar variações na cinética global em relação ao volume relativamente pequeno investigado por difração.

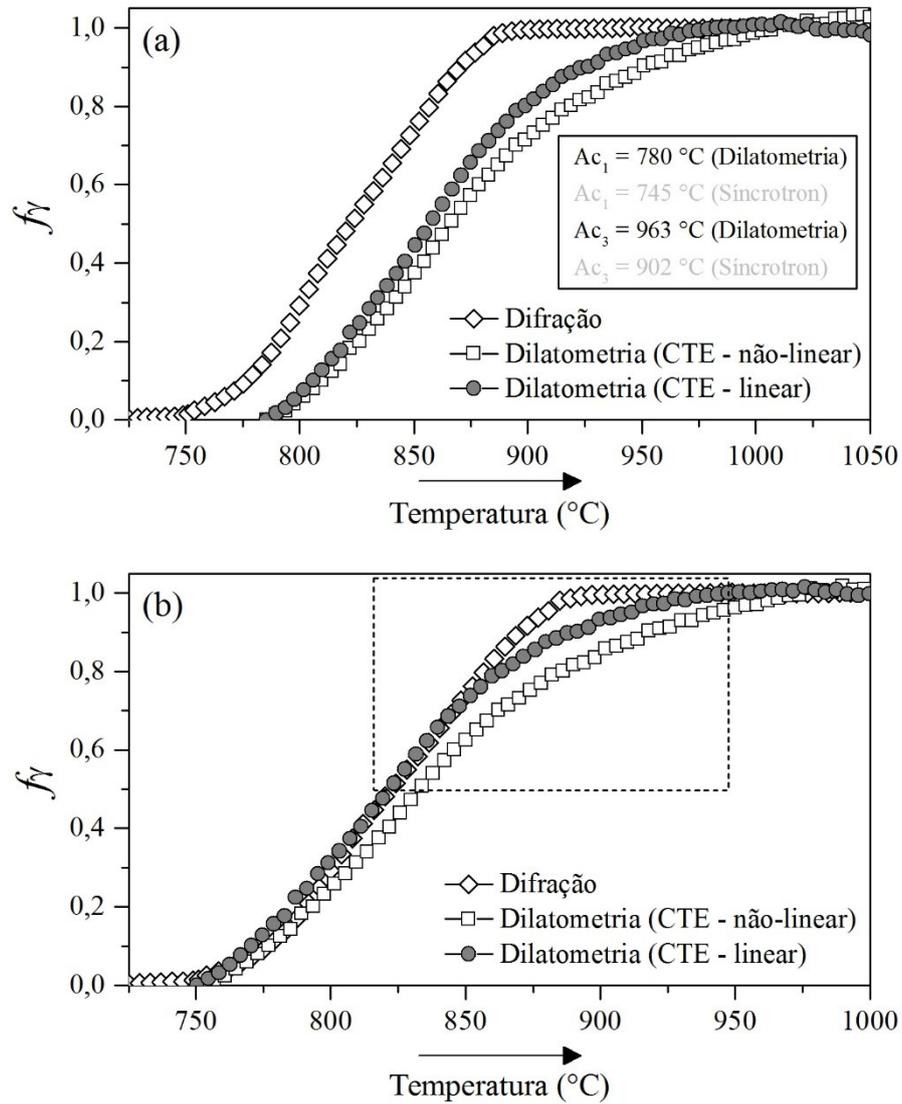


Figura 52. (a) Comparação da fração transformada de austenita (f_γ) durante a etapa de austenitização determinada com base nos padrões de difração síncrotron e pela curva de dilatometria. (b) curvas de dilatometria deslocadas em relação ao eixo das abscissas de forma a coincidir com a temperatura de 749 $^\circ\text{C}$ (A_{c_1}). A região delimitada pelo retângulo pontilhado em (b) indica a discrepância entre os dados experimentais. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.4 Conclusões parciais

Nesta seção, a evolução microestrutural, durante o aquecimento contínuo e formação da austenita em uma microestrutura constituída por bainita e austenita retida, foi monitorada por medições de dilatométrica e difração de raios-X síncrotron de alta energia. De acordo com as evidências experimentais obtidas, as seguintes conclusões são apresentadas:

- A sequência das principais transformações metalúrgicas identificadas durante a etapa de aquecimento são:
25 – 465 °C: microestrutura praticamente inalterada;
465 – 800 °C: aniquilação dos defeitos cristalinos na austenita e bainita, respectivamente, acompanhada pela formação de cementita à 550 °C na austenita retida;
800 – 1050 °C: Ocorrência simultânea da dissolução de carbonetos e formação da austenita, seguida pela homogeneização de carbono na microestrutura.
- A redução do parâmetro de rede da austenita acima de 550 °C é associada precipitação de cementita, que por sua vez, ocorre devido a aniquilação dos defeitos cristalinos na austenita retida. Essa precipitação causa uma ligeira contração macroscópica no comprimento da amostra abaixo da temperatura A_{c1} , como previsto pela literatura;
- Uma expansão macroscópica é observada durante os primeiros instantes da austenitização. Esse comportamento é possivelmente associado a um aumento no teor de carbono da austenita retida.
- A superposição dos fenômenos de expansão e contração macroscópica do corpo de prova, durante a formação da austenita, dificulta a interpretação da temperatura A_{c1} com base na curva de variação de comprimento relativo;
- A cinética de formação da austenita apresenta uma boa concordância geral entre as técnicas de difração (análise local) e dilatométrica (análise global). A faixa de temperatura na qual a transformação ocorre é significativamente maior no volume analisado por dilatométrica;
- Assumindo como referência os resultados de difração síncrotron, a fração transformada de austenita, calculada pela regra da alavanca, é melhor descrita pela expansão térmica linear das estruturas.

4.2 EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DURANTE O RESFRIAMENTO CONTÍNUO

4.2.1 Processamento termomecânico

Na Figura 53 são apresentadas as rotas de processamento termomecânico desenvolvidas para o estudo comparativo da cinética de transformação de fase obtida por dilatometria e difração. As amostras foram aquecidas a 10 °C/s até a temperatura de 1050 °C , sendo mantidas por 120 segundos neste patamar de temperatura. Os gráficos temperatura-tempo (Figura 53) simulam operações de forjamento (compressão uniaxial isotérmica, com redução de 40% do comprimento da amostra), seguida pelo resfriamento rápido (10 °C/s) ou lento (1 °C/s) até 550 °C . A taxa de resfriamento durante a reação bainítica foi de $0,5\text{ °C/s}$ em todas as condições experimentais. Para facilitar a explicação dos resultados, os tratamentos serão identificados pelos códigos mostrados na Figura 53. Na Figura 53 (a-c, e), a taxa de resfriamento de 10 °C/s foi empregada a partir da temperatura de deformação até 550 °C , para suprimir a formação de ferrita proeutetóide. De maneira contrária, o tratamento mostrado na Figura 53 (d) foi desenvolvido para avaliar o impacto combinado da deformação e, conseqüente, transformação estática da ferrita sobre a reação bainítica por resfriamento contínuo.

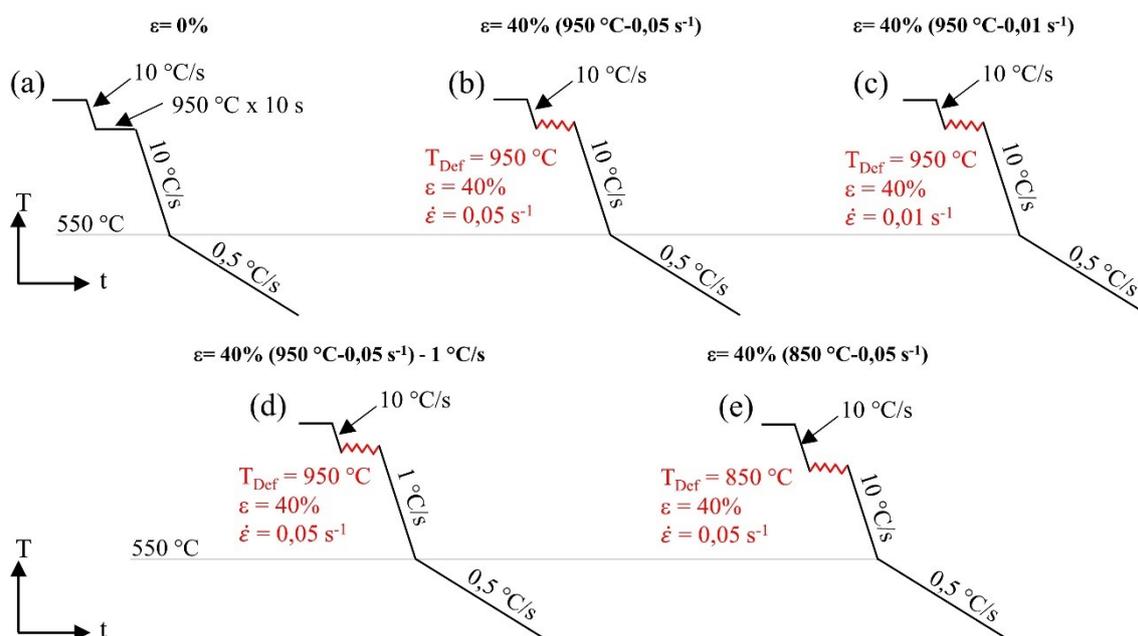


Figura 53. Representação esquemática dos tratamentos termomecânicos realizados no dilatômetro: (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C}-0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s ; (e) $\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$). T_{Def} , ε e $\dot{\varepsilon}$, representam, respectivamente, temperatura de deformação, redução e taxa de deformação. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.2 Etapa de deformação da austenita

As curvas σ - ε (tensão-deformação verdadeira) durante a deformação em 950 e 850 °C são apresentadas na Figura 54. Observa-se que a redução da temperatura de deformação eleva a tensão máxima atingida durante a deformação plástica, enquanto que a redução da taxa de deformação ($\dot{\varepsilon}$), considerando um mesmo patamar de temperatura, diminui a máxima tensão. O perfil estável da curva σ - ε a 850 °C é associado ao mecanismo de recuperação dinâmica. Por outro lado, quando a deformação é conduzida em 950 °C ($\dot{\varepsilon}= 0,05 \text{ s}^{-1}$ e $0,01 \text{ s}^{-1}$), é possível identificar um pico na curva σ - ε , seguido por uma ligeira redução nos valores de tensão. Esse comportamento é característico da ocorrência de recristalização dinâmica (151–153).

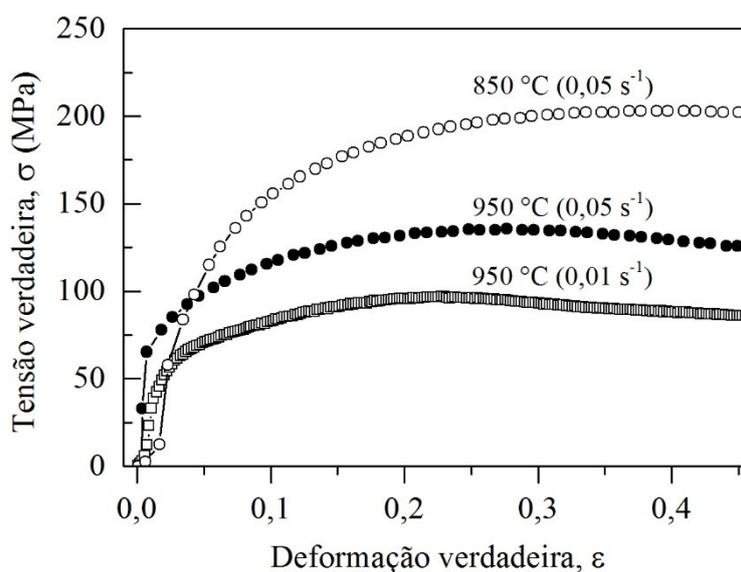


Figura 54. Curvas tensão-deformação verdadeira de acordo com a temperatura de deformação e taxa de deformação empregadas. Curvas obtidas a partir dos sinais de força e deslocamento registrados pelo dilatômetro. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 55 é apresentada a evolução do FWHM $\{220\}_\gamma$, obtida pela análise dos difratogramas coletados *in situ*, como uma função da deformação verdadeira. Nota-se que os valores do FWHM aumentam continuamente com a deformação macroscópica, sugerindo um alto nível de atividades (discordâncias) no interior dos grãos devido à deformação plástica (154). Embora o FWHM dos picos de difração (Figura 55) e a tensão verdadeira (Figura 54) não sejam parâmetros diretamente comparáveis, é possível perceber, nestas figuras, que a redução da temperatura de deformação e, uma

maior taxa de deformação, resultam em um maior valor de FWHM e tensão máxima. A relativa similaridade entre o comportamento do FWHM e da tensão verdadeira pode estar associada a criação e multiplicação de discordâncias na austenita (fenômeno que impacta diretamente o FWHM), e a consequente resistência à deformação plástica induzida por uma maior densidade de discordâncias, consequentemente aumentando a tensão necessária para a deformação plástica.

Nas condições experimentais com deformação a 950 °C ($\dot{\epsilon} = 0,05 \text{ s}^{-1}$ e $0,01 \text{ s}^{-1}$), onde algum grau de recristalização é esperado, o FWHM aumenta continuamente, sugerindo que as subestruturas resultantes da recristalização promovem um alargamento considerável da reflexão investigada. Além disso, a taxa de alargamento dos picos, para diferentes taxas de deformação, é bastante similar, e não apresentam um pico como observado nas curvas σ - ϵ na Figura 54. Isso possivelmente ocorre devido ao volume analisado por difração, durante a compressão, apresentar gradientes de deformação e temperatura relativamente pequenos, quando comparados ao volume total do corpo de prova.

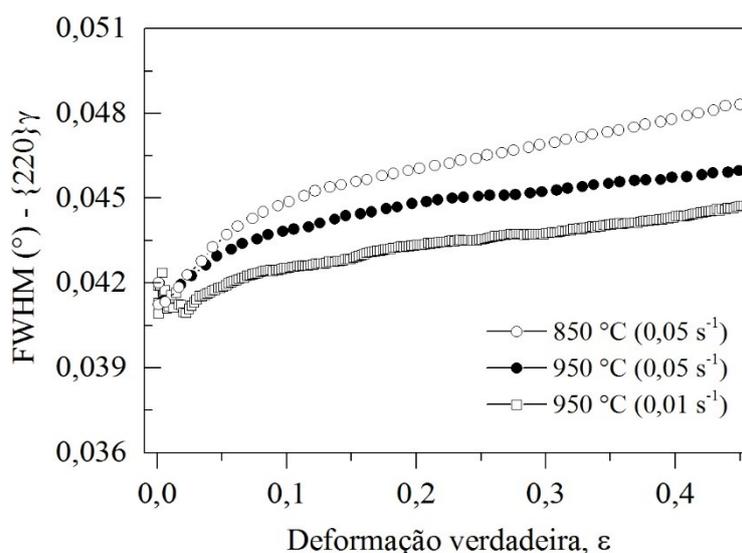


Figura 55. Variação do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$, medido nos padrões de difração síncrotron 1D, como uma função da deformação verdadeira de acordo com as temperaturas e taxas de deformação empregadas. Fonte: Elaborado pelo autor.

De modo a investigar a condição da austenita antes da formação da bainita, uma análise qualitativa dos anéis de difração foi realizada através do seccionamento dos mesmos em 360 partes iguais (segmentos angulares de 1°), sendo as intensidades máximas de cada segmento plotadas em relação ao ângulo azimutal (circunferência do anel de difração). O objetivo da análise proposta não foi estudar a orientação cristalográfica preferencial, mas sim avaliar qualitativamente a condição de

refinamento da austenita antes da formação da bainita. Vale frisar que os anéis de *Debye–Scherrer* carregam diversas informações cristalográficas sobre a microestrutura (155).

Na Figura 56 é apresentada uma compilação de gráficos (intensidade versus ângulo azimutal) obtidos a 550 °C (antes da reação bainítica). Na condição sem deformação (Figura 56 (a)), são observados anéis com distribuição de intensidade relativamente homogênea. Essa característica não é observada nas amostras processadas termomecanicamente, onde a distribuição de intensidade sobre os anéis de difração é concentrada sobre uma determinada faixa de ângulos azimutais, sugerindo a presença de uma textura cristalográfica. Nas amostras deformadas a 950 °C (Figura 56 (b) e (c)), onde a recristalização parcial da microestrutura é esperada, se observa que o aumento na taxa de deformação resulta em anéis de difração relativamente mais homogêneos. Essa característica possivelmente é relacionada à estrutura resultante da deformação (sob baixa taxa de deformação) conter grãos relativamente mais grosseiros do que na condição com maior taxa de deformação. De fato, uma redução na taxa de deformação acelera a recristalização dinâmica, por conseguinte, gerando uma estrutura mais grosseira de grãos (156).

Na condição experimental com deformação a 850 °C (Figura 56 (d)), onde apenas a recuperação dinâmica é esperada durante a deformação, nota-se que a distribuição de intensidades dos anéis é significativamente descontínua e concentrada sobre uma pequena faixa de ângulos azimutais. Nota-se também que largura dos anéis de difração é significativamente maior, devido a maior densidade de discordâncias introduzida pela deformação plástica em temperaturas relativamente baixas.

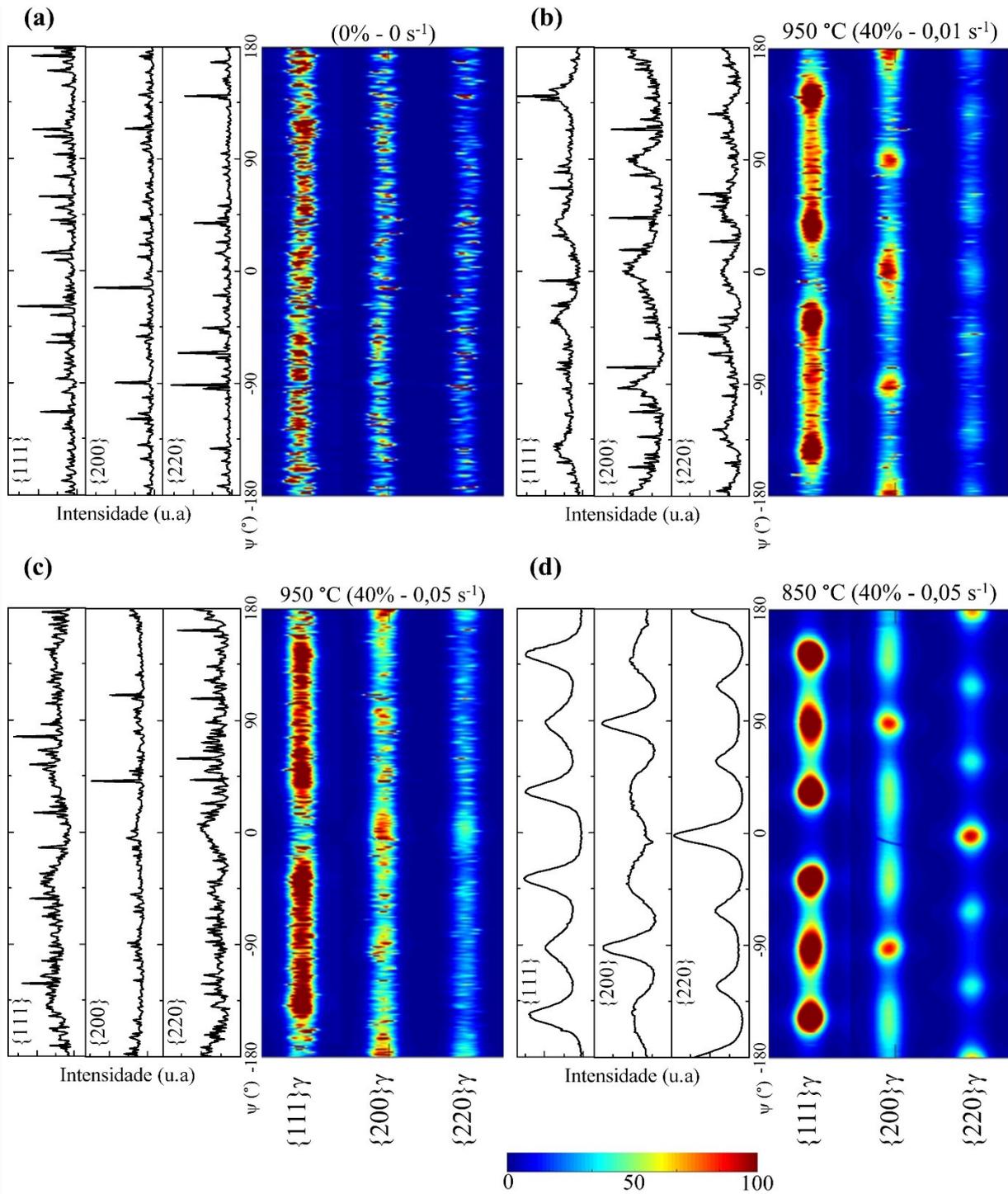


Figura 56. Representação 2D dos anéis de difração $\{111\}\gamma$, $\{200\}\gamma$ e $\{220\}\gamma$ adquiridos a $550\text{ }^\circ\text{C}$ (após a etapa de deformação). O gráfico 1D, associado a cada mapa 2D, apresenta a distribuição de intensidades máximas sobre o ângulo azimutal (ψ). (a) $\epsilon = 0\%$; (b) $\epsilon = 40\%$ ($950\text{ }^\circ\text{C}$ - $0,01\text{ s}^{-1}$); (c) $\epsilon = 40\%$ ($950\text{ }^\circ\text{C}$ - $0,05\text{ s}^{-1}$) e (d) $\epsilon = 40\%$ ($850\text{ }^\circ\text{C}$ - $0,05\text{ s}^{-1}$). O ângulo azimutal de 0° e 90° representa a direção axial e radial, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.3 Cinética das transformações de fase: difração síncrotron *in situ*

A Figura 57 apresenta a evolução da fração volumétrica de fase durante o resfriamento contínuo, com e sem influência da deformação prévia da austenita. Considerando as transformações de fase durante a etapa de resfriamento após a deformação (750-550 °C), observa-se que a ferrita proeutetóide não ocorre quando a amostra é deformada a 950 °C e resfriada a 10 °C/s. Por outro lado, nota-se que após a deformação em 850 °C, uma pequena fração de ferrita estática (~3 wt.%) se forma em aproximadamente 693 °C, durante a etapa de resfriamento (10 °C/s). Isso ocorre devido a deformação em 850 °C produzir uma maior densidade de defeitos cristalinos na austenita, que por sua vez, atuam como sítios de nucleação para ferrita, reduzindo seu tempo de incubação (157). Essa explicação também é válida para a condição experimental $\epsilon=40\%$ (950 °C - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s, sendo que a maior fração de ferrita obtida nesta amostra (16 wt.%) é associada a menor taxa de resfriamento empregada.

Ainda considerando a amostra deformada a 950 °C e resfriada a 1 °C/s, é possível observar que a ferrita proeutetóide se forma a 732 °C até 629 °C, seguido por um período de estagnação que compreende uma faixa de temperatura de aproximadamente 90 °C. Esse fenômeno tem sido reportado na literatura durante o resfriamento contínuo de aços de alta resistência (80), e é explicado pela formação da ferrita em regiões relativamente pobres em Mn. Consequentemente, a transformação avança para regiões da austenita mais enriquecida em Mn, onde a cinética de formação é gradativamente diminuída até sua estagnação. A presença de bandas de segregação na microestrutura inicial das amostras foi discutida anteriormente na seção 3.1 (Figura 29(c)). É bastante provável que estas heterogeneidades persistam na microestrutura após a etapa de aquecimento e austenitização. Assim, o período de estagnação observado na condição $\epsilon=40\%$ (950 °C - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s é possivelmente associado a presença de heterogeneidades químicas na austenita. Após a formação da ferrita na amostra resfriada a 1 °C/s, observa-se que a transformação bainítica é retardada em relação a condição de referência ($\epsilon=0\%$). Isso ocorre devido a reação bainítica ocorrer em regiões relativamente mais enriquecidas de Mn na austenita; devido ao crescimento da ferrita em regiões empobrecidas de Mn. Além disso, a formação de ferrita gera gradientes na concentração de C da austenita adjacente (158,159), uma vez que a precipitação de cementita é fortemente suprimida pela adição de Si na composição química do aço. Desta forma, a alta concentração de elementos gamagênicos, como Mn e C presentes na austenita, tendem a retardar a reação da bainita.

Ainda considerando a Figura 57, é possível observar que a deformação prévia da austenita leva a um ligeiro atraso na transformação bainítica em relação a condição $\varepsilon = 0\%$. Esse efeito se torna mais pronunciado para uma menor temperatura de deformação. Na amostra deformada a 850 °C, o atraso na transformação não pode ser associado à formação de uma pequena fração de ferrita proeutetóide (≈ 3 wt.%) durante o resfriamento de 10 °C/s até 550 °C. Na referência (159) é reportado que uma pequena fração de ferrita ($< 5\%$) tende a acelerar a taxa de transformação da bainita, uma vez que as interfaces de ferrita atuam como sítios adicionais para nucleação da bainita. Assim, o atraso na transformação bainítica devido a deformação em 850 °C é possivelmente associado a estabilização mecânica da austenita (29,160). É observado em todas as condições experimentais, um período de estagnação da reação bainítica após 300 °C, sendo este fenômeno comumente denominado na literatura como “estase”.

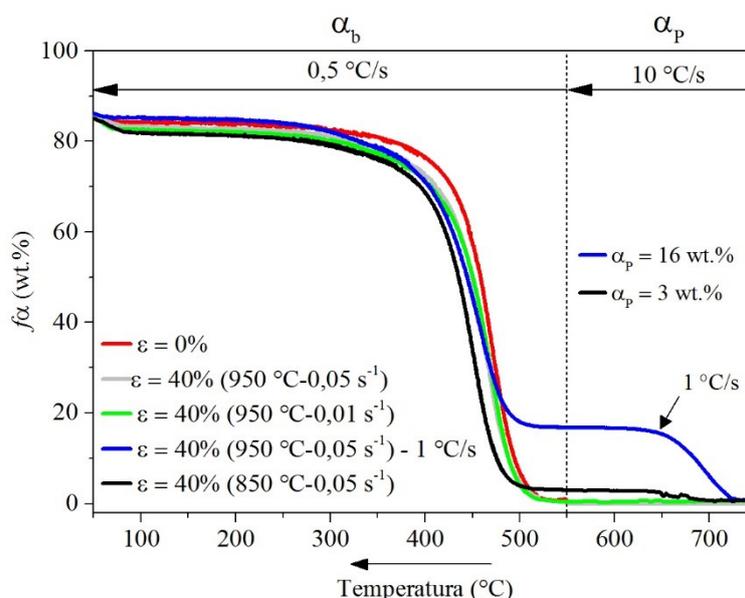


Figura 57. Evolução da fração volumétrica de fase como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo. A linha pontilhada vertical representa a transição na taxa de resfriamento de 10 ou 1 °C/s para 0,5 °C/s. α_b e α_p representam ferrita bainítica e ferrita proeutetóide, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 58 (a) apresenta a evolução da fração volumétrica de bainita em função do tempo, onde $t = 0$ s representa a primeira medição diferente de zero para uma dada temperatura em cada condição experimental. A reação bainítica durante o resfriamento contínuo apresenta um pequeno período de incubação, onde a fração volumétrica de bainita não evolui significativamente com o tempo. Nas amostras previamente deformadas, este período de incubação é aumentado tanto pela

redução da temperatura de deformação, quanto pela formação prévia de ferrita proeutetóide ($\alpha_p = 16$ wt.%). O período de incubação é comumente reportado em diversos estudos sobre a transformação bainítica isotérmica (11,161–163), os quais sugerem que a deformação prévia da austenita reduz este período. Entretanto, deve ser notado que os resultados experimentais da maioria dos estudos referidos são baseados em tratamentos com deformação em temperaturas relativamente baixas (< 600 °C), aplicados em aços de alto carbono. Para o presente caso, o maior período de incubação observado na amostra deformada em 850 °C, pode estar relacionado ao efeito mais pronunciado da estabilização mecânica, uma vez que a redução da temperatura de deformação aumenta a densidade de discordâncias na austenita (162). Na amostra $\epsilon = 40\%$ (950 °C - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s, o tempo de incubação é possivelmente relacionado a presença de ferrita prévia na microestrutura (16 wt.%), o que torna os contornos de grão da austenita ineficazes para a nucleação da bainita, mesmo quando a austenita é previamente deformada a 950 °C.

Na Figura 58 (b) nota-se que a taxa de transformação da bainita apresenta um único pico ($(df\alpha_b/dt)_{\text{máx}}$) em todas as condições experimentais. O valor deste pico diminui devido a deformação prévia da austenita, sendo $(df\alpha_b/dt)_{\text{máx}}$ deslocado para maiores tempos quando a temperatura de deformação é reduzida de 950 °C para 850 °C. A formação de ferrita prévia (16 wt.%) claramente retarda cinética da transformação bainítica, sendo esta tendência similar à obtida na referência (91).

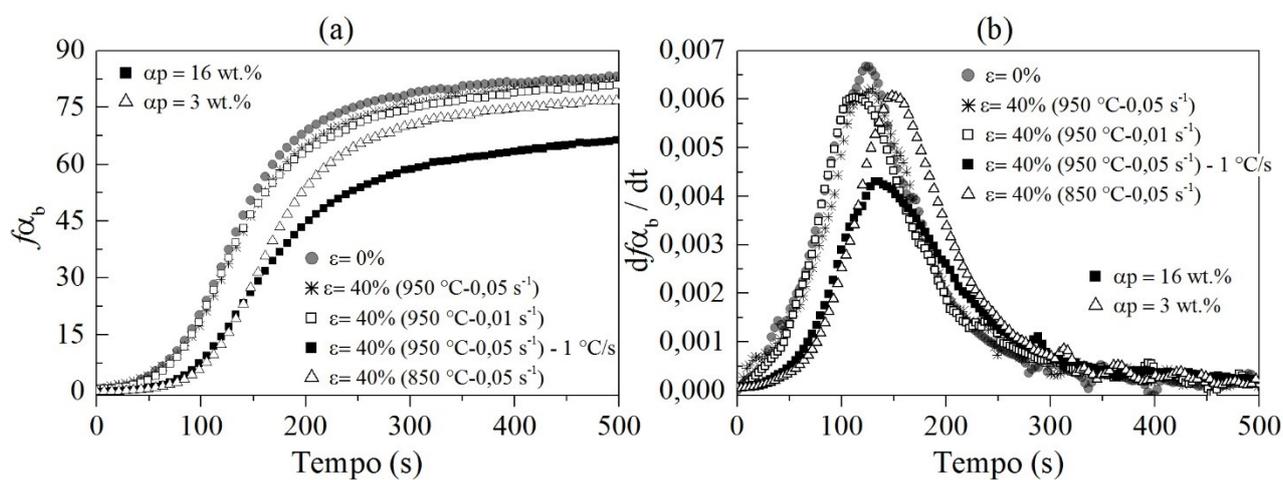


Figura 58. Evolução da fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) em (a) e sua correspondente taxa de transformação em (b) como uma função do tempo durante o resfriamento contínuo. O tempo $t = 0$ indica o início da transformação de fase (primeira medição diferente de zero). α_b e α_p representam ferrita bainítica e ferrita proeutetóide, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor.

A taxa de formação da bainita (df_{α_b}/dt) em função de sua fração volumétrica é apresentada na Figura 59. Esta figura pode ser interpretada como a taxa na qual os sítios de nucleação dentro de um volume unitário de austenita podem contribuir para a taxa de nucleação geral (34,164). De forma geral, é observado que df_{α_b}/dt aumenta conforme f_{α_b} aumenta, até um valor de pico. Após isso, a taxa de formação da bainita decresce, devido ao grau de enriquecimento de carbono da austenita afetar tanto a energia de ativação para nucleação em contorno de grão, como também a nucleação autocatalítica (34). A máxima taxa de formação da bainita ocorre na condição $\varepsilon = 0\%$, onde o pico é atingido para um volume de bainita ligeiramente maior quando comparado com as demais condições experimentais com deformação.

Na Figura 59 também é observado que a presença de ferrita prévia (16 wt.%) diminui pronunciadamente df_{α_b}/dt em relação as demais condições com deformação prévia da austenita. Este efeito é possivelmente relacionado ao gradiente químico esperado entre as interfaces γ/α_p (ver desenho esquemático na Figura 60 (c)), consequentemente aumentando a energia de ativação local para o subsequente aumento da formação de bainita nestas interfaces. Além disso, a presença de interfaces γ/α_p é ineficaz para a nucleação de ferrita bainítica (165). Quando a fração de ferrita é relativamente pequena (≈ 3 wt.% na condição $\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$)), tanto o gradiente químico quanto a modificação de interface da austenita não são significativas para reduzir de forma acentuada a taxa de formação da bainita.

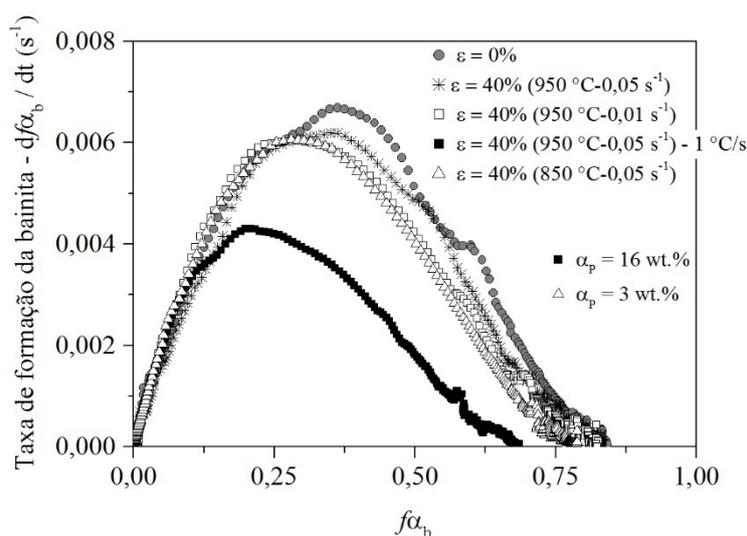


Figura 59. Taxa de formação da ferrita bainítica (df_{α_b}/dt) como uma função de sua fração volumétrica (f_{α_b}). A fração volumétrica de ferrita proeutetóide (α_p) é indicada para as condições experimentais $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s e $\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$). Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma maior densidade de sítios de nucleação para bainita, na austenita deformada, pode estar relacionada a ligeira redução na taxa de formação da bainita nas amostras processadas termomecanicamente. Essa maior densidade de sítios pode modificar tanto as interfaces de nucleação como também a química das mesmas. Essa explicação é fundamentada com base nas seguintes considerações:

- A medida que a reação bainítica avança, é esperado que densidade de nucleação por unidade de volume em determinado tempo seja maior nos grãos da austenita previamente deformada. Contudo, cada núcleo se transforma em um volume menor devido a estabilização mecânica da interface, de maneira que a espessura das placas de bainita se torna mais fina (160) (comparar os desenhos esquemáticos nas Figura 60 (a) e Figura 60 (b)). Assim, a taxa de transformação tende a ser menor na austenita com deformação prévia.
- A nucleação mais homogênea das placas de bainita dentro dos grãos pode dificultar o mecanismo de nucleação da bainita por autocatálise (157). Além disso, uma maior densidade de nucleação também afeta os campos de difusão de carbono adjacentes as placas de bainita, sendo estes campos mais propensos a sobreposição (comparar os desenhos esquemáticos nas Figura 60 (a) e Figura 60 (b)), mantendo a concentração de carbono mais alta do que o nível ideal para permitir que os sítios de nucleação sejam eficientes (82). Esta maior concentração local de carbono, pode resultar em uma maior energia de ativação para nucleação autocatalítica da bainita, a medida que a fração de bainita aumenta (34), uma vez que o processo de nucleação depende tanto da química como das características morfológicas da interface na qual a bainita nucleia.
- A repartição do grão austenítico decorrente de uma alta densidade de sítios para nucleação de bainita, pode resultar em regiões de austenita com alto grau de refinamento. Este efeito, de acordo com a referência (27), pode reduzir a habilidade de acomodação plástica da bainita na austenita devido à restrição geométrica (indicado pelo símbolo * nas Figuras 60 (a-c)), conseqüentemente, podendo afetar a taxa de formação da bainita em estágios intermediários da transformação.

Assim, a redução na taxa de formação da bainita, observada nas amostras deformadas (Figura 59 - matriz 100% austenítica), possivelmente é relacionada a modificação das interfaces e da química das mesmas, devido ao aumento da densidade de sítios de nucleação para bainita.

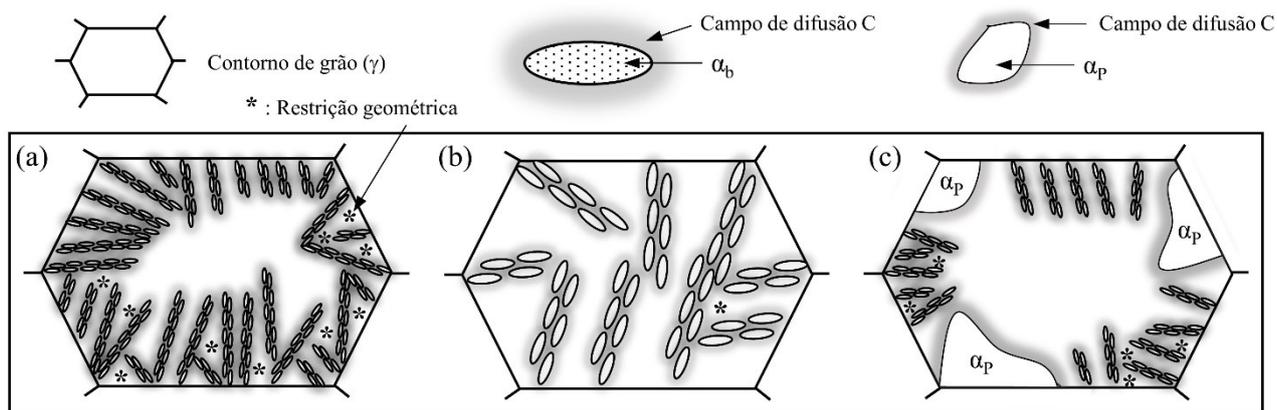


Figura 60. Representação esquemática da densidade de nucleação da ferrita bainítica (α_b) em um grão de austenita: (a) com deformação prévia da austenita; (b) sem deformação da austenita; e (c) com deformação prévia da austenita e subsequente formação substancial de ferrita proeutetóide (α_p). Os campos de difusão do carbono nas interfaces γ/α_b e γ/α_p são representados por contornos sombreados (tons de cinza mais escuro). Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.4 Evolução do parâmetro de rede da austenita

Na Figura 61 (a) é apresentado a evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ -como mensurado) durante o resfriamento contínuo. Nota-se que a_γ apresenta um comportamento linear durante a etapa de resfriamento rápido ($10\text{ }^\circ\text{C/s}$). Por outro lado, na Figura 61 (b), observa-se na condição $\varepsilon=40\%(950\text{ }^\circ\text{C}-0,05\text{ s}^{-1})-1\text{ }^\circ\text{C/s}$ um desvio da linearidade de a_γ dentro da região de transformação $\gamma\rightarrow\alpha_p$ ($\approx 732\text{ }^\circ\text{C}$ a $629\text{ }^\circ\text{C}$). Esse comportamento reflete uma mudança na composição química da austenita, associada à rejeição de carbono promovida pela formação significativa de ferrita proeutetóide. Resultados similares são reportados na referência (166), empregando experimentos de difração de nêutrons *in situ*. Durante o resfriamento na faixa de $500\text{-}300\text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 61 (a)), percebe-se um desvio significativo na linearidade de a_γ , em todas as condições experimentais. Essa expansão no parâmetro de rede é relacionada à formação da ferrita bainítica, que durante seu crescimento, promove o particionamento de carbono para austenita residual. Esse comportamento é esperado, uma vez que a precipitação de cementita é eficientemente prevenida pelo teor de Si na composição química do aço empregado. Comparando as condições experimentais mostradas na Figura 61 (a), fica evidente que a expansão de a_γ é mais pronunciada durante a reação bainítica a partir da austenita não deformada. Nota-se também, que a redução da temperatura de deformação diminui a expansão de a_γ , enquanto a combinação de deformação e formação de ferrita (16 wt.%), resulta na maior expansão do parâmetro de rede entre as condições estudadas.

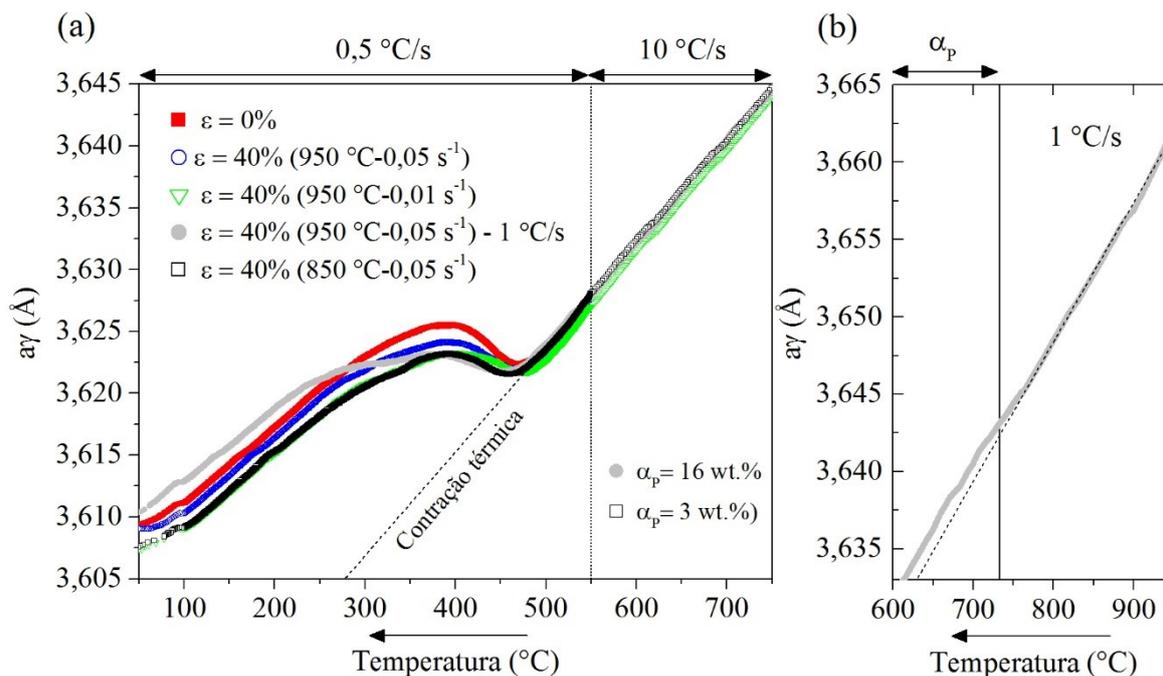


Figura 61. (a) Evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ) na condição como mensurado durante o resfriamento contínuo. (b) Detalhe da evolução de a_γ para a condição $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s , durante o resfriamento de 950 °C até 600 °C . A fração volumétrica de ferrita proeutetóide (α_p) é indicada em (a) para as condições experimentais $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s e $\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ °C} - 0,05\text{ s}^{-1}$). Fonte: Elaborado pelo autor.

A variação absoluta do parâmetro de rede da austenita, corrigido de acordo com a expansão térmica, é apresentado na Figura 62. Nesta condição, a variação de a_γ é principalmente relacionada a uma mudança na composição da austenita. Percebe-se que a expansão absoluta de a_γ , durante a reação bainítica ($500\text{--}300\text{ °C}$), é menor quando a transformação parte da austenita previamente deformada em relação a condição de referência $\varepsilon = 0\%$. É interessante observar que a_γ continua expandindo mesmo quando a reação bainítica atinge o período de estase (indicada pela linha pontilhada na Figura 62), embora essa expansão abaixo de 300 °C ocorra em um passo mais lento do que aquela observada durante a reação bainítica. De fato, a transformação martensítica local, ou seja, em áreas onde a austenita retida possui teor de carbono relativamente baixo, é esperada durante o período de estase da reação bainítica. Durante a transformação martensítica local, a introdução de tensões residuais na austenita adjacente pode resultar em variações no parâmetro a_γ não relacionadas a composição química (130,167). Contudo, a variação de a_γ na Figura 62, após a reação bainítica, é muito expressiva para ser unicamente atribuída ao efeito da tensão residual. De acordo com a referência (168), durante a etapa de resfriamento rápido (100 °C/s , após a reação bainítica), reações

de auto-revenimento podem ocorrer na martensita recém formada em um patamar de temperatura relativamente elevado (por exemplo 214 °C), sendo que essas reações podem levar a segregação de carbono.

No presente caso, assumindo que a transformação local da austenita em martensita ocorre de forma relativamente rápida após a reação bainítica (< 300 °C), a redistribuição de carbono entre a martensita recém formada e a austenita adjacente pode ser possível, o que poderia explicar o aumento de a_γ durante o resfriamento. Essa hipótese é adicionalmente corroborada pelo resfriamento lento (0,5 °C/s), que fornece tempo suficiente para redistribuição de carbono. De fato, tem sido demonstrado que o particionamento de carbono dos constituintes martensíticos (M/A) para a austenita retida pode ocorrer facilmente na faixa de temperatura de 200-300 °C (169). Além disso, o efeito combinado da transformação martensítica e particionamento de carbono pode ocorrer simultaneamente durante o resfriamento contínuo (300-50 °C) com taxas entre 0,05 °C/s e 1 °C/s, em aços de baixo carbono (170). Assim, a expansão observada no parâmetro de rede na austenita durante o resfriamento contínuo é associada a reação bainítica e a transformação martensítica.

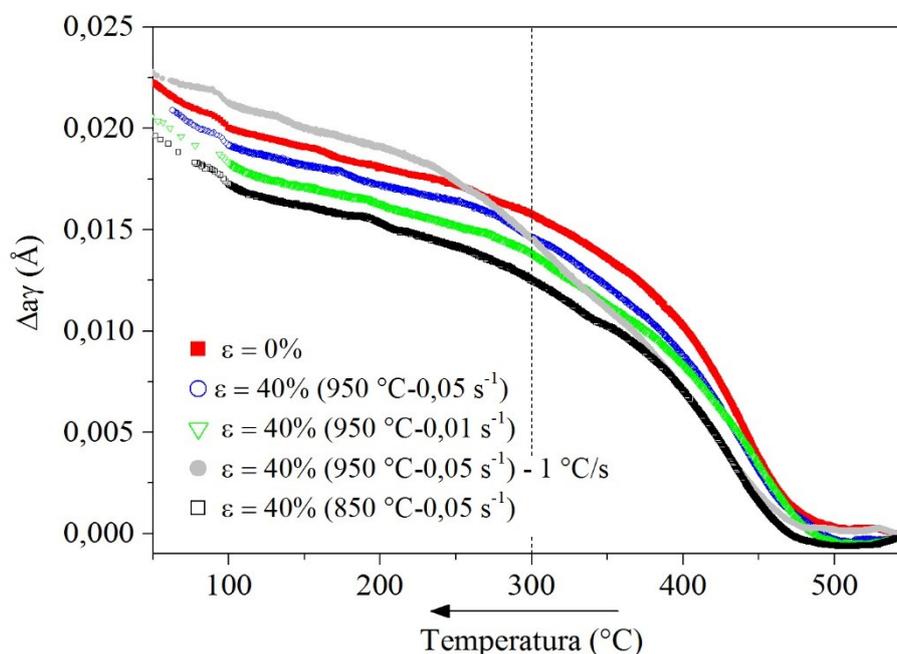


Figura 62. Variação absoluta do parâmetro de rede da austenita (corrigido pela expansão térmica) como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo (0,5 °C/s). A linha vertical pontilhada indica o período de estagnação da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 63 é apresentado a evolução do teor de carbono em solução sólida na austenita (C_γ), baseado no parâmetro de rede desta fase. É interessante notar que a fração volumétrica de fases é muito similar em torno de 300 °C, enquanto o teor de carbono na austenita é significativamente menor nas amostras com deformação prévia, quando comparadas a condição de referência ($\varepsilon = 0\%$). Este efeito se torna mais pronunciado quando a temperatura de deformação é reduzida de 950 °C para 850 °C. Resultados similares são reportados na referência (104) em um aço Fe-0,22C-0,87Si-1,64Mn (wt.%).

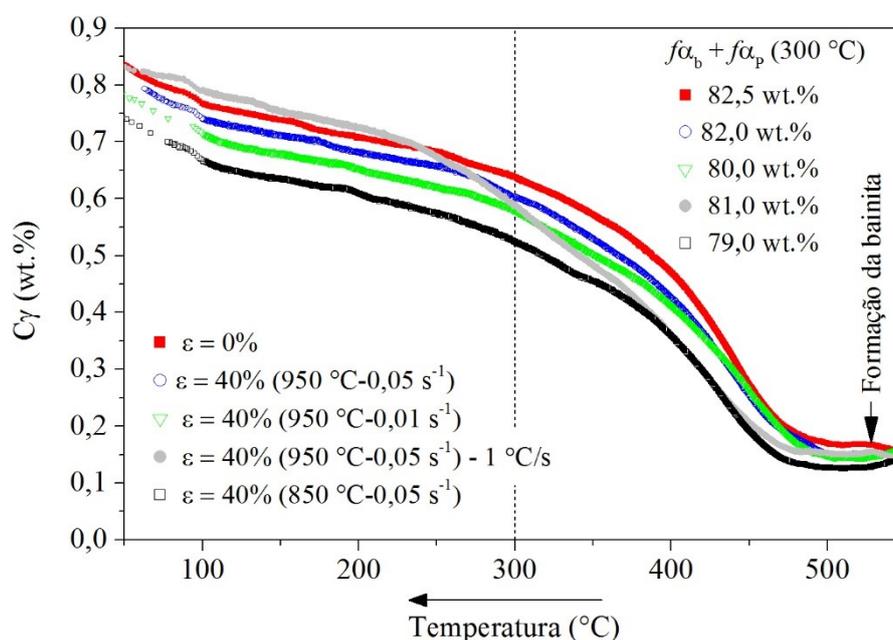


Figura 63. Teor de carbono em solução sólida na austenita como uma função da temperatura. A fração volumétrica de fase é indicada na temperatura de 300 °C, onde a linha pontilhada indica o período de estase da reação bainítica. A seta voltada para baixo indica a temperatura média de início da reação bainítica entre as condições experimentais. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na referência (104) é documentado que a concentração de carbono na austenita diminui com o aumento da quantidade de deformação, devido a parte do carbono ser consumido pela precipitação de cementita. Essa explicação não é razoável para justificar o menor teor de carbono observado nas amostras deformadas (Figura 63), uma vez que o aço estudado nesta pesquisa apresenta uma quantidade de carbonetos desprezível, devido a concentração de silício (1,23 wt.%). Na referência (28) é relatado que a expansão do parâmetro de rede da austenita, durante o estágio de particionamento de carbono (da martensita para austenita), foi menos pronunciada na amostra com

deformação prévia. Contudo, a fração volumétrica de austenita retida foi maior na condição deformada. Para o presente caso, a fração volumétrica final austenita retida ao final do resfriamento é praticamente a mesma (≈ 14 wt.%) em todas as condições experimentais avaliadas.

É documentado na literatura, que regiões com alta densidade de discordâncias tendem a “capturar⁸” átomos de carbono (171–175). Considerando o presente caso, mesmo quando a reação bainítica é desenvolvida na austenita livre de deformação, é esperado que uma parte dos átomos de carbono (particionados da ferrita bainítica) sejam capturados por discordâncias na austenita, como ilustrado de forma esquemática na Figura 64 (a). Por outro lado, quando uma maior densidade de defeitos cristalinos é presente, devido ao processamento termomecânico (Figura 64 (b)), a saturação de carbono em discordâncias tende a aumentar. Neste cenário, o excesso de carbono presente em defeitos pode não contribuir de maneira efetiva para a distorção do reticulado cristalino, uma vez que o defeito já apresenta um campo de deformação (176). Desta forma, apenas o aumento do carbono em solução sólida na austenita levaria à uma expansão em seu parâmetro de rede, podendo assim, ser mensurável por difração de raios-X (177). Em outras palavras, a distorção no parâmetro de rede da austenita, resultante da saturação de átomos de carbono em defeitos cristalinos, é relativamente menor do que a distorção assistida em uma estrutura virtualmente perfeita ou com uma menor densidade de defeitos.

Dessa forma, uma redução da temperatura de deformação e o conseqüente aumento da densidade de discordâncias na austenita teria como conseqüência uma menor expansão de $a\gamma$ durante o enriquecimento de carbono, promovido pela reação bainítica. Essa hipótese é corroborada pelos resultados experimentais observados na Figura 63. Assim, é possível concluir que o processamento termomecânico leva a uma redução do teor de carbono em solução sólida na austenita não transformada, durante a reação bainítica.

⁸ De acordo com a referência (174), a captura de átomos de carbono por discordâncias ocorre devido a redução do potencial químico deste elemento quando presente em defeitos.

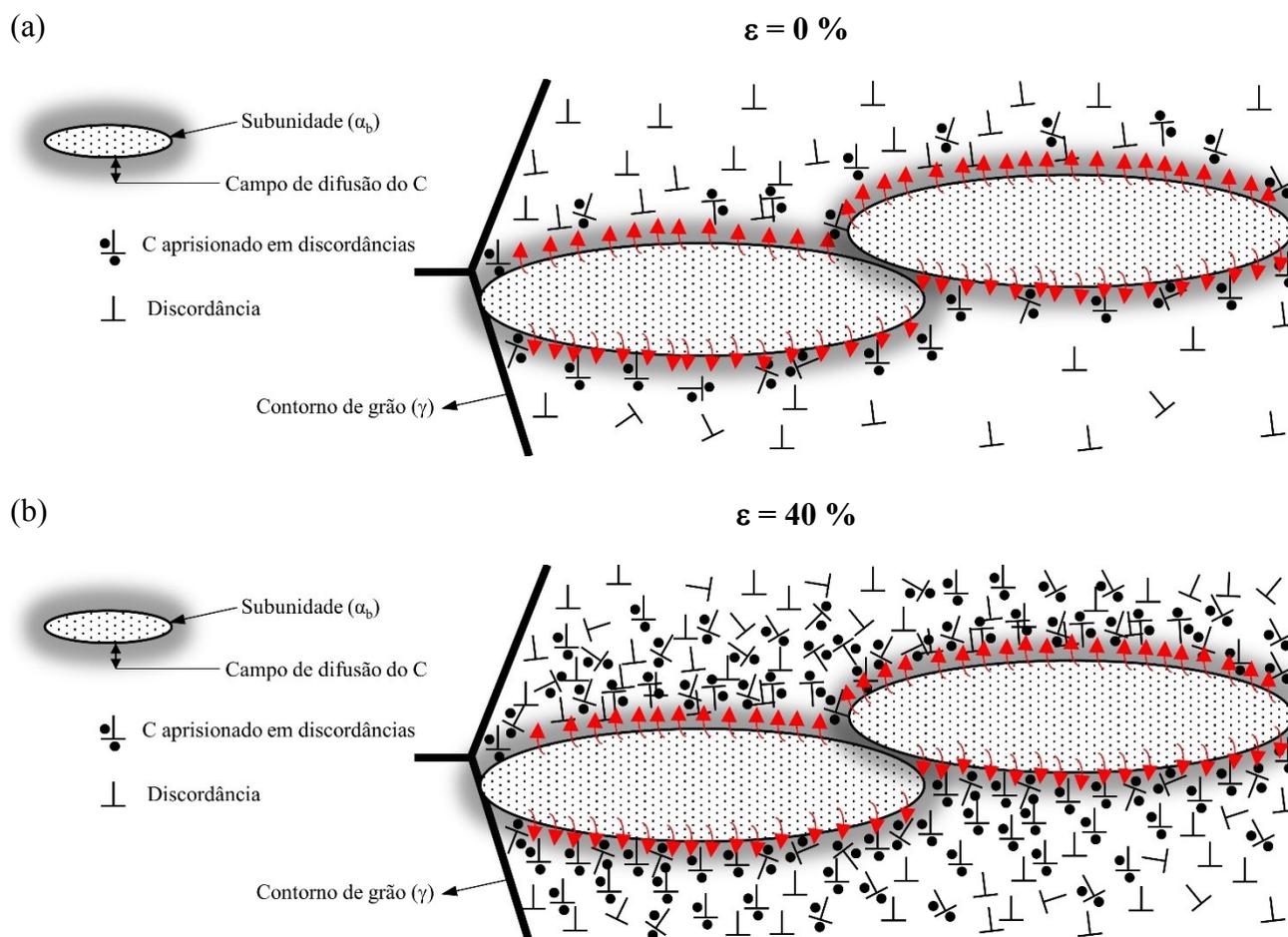


Figura 64. Desenho esquemático ilustrando o particionamento de carbono da ferrita bainítica para a austenita adjacente nas condições: (a) sem deformação, e (b) com deformação prévia. Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 65 apresenta a fração volumétrica de fase e teor de carbono na austenita durante o resfriamento contínuo. É possível observar que a concentração média de carbono na austenita aumenta na medida que a reação bainítica avança. Contudo, a cinética de enriquecimento de carbono é lenta comparada ao progresso da transformação de fase, sendo este comportamento similar ao observado na reação bainítica sob condições isotérmicas (35). Devido a reação bainítica iniciar em temperaturas relativamente altas ($\approx 530 \text{ }^\circ\text{C}$), a homogeneização de carbono na austenita ocorre rapidamente, uma vez que a difusividade do carbono é diretamente relacionada a temperatura. Isso explica o fato da concentração de carbono na austenita não variar significativamente durante a formação da ferrita proeutetóide em altas temperaturas (Figura 65 (d)). Observa-se também na Figura 65, que o aumento na concentração de carbono por unidade de fração volumétrica diminui gradativamente durante a reação bainítica. Isso ocorre devido a difusividade do carbono na austenita reduzir de acordo com a redução da temperatura de transformação. Além disso, o caminho de difusão

do carbono na austenita é efetivamente reduzido devido ao aumento da fração de bainita durante o resfriamento.

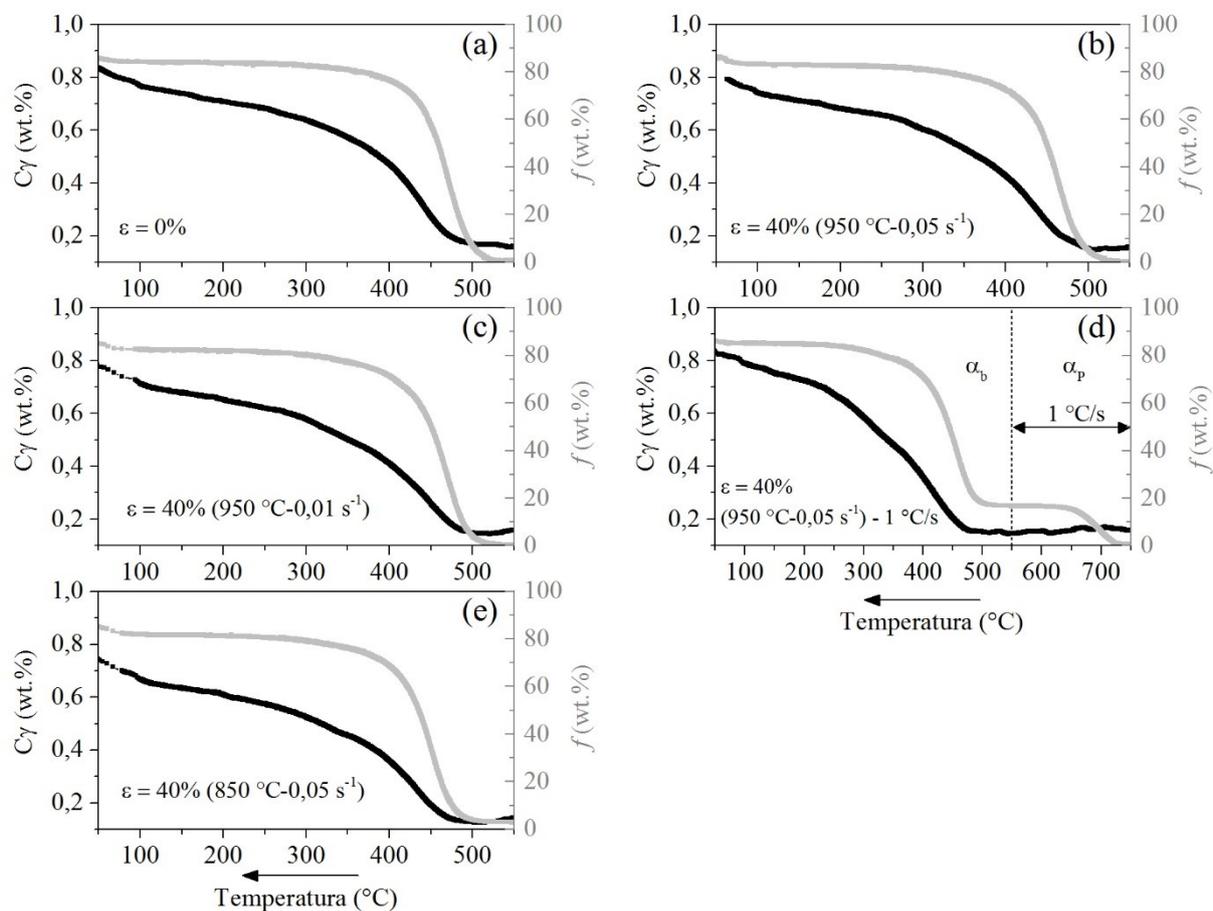


Figura 65. Teores de carbono em solução sólida na austenita não transformada (C_γ) e fração volumétrica de fase (f) como uma função da temperatura: (a) $\varepsilon=0\%$; (b) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ }^\circ\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ }^\circ\text{C} - 0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ }^\circ\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - $1\text{ }^\circ\text{C/s}$; e (e) $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ }^\circ\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$). Taxa de resfriamento de $0,5\text{ }^\circ\text{C/s}$, exceto na faixa de temperatura indicada em (d). Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.5 Análise dos picos de difração

Na Figura 66 é apresentada a evolução do FWHM na reflexão $\{220\}_\gamma$ durante o resfriamento contínuo. Nota-se que a formação de ferrita proeutetóide (3 ou 16 wt.%) não produz um alargamento de pico significativo. Durante o início da reação bainítica, percebe-se que o valor do FWHM é maior nas amostras processadas termomecanicamente em relação a condição $\varepsilon=0\%$. Isto pode ser explicado pela presença de uma maior densidade de discordâncias na austenita devido a deformação plástica,

uma vez que o principal fator contribuinte para o alargamento dos picos de difração é o aumento na densidade de discordâncias na microestrutura (133,178,179).

Durante a reação bainítica ($\approx 500-300$ °C), o FWHM $\{220\}$ aumenta consideravelmente, sugerindo a formação de uma rede de defeitos cristalinos induzida pela transformação de fase. Esses defeitos estão relacionados ao particionamento de carbono da ferrita bainítica para a austenita adjacente, conseqüentemente causando diferenças locais nos espaçamentos interplanares devido a heterogeneidades na concentração de carbono da austenita (19,39). Durante o período de estase da transformação bainítica, o FWHM da austenita apresenta um comportamento praticamente constante em todas as condições experimentais.

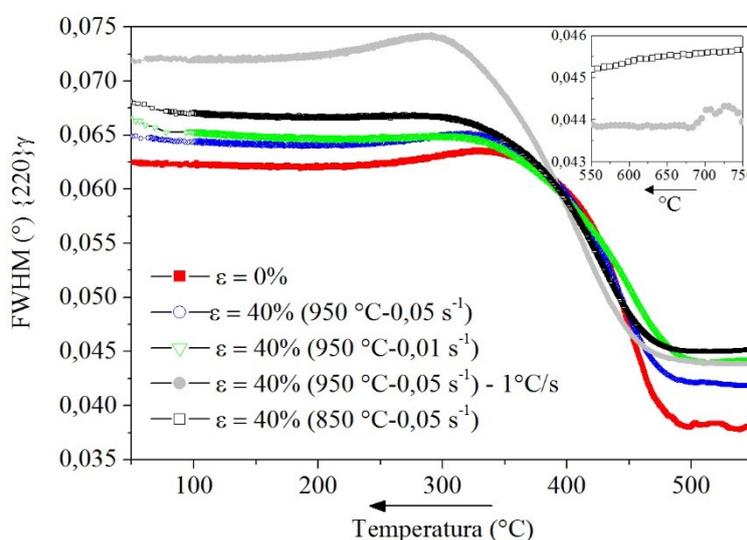


Figura 66. Evolução do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante o resfriamento contínuo. O detalhe apresenta a evolução do FWHM durante a formação da ferrita proeutetóide para as condições experimentais $\varepsilon = 40\%$ (950 °C- $0,05$ s $^{-1}$) - 1 °C/s e $\varepsilon = 40\%$ (850 °C- $0,05$ s $^{-1}$). Fonte: Elaborado pelo autor.

Alguns autores sugerem que o comportamento do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$, durante a reação bainítica por resfriamento, está relacionado ao máximo enriquecimento por carbono da austenita (19). Em outras palavras, quanto maior o enriquecimento por carbono da austenita, maior será o valor observado do FWHM $\{220\}\gamma$. Essa dependência é observada nos dados experimentais apresentados na Figura 67, onde a variação absoluta do FWHM é maior para as condições experimentais $\varepsilon = 0\%$ e $\varepsilon = 40\%$ (950 °C- $0,05$ s $^{-1}$) - 1 °C/s, as quais apresentaram um maior enriquecimento de carbono ao longo do resfriamento contínuo. Outro comportamento interessante a ser observado é que o início da

variação significativa do teor de carbono da austenita coincide com o início do alargamento da reflexão $\{220\}\gamma$. Esse resultado sugere que a deformação plástica induzida na austenita adjacente, devido ao crescimento da ferrita bainítica (180,181), parece não afetar significativamente o alargamento da reflexão estudada nos estágios iniciais da transformação. Portanto, o aumento do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante a reação bainítica é associado principalmente ao enriquecimento por carbono da austenita não transformada.

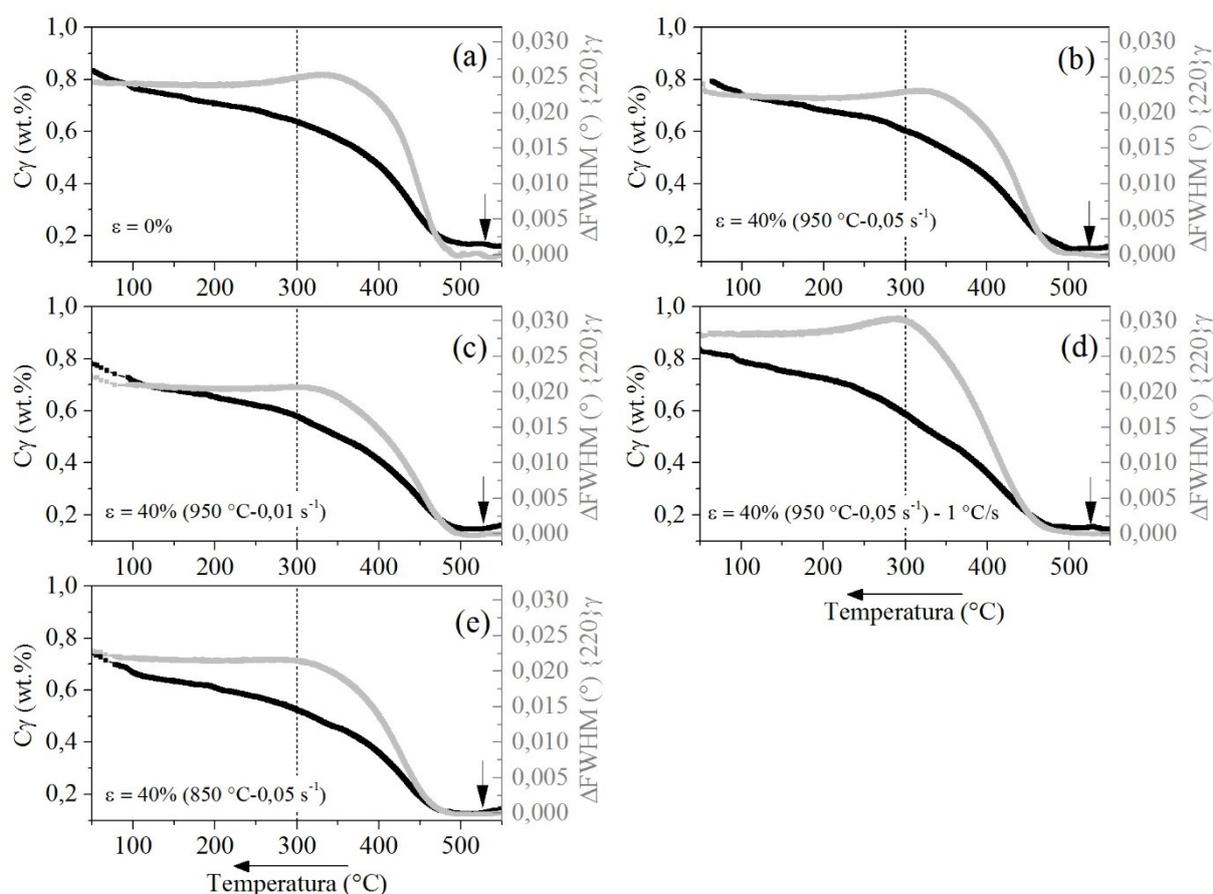


Figura 67. Teor de carbono da austenita e variação absoluta do FWHM $\{220\}\gamma$ como uma função da temperatura durante a reação bainítica ($0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$): (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (e) $\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ }^{\circ}\text{C}-0,05\text{ s}^{-1}$). A seta e a linha vertical pontilhada indicam, respectivamente, o início da transformação e o período de estase em cada figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 68, é apresentada a variação total (Δ) do FWHM da austenita durante a reação bainítica, onde é possível observar que a taxa de aumento é maior para a amostra $\varepsilon = 0\%$ em comparação com as condições experimentais $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,05\text{ s}^{-1}$), $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,01\text{ s}^{-1}$) e

$\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$). Percebe-se também que a maior variação absoluta do FWHM ocorre na condição $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s . Esse comportamento é possivelmente explicado pelo gradiente de carbono na austenita, resultante do efeito combinado da formação de ferrita proeutetóide e reação bainítica durante o resfriamento contínuo. Conseqüentemente, a presença destes gradientes na austenita pode afetar o alargamento do pico $\{220\}\gamma$, como discutido anteriormente.

Ainda considerando a Figura 68, pode ser observado que o FWHM da austenita diminui de forma abrupta em aproximadamente 300 °C , onde o período de estase da reação bainítica se inicia. Percebe-se também que a redução do FWHM na condição $\varepsilon = 40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) é pouco expressiva em relação as demais condições experimentais. É importante ressaltar que o fenômeno que causa uma redução do FWHM $\{220\}\gamma$, durante o início do período de estase da reação bainítica, também é observado sob condições isotérmicas (ver Figura 119 (a) do Apêndice B).

O fenômeno de redução do FWHM do pico $\{220\}\gamma$, após a reação bainítica, durante o resfriamento contínuo, também foi observado nos dados experimentais apresentados nas referências (102) e (19). Entretanto, os mecanismos fundamentais que governam este fenômeno não foram detalhadamente explicados nos trabalhos referidos. Desta forma, os possíveis mecanismos envolvidos neste fenômeno serão discutidos nos próximos parágrafos.

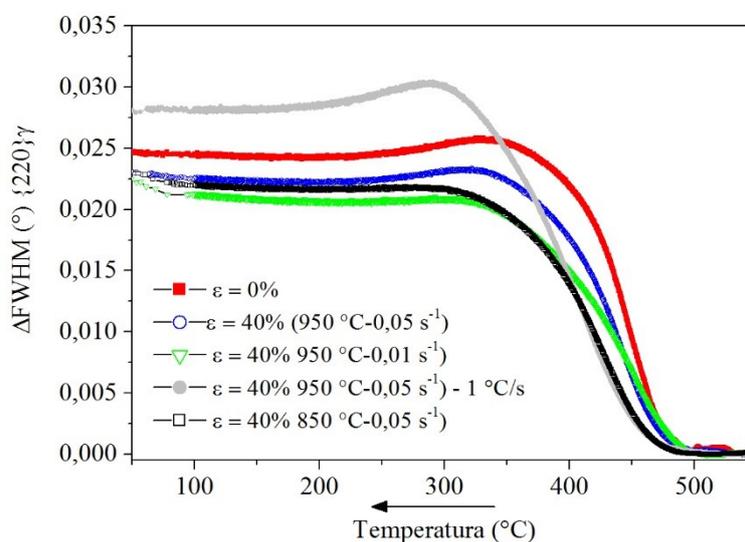


Figura 68. Variação total do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante a reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

A evolução do FWHM $\{220\}$, a partir do ponto de máximo alargamento de pico, é mostrado em detalhe na Figura 69, onde as curvas foram deslocadas sobre o eixo das ordenadas de modo a

permitir uma melhor comparação entre os resultados. Percebe-se que a redução do FWHM é seguida por um ligeiro aumento, possivelmente associado a formação dos constituintes M/A. Fica claro que a máxima variação (no caso, negativa do FWHM), é maior para a condição $\varepsilon = 0\%$ e com formação significativa de ferrita proeutetóide ($\alpha_p = 16 \text{ wt.}\%$). Nesta condição, é interessante observar que além do maior delta, a redução do FWHM se dá em uma maior faixa de temperatura.

O comportamento do FWHM da austenita, durante o período de estase da reação bainítica, pode estar associado ao relaxamento de tensões da austenita próximo às interfaces γ/α_b . É sabido que o relaxamento de tensões, devido ao movimento de agregados de discordâncias em direção a interfaces de fases, causa uma redução no FWHM dos picos de difração (134). Para o caso da transformação bainítica aqui apresentado, o relaxamento de tensões entre interfaces γ/α_b pode ser originado pela extinção da pressão hidrostática durante o período de estase da transformação. Esse cenário pode ser explicado da seguinte forma:

- Nos estágios finais da reação bainítica, um aumento da pressão hidrostática ocorre nas ilhas de austenita remanescentes, ao invés de um aumento adicional na densidade de discordâncias (27);
- Quando a reação bainítica atinge o período de estase, o incremento da pressão hidrostática sobre a austenita cessa. Como consequência da taxa de resfriamento relativamente lenta, a pressão hidrostática pode ser aniquilada/reduzida pelo efeito de “revenimento” da microestrutura (182). Como resultado disso, uma redistribuição das discordâncias na austenita remanescente pode ocorrer próximo as interfaces γ/α_b .

Portanto, baseado nas considerações acima, o fenômeno de redução do FWHM $\{220\}_\gamma$, durante o período de estase, pode ser interpretado como um relaxamento de tensões na austenita não transformada. Dada esta hipótese, as diferenças na variação absoluta (Δ) do FWHM entre as condições experimentais mostradas na Figura 69 podem estar relacionadas com a “dimensão” do relaxamento de tensões. Esse fenômeno parece ocorrer de maneira mais pronunciada na microestrutura contendo uma fração volumétrica significativa de ferrita proeutetóide; considerada em aços de baixo carbono uma fase mais dúctil do que a austenita em comparação a mesma temperatura (183,184). Desta forma, a presença de microconstituintes com uma ductilidade relativamente mais alta do que a ferrita bainítica pode facilitar o relaxamento da pressão hidrostática na austenita circundante. Em relação as demais condições experimentais apresentadas na Figura 69, a cinética de redução do FWHM pode ser explicada tanto pela estrutura de discordâncias introduzidas pela

deformação na austenita, quanto pelo enriquecimento por carbono desta fase, uma vez que a fração de ferrita bainítica é bastante similar entre as amostras $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$), $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,01\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$).

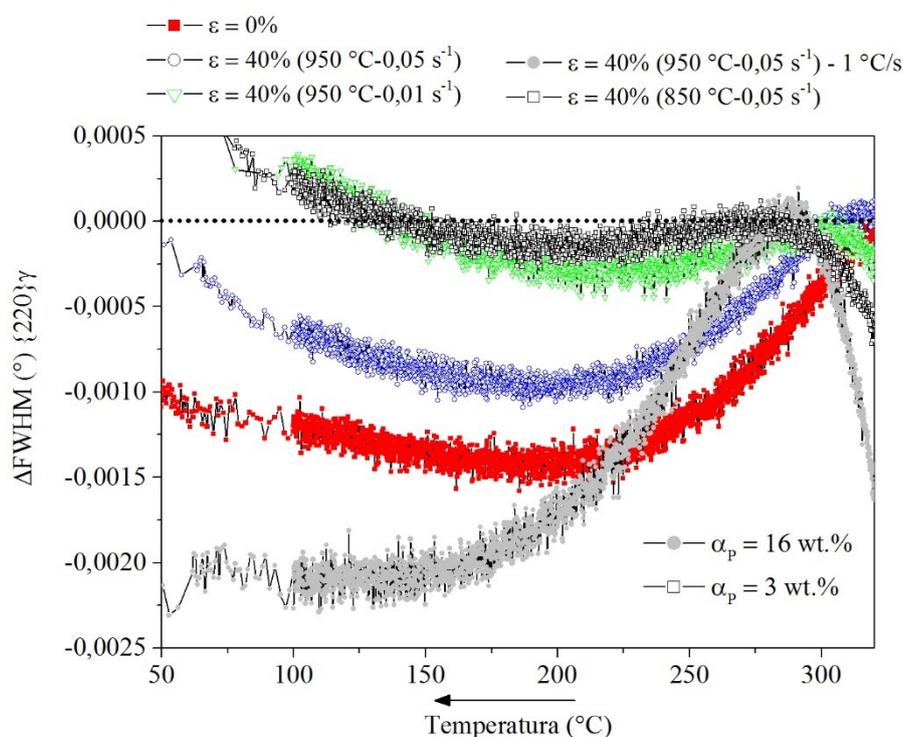


Figura 69. Variação total do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ durante o resfriamento contínuo (regime de estase da reação bainítica) a partir do ponto de máximo alargamento de pico. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 70 é apresentado a evolução do FWHM $\{211\}\alpha$ durante o resfriamento contínuo. Percebe-se que a formação de ferrita proeutetóide nas amostras $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s e $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) promove um alargamento expressivo na reflexão considerada. Durante a transformação $\gamma\rightarrow\alpha_b$, o FWHM $\{211\}\alpha$ aumenta continuamente até atingir um patamar de estabilidade, o qual coincide com o período de estase da reação bainítica ($\approx 300\text{ °C}$). Este comportamento é similares aquele reportado na referência (102), durante a reação bainítica obtida por resfriamento contínuo (10 °C/s). É importante destacar que, sob condições isotérmicas, o alargamento da reflexão $\{211\}\alpha$ é praticamente constante durante a reação bainítica (ver Figura 120 (a) do Apêndice B), demonstrando que a ferrita bainítica se forma com uma densidade de discordâncias que permanece inalterada durante o progresso da transformação (103).

O aumento do FWHM $\{211\}\alpha$ durante a reação bainítica (Figura 70) é possivelmente associado a um aumento progressivo na densidade de defeitos microestruturais nas subestruturas da ferrita bainítica. Essa explicação é baseada no fato de que, sob condições isotérmicas, a densidade de defeitos microestruturais na bainita aumenta conforme a temperatura de transformação é reduzida (66,185), sendo este efeito geralmente associado ao refinamento nas placas de bainita (186). A espessura das placas de bainita por sua vez, depende principalmente da resistência da austenita a uma dada temperatura isotérmica (187,188). Baseado nestes argumentos, é possível inferir que, durante o resfriamento contínuo, a redução da temperatura de transformação aumenta a resistência da austenita, e por conseguinte, a escala da microestrutura bainítica. Assim, é possível inferir que, a medida que a temperatura de transformação é reduzida durante o resfriamento contínuo, uma maior densidade de defeitos cristalinos é esperada nas placas de bainita subsequentes, o que leva ao alargamento de pico observado.

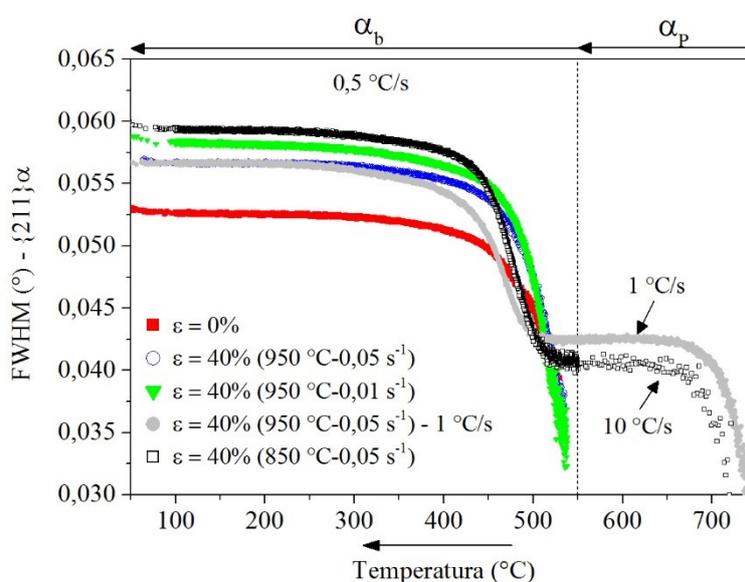


Figura 70. Evolução do FWHM $\{211\}\alpha$ durante o resfriamento contínuo. A linha pontilhada vertical indica a temperatura de mudança na taxa de resfriamento de 10 ou 1 °C/s para 0,5 °C/s. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 71 é possível observar que a variação total do FWHM $\{211\}$ é maior nas amostras processadas termomecanicamente em relação a condição $\varepsilon=0\%$. Na referência (102) foi avaliado o alargamento do pico $\{211\}\alpha$ durante a reação bainítica obtida por resfriamento contínuo. Os resultados obtidos pelos autores referidos mostram que a evolução do alargamento da reflexão $\{211\}\alpha$ foi menor durante a reação bainítica na amostra tratada termomecanicamente em comparação com a condição de referência. Este comportamento, segundo estes pesquisadores, pode estar relacionado a

tensões coerentes entre as interfaces de austenita/bainita, uma vez que a reação bainítica foi assistida sob efeito de uma pequena tensão externa constante (30 N).

Considerando que a reação bainítica aqui estudada ocorreu sem influência de tensões externas, os resultados mostrados na Figura 71 são diretamente relacionados a estrutura e densidade de discordâncias da ferrita bainítica. Desta forma, ao final da reação $\gamma \rightarrow \alpha_b$, a ferrita bainítica transformada a partir da austenita deformada possui uma maior densidade de defeitos cristalinos do que aquela formada na austenita não deformada. Esse resultado é explicado pelo fato de que a estrutura de discordâncias introduzida na austenita pode ser herdada pela bainita formada subsequentemente, devido à natureza displaciva da transformação (8,189–191). Além disso, é amplamente aceito que a densidade de sítios de nucleação para a ferrita bainítica é aumentada na austenita deformada, resultando em uma microestrutura mais refinada (21,29). Uma vez que a taxa de nucleação afeta a morfologia, o tamanho e a orientação da ferrita bainítica em aços de baixo carbono (21), é esperado que um aumento na densidade de subunidades de α_b nucleadas na austenita deformada contribua para o alargamento do pico de difração (considerando que o FWHM pode ser relacionado ao refinamento da microestrutura (192)).

Ainda considerando a Figura 71, nota-se que a amostra $\varepsilon = 40\%$ ($950\text{ }^\circ\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - $1\text{ }^\circ\text{C/s}$ apresentou um valor de FWHM bastante similar à condição $\varepsilon = 0\%$ ao final da reação bainítica. Isto pode ser explicado pela aniquilação dos defeitos microestruturais da austenita promovidos tanto pela formação da ferrita proeutetóide, quanto pela taxa de resfriamento relativamente lenta ($1\text{ }^\circ\text{C/s}$) na faixa de $950\text{ }^\circ\text{C}$ até $550\text{ }^\circ\text{C}$. Também é observado que o comportamento do FWHM $\{211\}$ durante o período de estase da reação bainítica ($\approx 300\text{ }^\circ\text{C}$) permanece praticamente constante em todas as condições experimentais, ao contrário do observado para a reflexão de austenita (ver novamente Figura 69). Este resultado indica que o período de estagnação da reação bainítica não é acompanhado por uma redistribuição de discordâncias ou relaxamento das subestruturas internas da ferrita bainítica.

Como discutido anteriormente, uma possível consequência da reação bainítica na austenita deformada é a formação de uma maior densidade de defeitos cristalinos nas subestruturas de α_b em relação a condição de referência $\varepsilon = 0\%$. Estudos publicados confirmam que, embora o carbono seja particionado da $\alpha_b \rightarrow \gamma$, a ferrita bainítica, mesmo depois de tratamentos isotérmicos prolongados, retém átomos de carbono em excesso aprisionados em discordâncias, formando atmosferas Cottrell (171,193). Considerando isso, pode ser hipotetizado que um dado aumento na densidade de defeitos cristalinos na ferrita bainítica pode implicar em um maior número de átomos de carbono aprisionados em seus defeitos, de modo a reduzir a quantidade de carbono a ser particionada para a austenita

adjacente. Embora esse raciocínio seja corroborado pelos resultados de enriquecimento de carbono (Figura 63), estudos adicionais seriam necessários, especificamente em escala atômica, de modo a verificar a presença de excesso de carbono nos defeitos microestruturais da ferrita bainítica formada na austenita deformada.

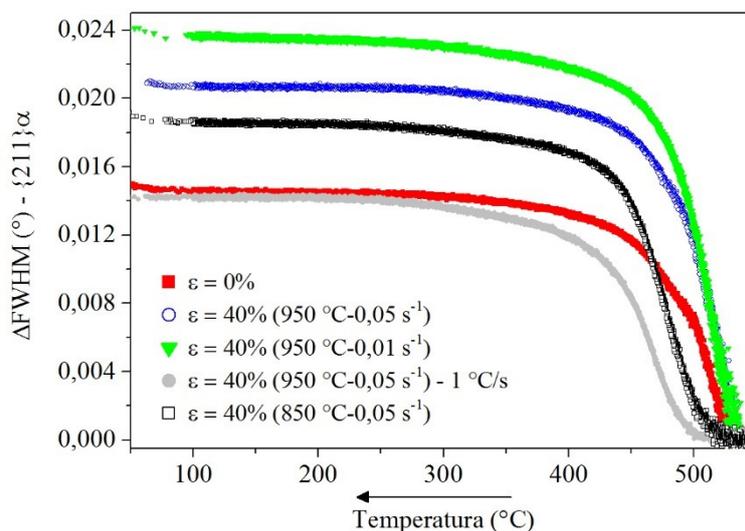


Figura 71. Variação total do FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ durante o resfriamento contínuo a partir do início da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.6 Comparação dos resultados de cinética com a literatura

A cinética da reação bainítica durante o resfriamento contínuo para as condições $\varepsilon = 0\%$ e $\varepsilon = 40\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) é mostrada Figura 72 e comparada com os resultados obtidos por Reisinger (19) em um aço com 0,28 C (wt.%). Nos dados da referência mencionada, a transformação é caracterizada por apresentar dois estágios distintos, onde a seta (termo $2^{\text{nd}} \text{Onset}$) nas Figura 72 (a-c) indica o ponto de mudança durante o resfriamento. De fato, essa característica tem sido observada por diversos autores na literatura (75,77). Contudo, essas investigações mencionadas não reportam evidências conclusivas sobre a natureza dos pontos de inflexão sobre as curvas de cinética. Uma possível explicação para o fenômeno descrito é apresentada na referência (194), onde é reportado que a formação de microestruturas distintas denominadas de "estrutura granular" e "bainita granular", podem ser detectadas através dos pontos de inflexão na curva de cinética de transformação de fase, devido aos diferentes mecanismos de transformação.

De forma geral, os resultados aqui apresentados não evidenciam um comportamento da reação bainítica em dois estágios como apresentado por Reisinger (19). Como pode ser observado na

Figura 72, na presente investigação, pontos de inflexão não são claramente observados nas curvas de cinética de transformação fase. Esse resultado, possivelmente indica que um dos mecanismos de transformação sugeridos na referência (194) não ocorre ou é altamente suprimido durante a reação bainítica na liga de aço empregada nesta pesquisa. Comparando a fração volumétrica de ferrita bainítica (Figura 72 (a)), é possível concluir que a evolução de f_{α_b} é praticamente idêntica. Por outro lado, a evolução do teor de carbono na austenita (Figura 72 (b)) e o alargamento de pico (Figura 72 (c)) são significativamente mais pronunciados nos dados de Reisinger, devido ao maior teor de carbono do aço empregado por este pesquisador.

O fenômeno de relaxamento de tensões na austenita, sugerido de acordo com o comportamento de redução do FWHM $\{220\}$ durante o início do período de estase – como discutido anteriormente – não é observado para a condição de resfriamento de $0,5\text{ }^\circ\text{C/s}$ obtida por Reisinger. Embora, a redução do FWHM pode ser verificada em outras condições experimentais (2, 1,5 e $1\text{ }^\circ\text{C/s}$ – ver novamente Figura 26 (c)), a origem deste comportamento não foi discutida no trabalho desenvolvido pelo autor mencionado.

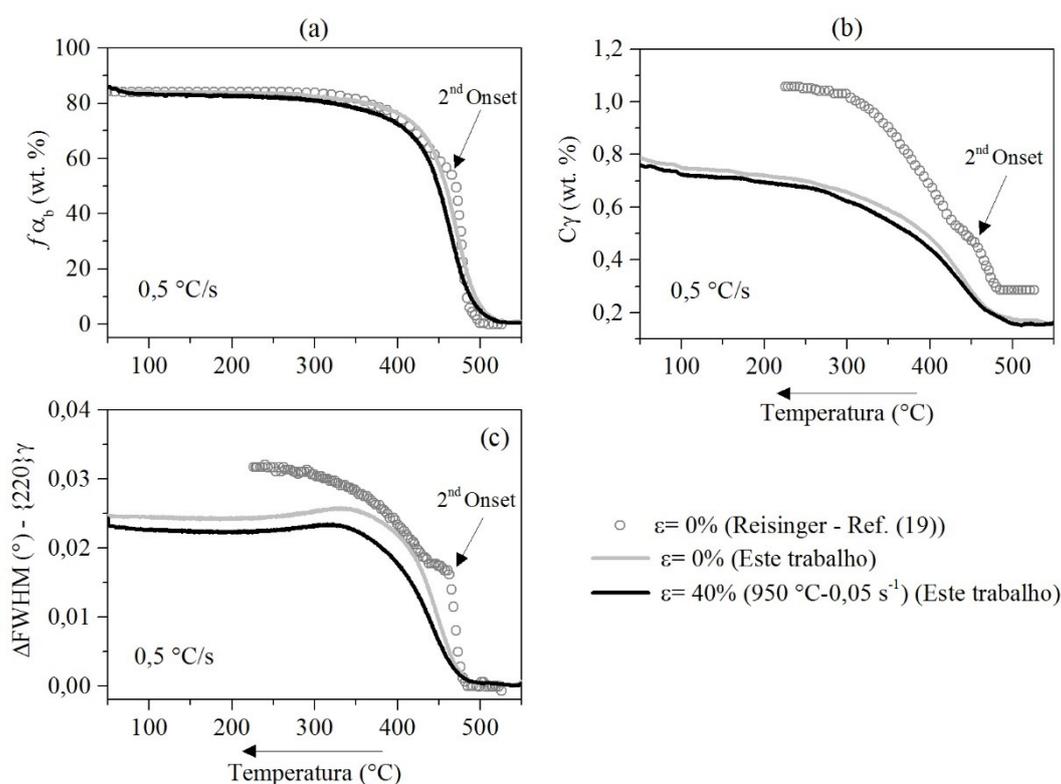


Figura 72. Cinética da reação bainítica ($\epsilon=0\%$ e $\epsilon=40\%$) durante o resfriamento contínuo ($0,5\text{ }^\circ\text{C/s}$). (a) fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}), (b) teor de carbono em solução sólida na austenita e (c) variação absoluta do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$. Fonte: Elaborado pelo autor com dados extraídos da referência (19).

4.2.7 Comparação da cinética obtida por dilatométrica e difração síncrotron *in situ*

Na Figura 73 é possível observar que a variação de comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) evolui de forma linear durante o resfriamento de 10 °C/s na faixa de 780-550 °C para as condições $\varepsilon=0\%$, $\varepsilon=40\%$ (950 °C-0,05 s⁻¹) e $\varepsilon=40\%$ (950 °C-0,01s⁻¹), condizente com a contração térmica da austenita. Na condição $\varepsilon=40\%$ (850 °C-0,05 s⁻¹), o desvio na linearidade da curva $\Delta L/l_0$ sugere a formação de ferrita proeutetóide, condizente com os resultados obtidos por difração síncrotron, que indicaram a presença de uma pequena fração deste constituinte (≈ 3 wt.%).

Na amostra resfriada a 1°C/s, dois pontos de inflexão em 761 °C e 711 °C (indicados pelas setas) sugerem que a transformação ferrítica ocorre em duas etapas. Entretanto, estas temperaturas não concordam com aquelas sugeridas pelos dados de difração, que são de aproximadamente 732 °C (início) e 629 °C (fim). Essa discrepância nas temperaturas de início e fim da transformação ferrítica entre as duas técnicas, pode estar relacionada a uma heterogeneidade na distribuição da ferrita, formada ao longo da seção longitudinal corpo de prova. A discussão relacionada a esse fenômeno e seu impacto nos resultados de dilatométrica será realizada na seção 4.2.8.

A mudança na taxa de resfriamento de 10 °C/s para 0,5 °C/s causa uma pequena expansão no corpo de prova, como indicado pelas áreas sombreadas na Figura 73. Essa expansão é oriunda do gradiente de temperatura entre o núcleo e a superfície. Quando a vazão do gás de resfriamento é interrompida, a temperatura da amostra tende a se homogeneizar, uma vez que a temperatura do núcleo é ligeiramente maior do que a registrada pelo termopar. Este artefato experimental não possui influência sobre a evolução microestrutural e interpretação geral das curvas de dilatométrica, e assim, deve ser desconsiderado (36).

Durante o resfriamento na faixa de temperatura de 500-400 °C, a dilatação observada é originada pela reação bainítica. A variação de comprimento da amostra durante o resfriamento abaixo de 300 °C é principalmente associada a contração térmica do corpo de prova. A transformação martensítica não pode ser claramente observada sobre a curva de dilatométrica tanto para o tratamento térmico como para os tratamentos termomecânicos (195).

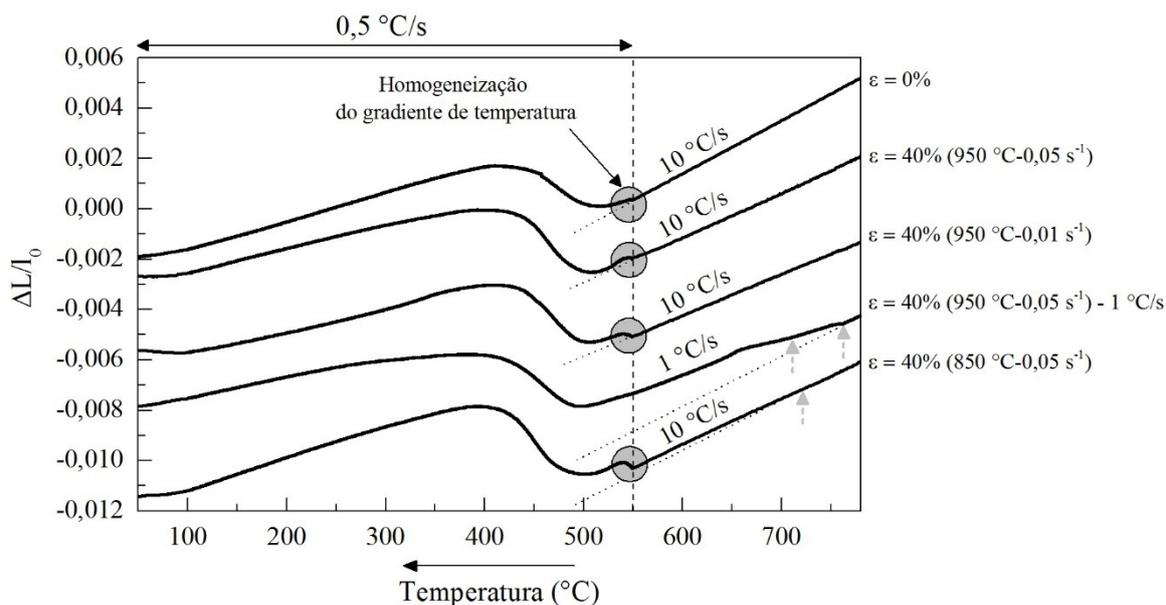


Figura 73. Variação do comprimento relativo da amostra obtida pelos ensaios de dilatométrica durante o resfriamento contínuo. Setas verticais indicam pontos de inflexão associados à transformação de fase no campo γ/α_p . A região sombreada pelos círculos indica a expansão do corpo de prova, resultante da mudança na taxa de resfriamento de 10 °C/s para $0,5\text{ °C/s}$. Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 74 (a) mostra em detalhe a variação de comprimento relativo das amostras durante a reação bainítica. As curvas foram deslocadas sobre o eixo das ordenadas de maneira a facilitar a comparação da dilatação absoluta entre as amostras. Percebe-se que as amostras tratadas termomecanicamente apresentam uma dilatação mais pronunciada em relação a condição sem deformação. Entre as amostras deformadas, a dilatação absoluta tem uma relação direta com a temperatura e taxa de deformação. Desta forma, assumindo que a dilatação do corpo de prova é diretamente proporcional a fração volumétrica de fase (no caso, bainita), os resultados de dilatométrica sugerem que a fração volumétrica de fase é significativamente maior para as condições tratadas termomecanicamente em relação a $\epsilon = 0\%$. Entretanto, comparando os resultados de dilatação (Figura 74 (a)) com a fração volumétrica de ferrita bainítica obtida pelo volume investigado por difração (Figura 74 (b)), é evidente que a dilatação pronunciada das amostras deformadas não é corroborada pelos resultados quantitativos de difração.

Uma vez que os resultados de difração indicam uma fração volumétrica de ferrita bainítica muito similar em torno de 300 °C , seria esperado que a dilatação absoluta associada a reação bainítica entre as amostras também fosse similar. É interessante observar que mesmo para a condição $\epsilon = 40\%$ ($950\text{ °C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - 1 °C/s , onde a fração de ferrita bainítica é de $\alpha_b = 66\text{ wt.}\%$, a dilatação

associada a reação bainítica foi mais pronunciada do que a condição $\varepsilon = 0\%$ ($\alpha_b = 82 \text{ wt.}\%$). Por outro lado, os resultados de dilatométrica apresentam uma tendência também observada nos resultados de difração, por exemplo, na condição $\varepsilon = 0\%$, onde expansão relacionada a transformação de fase inicia em um patamar de temperatura superior às demais condições; tendência também observada na fração volumétrica de ferrita bainítica (Figura 74 (b)).

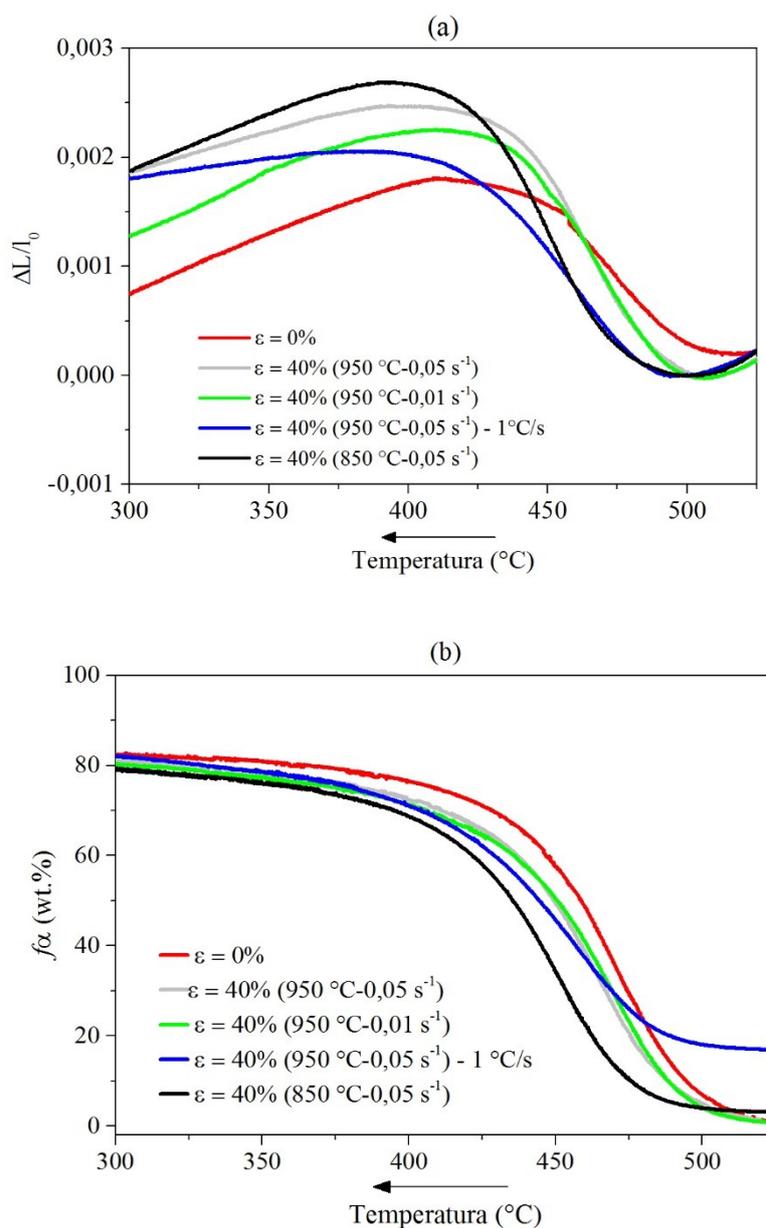


Figura 74. (a) Variação de comprimento relativo da amostra registrado pelos ensaios de dilatométrica durante a reação bainítica. (b) Fração volumétrica de ferrita bainítica determinada pelos dados de difração como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 75 é apresentada a variação de comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) em comparação com a variação relativa de volume específico total, determinado pelos dados de difração com e sem efeito do enriquecimento por carbono da austenita. É possível perceber que na condição sem deformação (Figura 75 (a)), a expansão global da amostra, relacionada a decomposição da austenita em bainita, apresenta uma concordância razoável com o incremento de volume específico determinado por difração. No entanto, quando a reação bainítica ocorre na austenita deformada, a expansão global da amostra é significativamente maior do que aquela estimada pelo volume investigado por difração. As maiores discrepâncias entre os dados de dilatométrica e difração são encontradas para a condição experimental com nucleação prévia de ferrita proeutetóide (16 wt.%) (Figura 75 (d)).

É importante frisar que o aumento do volume específico da austenita, devido ao enriquecimento por carbono desta fase, não pode explicar a discrepância entre os dados de dilatométrica e difração nas amostras deformadas, uma vez que a contribuição do carbono na expansão da austenita é bastante similar entre as condições experimentais investigadas. Além disso, foi demonstrado que a expansão do parâmetro de rede da austenita é menor quando a reação ocorre na austenita deformada (ver novamente Figura 62). Portanto, considerando a reação bainítica na austenita deformada, é possível concluir que não existe uma boa concordância entre a dilatação global da amostra e aquela estimada no volume investigado por difração.

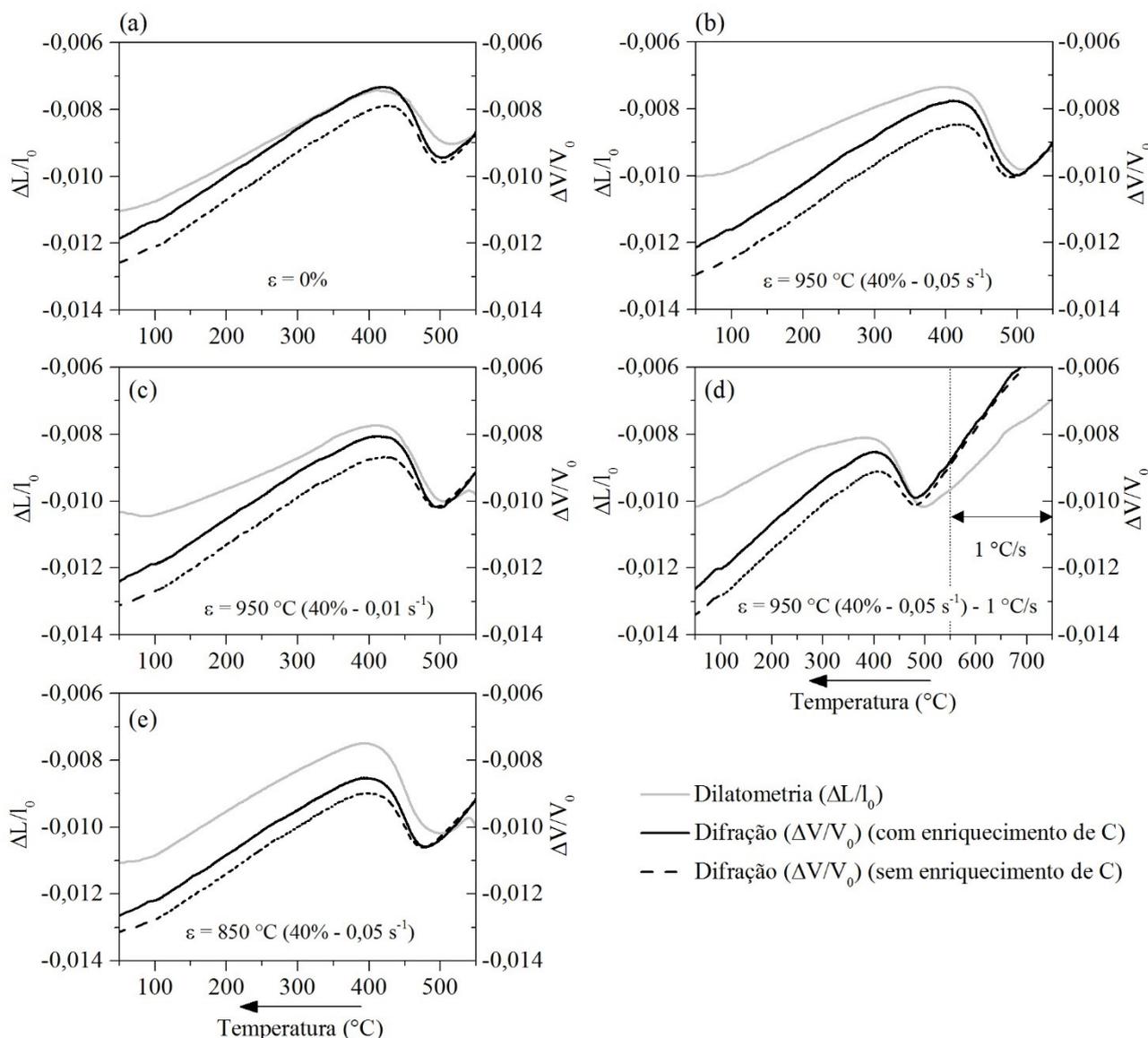


Figura 75. Variação do comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$ – dilatometria) como uma função da temperatura. O eixo y secundário apresenta a variação de volume específico total ($\Delta V/V_0$) calculado de acordo com os dados de difração, considerando ou não o enriquecimento por carbono da austenita: (a) $\epsilon = 0\%$; (b) $\epsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\epsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C} - 0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\epsilon = 40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$) - $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (e) $\epsilon = 40\%$ ($850\text{ }^{\circ}\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$). Taxa de resfriamento diferente de $0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ é indicada nesta figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

Até o presente momento, a razão para a dilatação pronunciada das amostras deformadas, durante a reação bainítica por resfriamento, é desconhecida. Contudo, uma explicação plausível pode ser sugerida com base em resultados obtidos na literatura a partir da formação isotérmica da bainita. Neste contexto, em aços de médio e alto carbono, dependendo da temperatura em que a austenita é deformada plasticamente, uma anisotropia entre o sinal longitudinal e radial pode ser observada

(9,15,44), ou seja, o sinal de dilatométrica na direção longitudinal pode ser positivo (expansão) ou negativo (contração). Estes estudos atribuem essa anisotropia no sinal de dilatométrica ao fenômeno de seleção de variantes na austenita texturizada.

Não obstante, em aços de baixo carbono, dependendo das condições de processamento termomecânico, a dilatação da amostra na direção longitudinal pode ser significativamente maior do que na radial, para qualquer estágio da transformação (196), sendo este comportamento também atribuído à seleção de variantes da bainita. Zhou (197) explica que a formação da bainita é acompanhada por uma mudança de volume devido a deformação de plano invariante, o qual é associado um componente de cisalhamento (maior magnitude) e outro de dilatação (menor magnitude). Para o caso da austenita não deformada, a componente de cisalhamento é cancelada localmente por outras variantes na microestrutura, de modo que apenas a componente de dilatação contribui para a expansão macroscópica detectada pela dilatométrica durante a reação bainítica. Por outro lado, na austenita deformada, devido a seleção de variantes, a componente de cisalhamento não é cancelada localmente, podendo ser detectada pelos experimentos de dilatométrica. Assim, baseado nestes resultados, é razoável inferir que a dilatação macroscópica pronunciada das amostras deformadas durante a reação bainítica, reportada no presente trabalho, é explicada pelo sinal de dilatométrica conter ambas as contribuições do componente de dilatação e cisalhamento. Essa hipótese pode ser corroborada pela presença de uma seleção de variantes mais pronunciada na microestrutura previamente deformada. Estas discussões serão realizadas na seção 4.2.8 (caracterização microestrutural *ex situ*).

Na Figura 76 é apresentada a fração transformada (f) determinada por dilatométrica em comparação com os resultados obtidos dos dados de difração síncrotron. É importante salientar que a fração transformada não considera a presença de austenita retida. Além disso, os resultados de difração serão considerados como referência para as discussões conduzidas nesta seção. Notavelmente, tanto a extrapolação linear quanto a não-linear do coeficiente de expansão térmica apresentam uma boa aproximação com a fração transformada calculada pelos dados de difração na amostra $\varepsilon = 0\%$. Nesta condição, devido a relação comprimento/diâmetro da amostra ser maior em comparação as amostras deformadas, é esperado um gradiente de temperatura ao longo da seção longitudinal do corpo de prova, onde as faces da amostra podem estar em um determinado momento, a uma temperatura inferior ao volume investigado por difração. Desta forma, a transformação de fase no volume investigado por difração sofre um pequeno atraso em relação às regiões próximas das faces da amostra.

Percebe-se que, durante a reação bainítica na austenita deformada, a expansão térmica não-linear resulta em erros significativos de aproximadamente 8 e 12% para as condições experimentais $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,01\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ }^{\circ}\text{C}-0,05\text{ s}^{-1}$), respectivamente. Nesta última amostra, observa-se que f atinge 1,0 em $325\text{ }^{\circ}\text{C}$, reduzindo e aumentando posteriormente, o que é praticamente impossível. Isso demonstra que, dependendo da resposta microestrutural durante o resfriamento, a aproximação não-linear da expansão térmica não representa de forma realística a evolução da transformação de fase. Por outro lado, a expansão térmica linear apresentou uma razoável aproximação com os resultados de difração, implicando que a variação de comprimento longitudinal da amostra é condizente com a fração volumétrica obtida por difração. Desta forma, é plausível afirmar que a dilatação pronunciada das amostras deformadas em relação a condição de referência (discutida anteriormente na Figura 75) é possivelmente o resultado de um efeito de amplificação do sinal de dilatação.

O raciocínio exposto acima, não pode ser aplicado a condição experimental com ferrita proeutetóide (16 wt.%), na amostra $\varepsilon=40\%$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}-0,05\text{ s}^{-1}$) - $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ (Figura 76 (d)), onde os dados de dilatométrica claramente tendem a superestimar o teor de ferrita proeutetóide, durante o resfriamento de $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$. Também é observado que a fração transformada de ferrita bainítica tende a ser superestimada e sobrestimada pela aproximação linear e não-linear, respectivamente. Estes resultados, possivelmente indicam que a transformação ferrítica ocorre de maneira não homogênea no corpo de prova, ou seja, durante o resfriamento lento ($1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$), em um determinado momento, a fração volumétrica de ferrita proeutetóide é significativamente maior fora da região que compreende o volume investigado por difração. Essa explicação será adicionalmente corroborada por observações microestruturas que serão apresentadas nas próximas seções.

Na condição $\varepsilon=40\%$ ($850\text{ }^{\circ}\text{C} - 0,05\text{ s}^{-1}$), onde a fração volumétrica de ferrita proeutetóide ($\approx 3\text{ wt.}\%$) foi desconsiderada nos cálculos de fração transformada, é possível observar que os resultados de dilatométrica tendem a superestimar ligeiramente os dados de difração, principalmente durante os estágios iniciais da transformação. Essa tendência não é observada nos corpos de prova deformados a $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figura 76 (b) e (c)). Além disso, não parece ser razoável explicar os resultados mostrados na Figura 76 (e) com base em um gradiente de temperatura longitudinal na amostra, como sugerido na condição $\varepsilon=0\%$, uma vez que este gradiente tende a ser minimizado devido à redução do comprimento da amostra promovida pela compressão.

Como discutido anteriormente na Figura 74 (a), a redução da temperatura de deformação resulta em uma maior resposta à dilatação associada a reação bainítica, contrastando os resultados de

difração (Figura 74 (b)), que não indicaram uma maior fração volumétrica. Desta forma, pode ser hipotetizado que a contribuição do componente de cisalhamento na dilatação global da amostra, pode ser mais efetiva durante os estágios iniciais da reação bainítica, como resultado da deformação prévia da austenita em 850 °C, explicando as discrepâncias entre os dados de dilatométrica e difração na Figura 76 (e). Vale frisar que não foram encontrados trabalhos na literatura com enfoque na determinação da influência dos componentes de dilatação durante a reação bainítica na austenita deformada, durante o resfriamento contínuo.

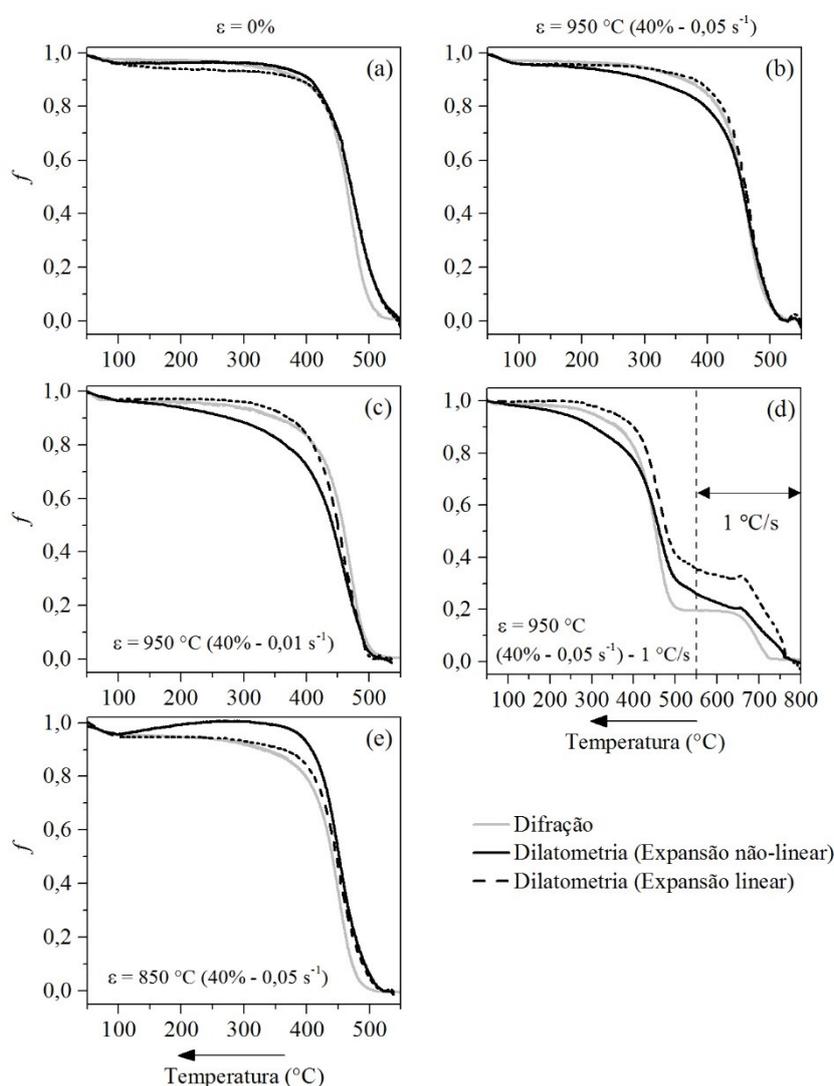


Figura 76. Fração transformada obtida por dilatométrica (expansão linear e não-linear) e difração síncrotron durante o resfriamento contínuo para as condições: (a) $\epsilon = 0\%$; (b) $\epsilon = 950\text{ °C (40\% - }0,05\text{ s}^{-1}\text{)}$; (c) $\epsilon = 950\text{ °C (40\% - }0,01\text{ s}^{-1}\text{)}$; (d) $\epsilon = 950\text{ °C (40\% - }0,05\text{ s}^{-1}\text{) - }1\text{ °C/s}$; (e) $\epsilon = 850\text{ °C (40\% - }0,05\text{ s}^{-1}\text{)}$. Taxa de resfriamento diferente de 0,5 °C/s é indicada nesta figura. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.8 Observações microestruturais *ex situ*

Nesta seção serão apresentados e discutidos os resultados da caracterização microestrutural *ex situ*, conduzida na região correspondente à área incidente do feixe de difração. Esta seção também tem como objetivo corroborar os resultados da evolução microestrutural observada em tempo real (*in situ*).

Micrografias representativas obtidas por MEV são apresentadas na Figura 77. De maneira geral, as microestruturas obtidas compartilham características similares, sendo constituídas por ferrita bainítica e agregados de constituintes M/A. Essa microestrutura é comumente referida como bainita granular na literatura. Uma vez que a ferrita bainítica é atacada de maneira preferencial pelo reagente químico, a martensita, filmes e blocos de austenita retida aparecem em alto relevo na microestrutura (19,198). Na Figura 77 (d) e (e), as microestruturas têm como principal diferencial a presença de ferrita proeutetóide, observada nos ensaios *in situ* discutidos na seção 4.2.3. É importante ressaltar que as microestruturas obtidas não exibem um alinhamento significativo em relação a direção de deformação, com exceção da amostra com ferrita primária (Figura 77 (d)). Isso leva a conclusão que o comportamento de dilatação macroscópica pronunciada nas amostras deformadas (ver novamente seção 4.2.7 – Figura 74) não pode ser explicado com base na análise microestrutural *ex situ*. Esse resultado corrobora a hipótese que os componentes de dilatação e cisalhamento contribuem para a dilatação macroscópica observada durante a reação bainítica na austenita deformada. Na suposição de somente a componente de dilatação por si só contribuir para a expansão macroscópica da amostra, um alinhamento microestrutural pronunciado seria esperado nas amostras processadas termomecanicamente.

Estruturas de bainita granular (BG) e bainita em forma de ripas descontínuas (BR) podem ser identificadas na Figura 77 (a) e (b). Na Figura 77 (d) se observa uma maior predominância da morfologia em placas da bainita em relação as demais condições experimentais. Na ampliação da região indicada na Figura 77 (d), as estruturas em destaque, próximas à interface de ferrita (α_P) possuem um alto grau de refinamento ($<1 \mu\text{m}$), sendo essa característica não observada em locais relativamente distantes dos contornos de grão ferríticos. Essa microestrutura distinta, adjacente às regiões de α_P , pode ter sido formada como consequência do gradiente químico (por exemplo, segregações de C e Mn), gerado nas interfaces γ/α_P . Considerando a formação isotérmica da bainita, a nucleação prévia de α_P pode influenciar significativamente a cinética da transformação bainítica (159,199–201) e martensítica (199). Por outro lado, não foram encontradas evidências na literatura

sobre a modificação da morfologia da microestrutura bainítica, devido a formação de ferrita proeutetóide durante o resfriamento contínuo. É importante ressaltar que, dependendo do grau de segregação química na interface γ/α_P (relacionado a % de α_P nucleada), a nucleação de ferrita bainítica pode ser reduzida, acelerando a cinética da transformação martensítica (199). Contudo, devido às limitações da microscopia eletrônica de varredura, estudos microestruturais adicionais seriam necessários, para confirmar se a microestrutura formada adjacente às ilhas de ferrita proeutetóide (detalhe da Figura 77 (d)) é constituída por ferrita bainítica ou martensita, ou uma mistura das duas.

O refinamento microestrutural das amostras submetidas ao processamento termomecânico é evidente em relação condição de referência ($\varepsilon= 0\%$). Este resultado é esperado, uma vez que a deformação plástica da austenita aumenta a densidade de sítios de nucleação para bainita (21,29). Em relação à temperatura e taxa de deformação, é esperado que estes parâmetros afetem a estrutura resultante de discordâncias na austenita, conseqüentemente alterando a taxa de nucleação da ferrita bainítica, um fator crítico para controle da morfologia, tamanho e orientação da bainita em aços de baixo carbono (21). Comparando as microestruturas mostradas na Figura 77 (b) e (c), é possível perceber que a escala geral da microestrutura é reduzida pelo aumento da taxa de deformação. Um efeito de refinamento também é percebido quando a temperatura de deformação é reduzida.

Qualitativamente, nota-se que a densidade de constituintes M/A (estruturas em alto relevo nas micrografias) é maior nas microestruturas deformadas em relação a condição $\varepsilon= 0\%$. Essa tendência pode ser explicada pelo menor teor carbono em solução sólida na austenita quando a reação bainítica ocorre na austenita deformada, como discutido anteriormente na seção 4.2.4. Corroborando essa ideia, na referência (202), é documentado que a quantidade de constituintes M/A é diretamente relacionada a concentração de carbono da austenita residual quando a reação bainítica cessa. De fato, uma maior densidade de constituintes M/A pode ser observada na amostra deformada a 850 °C (Figura 77 (e)), onde a concentração de carbono, ao final da reação bainítica, foi a menor entre todas as condições experimentais (ver novamente Figura 63). Desta forma, pode ser inferido que a reação bainítica na austenita deformada tem como consequência uma menor estabilidade térmica da austenita remanescente, ou seja, uma maior tendência de formar constituintes M/A quando a reação bainítica cessa.

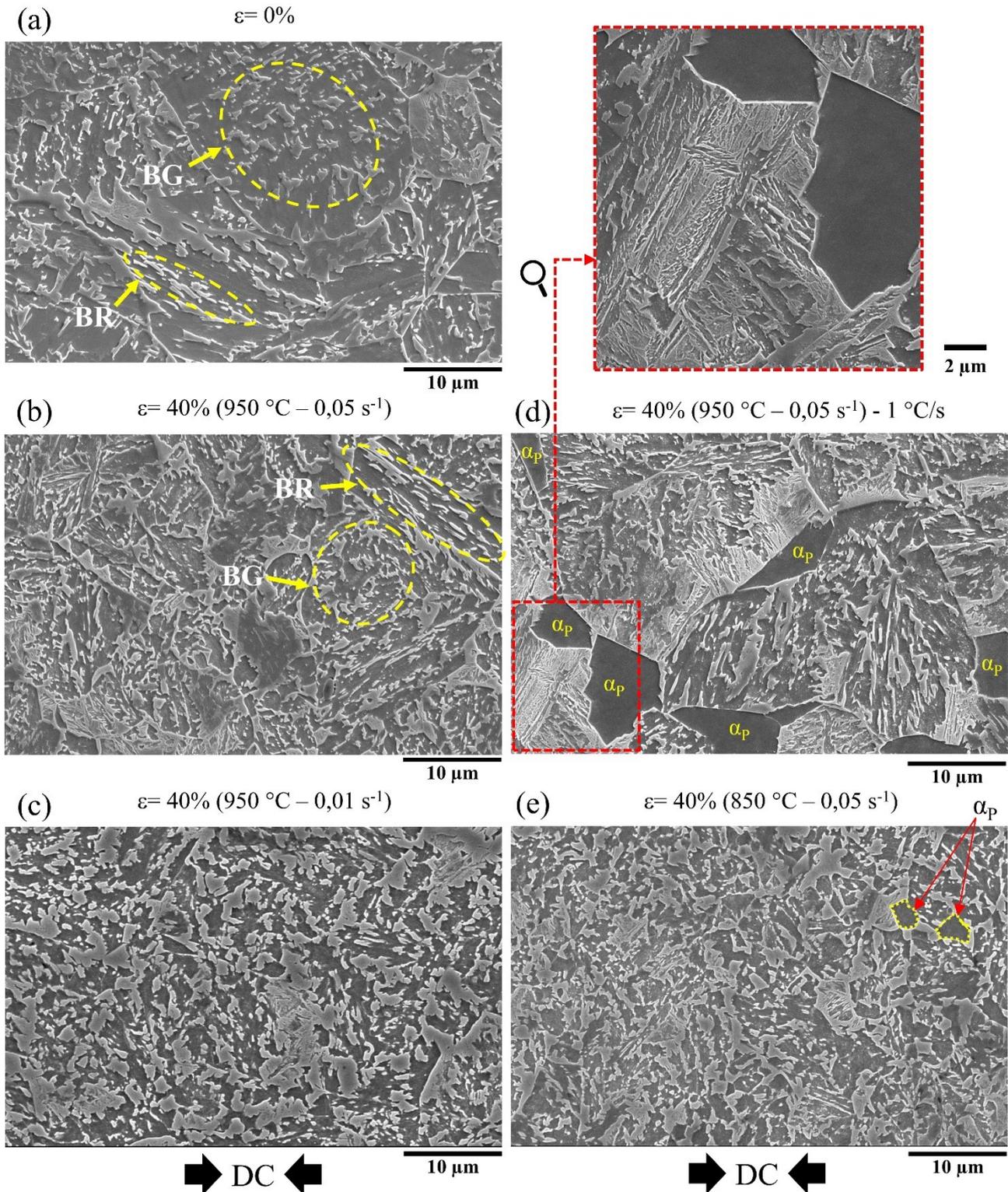


Figura 77. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura após os ensaios *in situ*: (a) $\epsilon = 0\%$; (b) $\epsilon = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($40\% - 0,05\text{ s}^{-1}$); (c) $\epsilon = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($40\% - 0,01\text{ s}^{-1}$); (d) $\epsilon = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($40\% - 0,05\text{ s}^{-1}$) - $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (e) $\epsilon = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($40\% - 0,05\text{ s}^{-1}$). Ferrita proeutetóide (α_p) é indicada nas micrografias em (d) e (e). BG e BR indicam bainita granular e bainita em forma de ripas, respectivamente. DC indica direção de compressão (b, c, d, e). Fonte: Elaborado pelo autor.

Os resultados das medições de dureza e a análise quantitativa das microestruturas são apresentados na Tabela 4. Nesta tabela, a quantificação dos constituintes M/A não é apresentada, uma vez que não é possível distinguir precisamente, por meio das micrografias em MEV, regiões de austenita retida e M/A. As amostras submetidas aos tratamentos termomecânicos possuem uma maior dureza do que a condição sem deformação. Isso é explicado pelo refinamento das microestruturas, decorrentes do aumento de sítios de nucleação para bainita na austenita deformada plasticamente. Outro fato que pode estar associado ao aumento de dureza nas amostras deformadas, é a maior densidade de constituintes M/A em relação a condição sem deformação, qualitativamente observado nas micrografias apresentadas anteriormente. Apesar da fração volumétrica considerável de ferrita proeutetóide na microestrutura (16 wt.%), a dureza da amostra $\varepsilon=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - 0,05 s⁻¹) - 1 °C/s foi cerca de 8% superior em relação a condição $\varepsilon=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - 0,05 s⁻¹), onde a microestrutura contém apenas ferrita bainítica e austenita retida. Esse resultado pode ser explicado pelo grau de refinamento das estruturas adjacentes aos contornos de grão ferrítico (ver novamente detalhe da Figura 77 (d)), uma vez que a fração volumétrica de austenita retida foi muito similar entre todas as amostras, como mostrado na Tabela 4.

Tabela 4. Resultados de microdureza Vickers (HV₁), fração de ferrita bainítica ($f\alpha_b$), ferrita proeutetóide ($f\alpha_p$) e austenita retida (γ_R). Valores entre parênteses representam o desvio padrão amostral das medições de dureza.

| Condição experimental | HV ₁ | $f\alpha_b$ (wt. %) ¹ | $f\alpha_p$ (wt. %) ¹ | γ_R (wt. %) ¹ |
|--|-----------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| $\varepsilon = 0\%$ | 344 (4) | 86,2 | - | 13,8 |
| $\varepsilon=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - 0,05 s ⁻¹) | 371 (16) | 85,6 | - | 14,4 |
| $\varepsilon=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - 0,01 s ⁻¹) | 365 (16) | 86 | - | 14 |
| $\varepsilon=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - 0,05 s ⁻¹) - 1 °C/s | 405 (11) | 70,1 | 16 | 13,9 |
| $\varepsilon=850\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - 0,05 s ⁻¹) | 376 (15) | 82,3 | 3 | 14,7 |

¹ Mensurada pelos ensaios de difração *in situ*.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 78 apresenta a macroestrutura na seção longitudinal das amostras que contêm ferrita proeutetóide na microestrutura. O gradiente macroestrutural, claramente observado na amostra com 16 wt.% de ferrita (Figura 78 (a)), é resultado da distribuição não homogênea de deformação, devido ao atrito e gradientes de temperatura durante a compressão (203). Por outro lado, a macrografia da

amostra com ≈ 3 wt.% de ferrita (Figura 78 (b)), não possui as características observadas na Figura 78 (a). A macroestrutura mais homogênea, observada na Figura 78 (b), não pode ser associada a uma homogeneidade na deformação ao longo do corpo de prova, uma vez que tal característica é praticamente impossível de se obter, mesmo em testes de laboratório. A estrutura macrográfica, resultante das heterogeneidades na deformação, é melhor observada na Figura 78 (a), não devido a presença de ferrita proeutetóide na microestrutura, mas sim por um gradiente deste microconstituente ao longo da seção longitudinal.

Na amostra $\varepsilon=950$ °C (40% - $0,05$ s⁻¹) - 1 °C/s, o gradiente macroestrutural entre o centro e as extremidades, reflete valores de dureza média distintos, como indicado na Figura 78 (a), sendo a dureza obtida na borda cerca de 10% menor em relação ao centro do corpo de prova. Esse comportamento também é percebido na amostra $\varepsilon=850$ °C (40% - $0,05$ s⁻¹) (Figura 78 (b)), embora a diferença de dureza (centro-extremidade) seja menor do que aquela mostrada na Figura 78 (a). Na Figura 78 (c), onde é mostrado em destaque o detalhe indicado na Figura 78 (a), é qualitativamente observado que a densidade de ferrita (regiões claras) não é homogênea nesta região. Essa evidência, justifica a maior diferença de dureza mensurada no corpo de prova da Figura 78 (a), em relação ao corpo de prova mostrado na Figura 78 (b).

A heterogeneidade na distribuição de ferrita proeutetóide, ao longo do corpo de prova, possivelmente ocorre devido ao gradiente de deformação e, o gradiente de temperatura entre o centro e as bordas da amostra, durante a etapa de resfriamento lento (1 °C/s). Uma vez que a temperatura de início da transformação ferrítica é afetada pela quantidade de deformação da austenita (104,204), pode ser esperado que um gradiente de deformação ao longo do corpo de prova promova distintas temperaturas de início da transformação. Isso poderia explicar razoavelmente a ocorrência de dois pontos de inflexão associados à transformação ferrítica nos ensaios de dilatométrica (ver novamente Figura 73).

A heterogeneidade na distribuição da ferrita proeutetóide (α_P), identificada pela análise macrográfica na Figura 78 (c), explica em grande parte as discrepâncias na cinética de transformação de fase, observadas entre a técnica de dilatométrica e difração síncrotron (resultados *in situ* – Figura 76 (d)). Devido a essa heterogeneidade, o volume investigado por difração pode apresentar uma fração volumétrica de α_P , em um determinado instante durante o resfriamento, menor do que aquela compreendendo o volume total do corpo de prova.

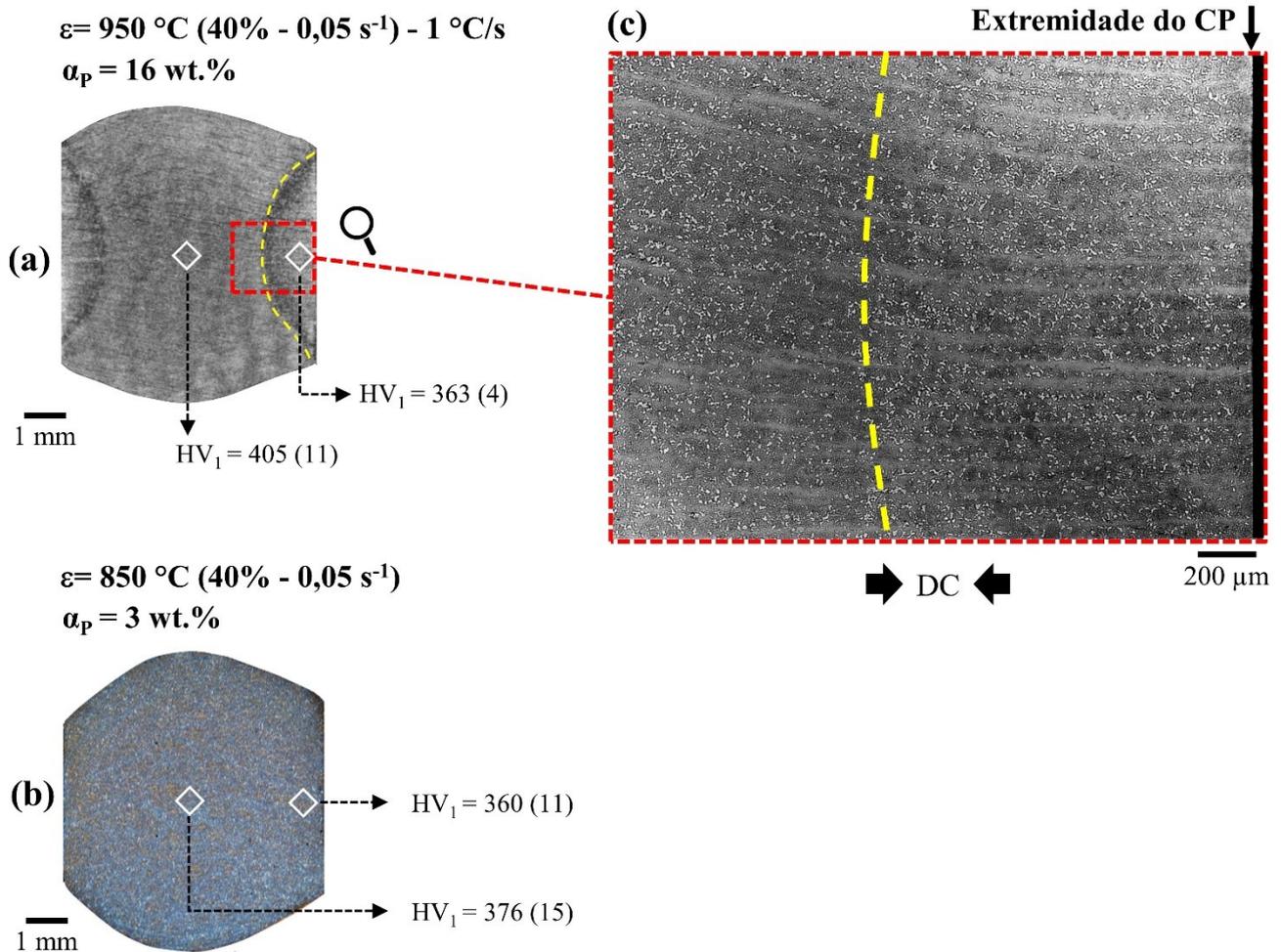


Figura 78. Macrografia da seção longitudinal: (a) $\varepsilon = 950 \text{ }^\circ\text{C}$ (40% - $0,05 \text{ s}^{-1}$) - $1 \text{ }^\circ\text{C/s}$; (b) $\varepsilon = 850 \text{ }^\circ\text{C}$ (40% - $0,05 \text{ s}^{-1}$); (c) detalhe da região indicada em (a), mostrando o gradiente macroestrutural próximo à extremidade do corpo de prova. A linha amarela tracejada em (a) e (c) delimita a região com diferentes macroestruturas. Ataque nital 3%. DC indica direção de compressão. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão das medições de dureza. Fonte: Elaborado pelo autor.

Análises via EBSD foram conduzidas com intuito de avaliar o efeito da deformação na morfologia e orientação cristalográfica da bainita obtida por resfriamento contínuo. Dentre as condições experimentais avaliadas, procurou-se selecionar amostras com microestruturas 100% bainíticas ($\alpha_b + \gamma_R$). Para a condição experimental com deformação, foi escolhida a amostra deformada com a maior taxa de deformação $\varepsilon = 950 \text{ }^\circ\text{C}$ (40%- $0,05 \text{ s}^{-1}$), sendo esta condição comparada com tratamento térmico de referência ($\varepsilon = 0\%$).

Na Figura 79 são apresentados os mapas de orientação para a ferrita, onde as cores indicam diferentes orientações cristalográficas dentro dos grãos de austenita com base no triângulo de

referência. Na condição sem deformação (Figura 79 (a)), é possível observar que a morfologia dos pacotes de bainita é acicular, enquanto na austenita deformada, a estrutura cristalográfica possui um aspecto fragmentado e irregular. Essa morfologia da bainita – resultante da deformação plástica da austenita – é essencialmente a mesma reportada na literatura em estudos da transformação bainítica isotérmica (10) e não isotérmica (21). Também pode ser observado nos mapas de orientação, o refinamento dos pacotes de bainita promovido pela deformação prévia da austenita (Figura 79 (b)), além da predominância de orientações cristalográficas próximas à direção [101] sobre as demais.

Os efeitos produzidos pela deformação na estrutura cristalográfica da bainita podem ser explicados por dois mecanismos (205): um deles relacionado ao aumento de resistência da austenita pela deformação plástica, e do conseqüente refinamento dos blocos de bainita; e outro associado a criação de uma seleção de variantes distinta dentro do grão de austenita, através da formação de contornos de discordâncias com sistemas de escorregamento limitado ativado localmente.

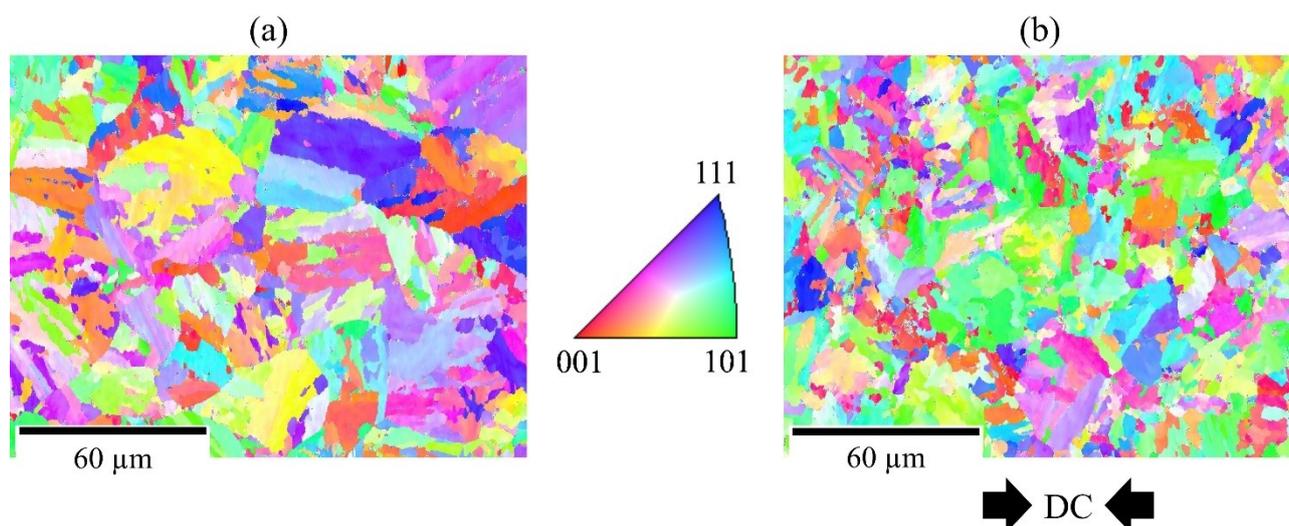


Figura 79. Mapa de orientação cristalográfica gerado para as condições: (a) $\epsilon=0\%$ e (b) $\epsilon=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - $0,05\text{ s}^{-1}$). DC indica a direção de compressão. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 80 percebe-se que a maioria dos picos sobre as figuras de polo se apresentam com distribuição de intensidades bastante ampla, o que pode ser explicado pela subdivisão dos grão de austenita em várias regiões com orientações cristalográficas próximas, mas não equivalentes (206). Na amostra $\epsilon=0\%$ (Figura 80 (a)), um número significativo de variantes está presente. Entretanto, na Figura 80 (b), pode ser observada uma ligeira redução nas variantes cristalográficas, sendo que a intensidade dos picos é significativamente maior do que na condição $\epsilon=0\%$. Isso indica a

predominância de algumas variantes sobre outras, sugerindo a ocorrência do fenômeno de seleção de variantes durante a transformação bainítica (9,206). De acordo com os estudos mencionados e também as referências (44,207), a ocorrência da seleção de variantes é comumente associada a uma anisotropia no sinal de dilatométrica durante a formação isotérmica da bainita; o sinal longitudinal não é igual ao transversal. Embora a anisotropia não foi mensurada nos resultados de dilatométrica aqui apresentados, a dilatação pronunciada da amostra $\varepsilon= 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - $0,05\text{ s}^{-1}$) em relação a condição $\varepsilon= 0\%$ (discutidas anteriormente na seção 4.2.7 - Figura 74 (a)), pode ser uma consequência indireta da seleção de variantes na austenita deformada.

A presença de uma textura cristalográfica também é um indicativo da ocorrência da seleção de variantes (7). Em contraste com a orientação relativamente aleatória na amostra não deformada na Figura 80 (a), uma textura significativa é observada nos planos $\{111\}\alpha$ e $\{001\}\alpha$ na Figura 80 (b), similar ao obtido na referência (208); transformação bainítica obtida após deformação em compressão da austenita à $699\text{ }^{\circ}\text{C}$. A presença de textura cristalográfica na bainita é esperada, uma vez que a orientação desta fase possui uma forte relação com a textura da austenita antecessora (21).

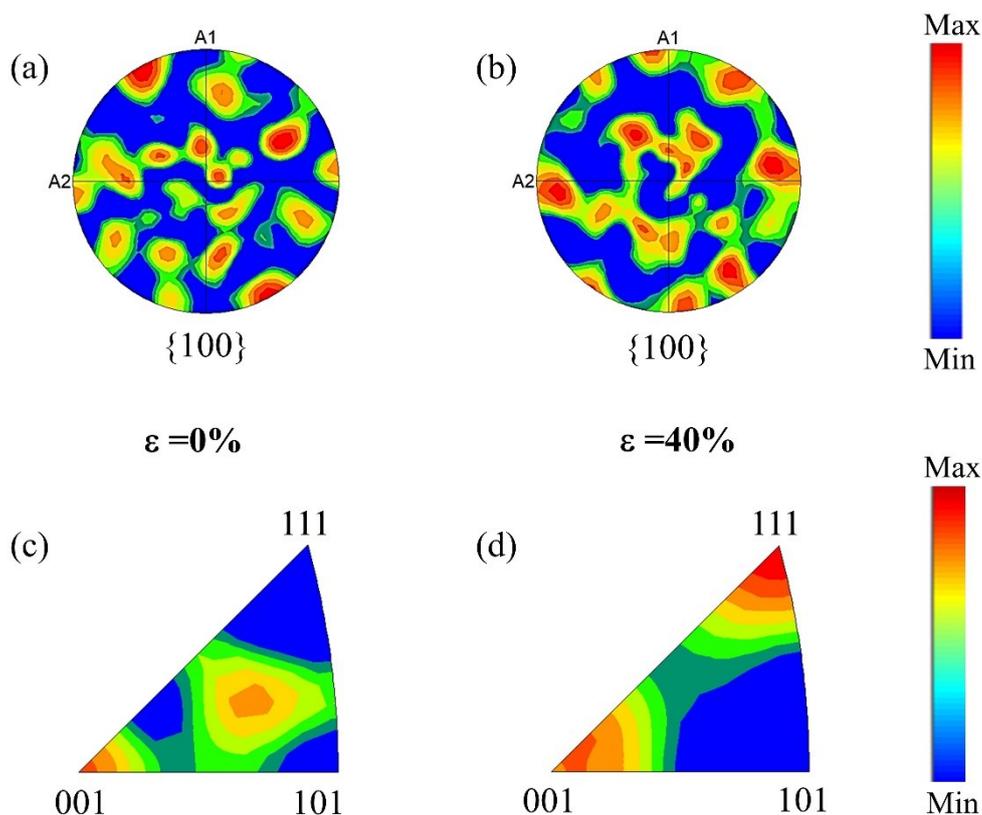


Figura 80. Figuras de polo da ferrita bainítica em (a) e (b), com as respectivas figuras de polo inverso em (c) e (d). $\varepsilon= 0\%$ (a) e (c) e $\varepsilon= 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (40% - $0,05\text{ s}^{-1}$) em (b) e (d). Fonte: Elaborado pelo autor.

A fração de austenita retida, determinada pela técnica de EBSD (Figura 81 (a) e (b)) em ambas as condições ($\varepsilon=0\%$ e $\varepsilon=40\%$), é de aproximadamente 2%, significativamente menor do que aquela determinada por difração síncrotron ao final do resfriamento contínuo (13,8 wt.% ($\varepsilon=0\%$) e 14,4 wt.% ($\varepsilon=40\%$)). Essa discrepância entre as duas técnicas é frequentemente reportada na literatura (38,63,209,210), e pode ser explicada principalmente devido à informação microestrutural obtida por difração síncrotron detectar a presença da austenita retida tanto em forma de blocos como na forma de filmes. Como pode ser observado na Figura 81 (a) e (b), devido a resolução do sistema EBSD, apenas a austenita com morfologia de blocos pode ser indexada na área analisada. Neste contexto, outro fator que pode influenciar a fração de austenita retida é a possível transformação da austenita em martensita, induzida por deformação durante a preparação metalográfica para análise microestrutural.

O gradiente de desorientação média local, empregando análises de Kernel na fase CCC (mapas KAM), é apresentado na Figura 81 (c) e (d). Estes resultados fornecem uma medida indireta da densidade de discordâncias na microestrutura (211). Na microestrutura com deformação prévia da austenita, é observado um acúmulo de discordâncias mais pronunciado, implicando que a ferrita bainítica herda a estrutura de defeitos da austenita antecessora durante o resfriamento contínuo. Este resultado corrobora as discussões referentes ao comportamento do FWHM $\{211\}_\alpha$ nas condições $\varepsilon=0\%$ e $\varepsilon=950\text{ }^\circ\text{C}$ (40% - $0,05\text{ s}^{-1}$) (ver novamente Figura 71).

Na Figura 81 (e) e (f), regiões escuras, algumas delas indicadas por retângulos, são associadas a menor qualidade de imagem (IQ), resultante de uma alta concentração de defeitos de cristalinos, por exemplo, discordâncias. Regiões de baixo IQ são comumente associadas a áreas relativamente grandes de constituintes M/A (4,19,212,213), uma vez que este microconstituente tende a possuir uma alta densidade de discordâncias (4). Partindo da consideração que os constituintes M/A podem ser identificados pelos mapas IQ, é possível inferir que a amostra deformada tende a apresentar uma maior densidade de constituintes M/A dentro da região analisada por EBSD. Essa tendência foi observada de forma geral na análise microestrutural conduzida em MEV (comparar Figuras 77 (a) e (b) – regiões não atacadas em alto relevo).

O efeito da deformação na distribuição de desorientação de contornos é mostrado na Figura 81 (e). A deformação da austenita aumenta ligeiramente a fração de contornos de baixo ângulo, e reduz as desorientações próximas a 60° , similar aos resultados obtidos na referência (10), em um aço bainítico deformado em alta temperatura e transformado isotermicamente. A tendência na

distribuição dos ângulos de desorientação, aqui apresentados, é comparável à classificação da bainita granular sugerida na referência (214).

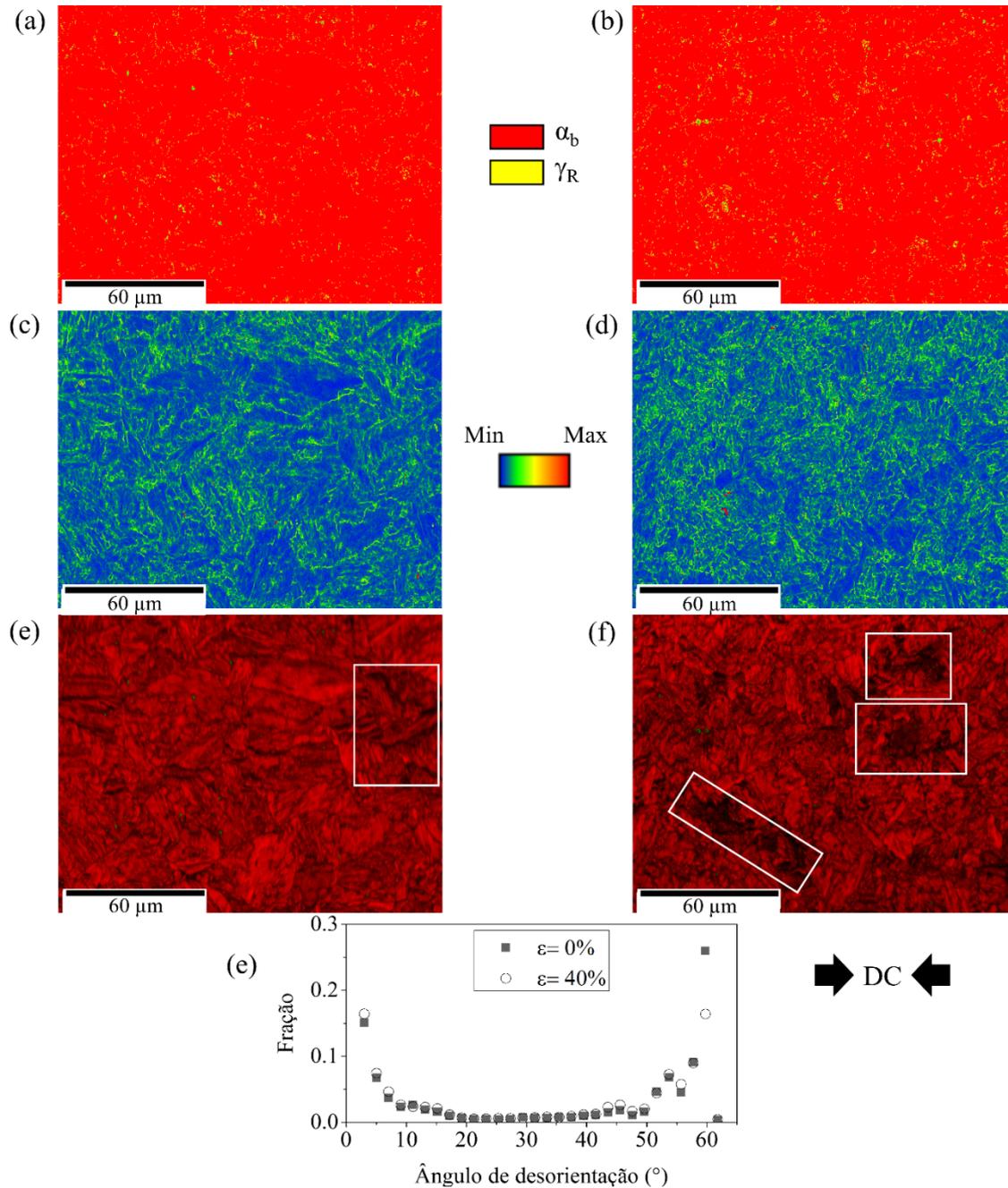


Figura 81. (a-b) Mapa de fases gerado para ferrita bainítica (α_b) e austenita retida (γ_R); (c-d) desorientação média de Kernel para α_b ; (e-f) mapa de qualidade de imagem para α_b ; e (g) distribuição de desorientação dos contornos para α_b . $\epsilon = 0\%$ (a, c, e) e $\epsilon = 950^\circ\text{C}$ (40% - $0,05\text{ s}^{-1}$) (b, d, f). DC indica direção de compressão (b, d, f). Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.9 Conclusões parciais

A evolução microestrutural durante a reação bainítica por resfriamento contínuo em um aço de baixo carbono Mn-Si-Cr-Mo, processado termomecanicamente, foi estudada por ensaios de dilatométrica, difração de raios-X síncrotron *in situ* e caracterizações microestruturais *ex situ*. Baseados nos resultados experimentais obtidos, as seguintes conclusões podem ser estabelecidas em relação as condições experimentais estudadas:

1) Resultados obtidos via difração de raios-X síncrotron: *in situ*

- A deformação plástica da austenita atrasa a cinética da reação bainítica, sendo este efeito mais pronunciado com a redução da temperatura de deformação. A presença significativa de ferrita proeutetóide diminui de forma acentuada a taxa de transformação da ferrita bainítica na austenita previamente deformada.
- Independente da condição de processamento, a reação bainítica é caracterizada por apresentar um único pico na taxa de transformação, ou seja, sem um segundo estágio claramente definido nas curvas de cinética.
- O particionamento de carbono da ferrita bainítica para a austenita causa uma expansão no parâmetro de rede da austenita. Essa expansão é menos pronunciada quando a reação bainítica ocorre na austenita previamente deformada, sendo este comportamento mais acentuado quando a temperatura de deformação é reduzida. Isso é explicado pela segregação de átomos de carbono em discordâncias da austenita.
- A expansão do parâmetro de rede austenita continua, a um menor passo, durante o período de estase da reação bainítica. Esse comportamento é atribuído a reações de revenimento na microestrutura durante o resfriamento, levando à uma redistribuição de carbono para a austenita não transformada.
- O alargamento da reflexão $\{220\}_\gamma$, durante a reação bainítica, é atribuído principalmente a heterogeneidade química na austenita não transformada. Durante o início do período de estase da transformação, as interfaces γ/α_b sofrem um relaxamento de tensões, evidenciado por uma redução significativa do FWHM. A magnitude deste fenômeno é reduzida quando a reação

bainítica ocorre na austenita processada termomecanicamente, e pronunciada quando a microestrutura contém uma quantidade significativa de ferrita proeutetóide.

- O alargamento da reflexão $\{211\}\alpha$ aumenta continuamente durante a reação bainítica por resfriamento contínuo, ao contrário do observado sob condição isotérmica. A deformação prévia da austenita aumenta a densidade de defeitos cristalinos da ferrita bainítica. O fenômeno de relaxamento das interfaces γ/α_b , observado na austenita remanescente, não ocorre ou é fortemente suprimido na reflexão $\{211\}\alpha$ durante o período de estase.

2) Comparação dos resultados obtidos via dilatometria e difração síncrotron *in situ*

- Durante a reação bainítica, as amostras processadas termomecanicamente apresentam uma expansão macroscópica significativamente maior do que a condição de referência ($\epsilon=0\%$), enquanto que as frações volumétricas, determinadas pelos dados de difração síncrotron, são bastante similares no ponto de máxima expansão.
- A discrepância entre a máxima expansão e a correspondente fração volumétrica de ferrita bainítica pode estar relacionada ao fato de que a expansão global da amostra contém ambas as contribuições de dilatação e cisalhamento, oriundas dos mecanismos de formação da bainita.
- A conversão do sinal de dilatometria para fração transformada de fase foi realizada com base na extrapolação linear e não-linear da contração térmica da austenita e ferrita bainítica. Considerando como referência os resultados obtidos via difração síncrotron, a cinética determinada pela dependência linear da contração térmica apresentou uma melhor concordância do que a aproximação não-linear. Assim, a cinética da reação bainítica obtida por medições de dilatometria (análise global) é condizente com aquela obtida pelos dados de difração síncrotron (análise local), exceto quando a reação bainítica é precedida por uma quantidade significativa de ferrita proeutetóide. Isso é explicado pela heterogeneidade da distribuição de ferrita ao longo da seção longitudinal do corpo de prova.

3) Resultados obtidos via caracterizações *ex situ*

- As microestruturas obtidas, com ou sem deformação, consistem de bainita granular (ferrita bainítica e uma rede de estruturas compostas de austenita retida estabilizada por carbono e constituintes M/A). A fração volumétrica de austenita retida não é alterada pela condição de processamento termomecânico. Na presença significativa de ferrita proeutetóide, a microestrutura resultante próximo às interfaces de ferrita/austenita apresenta um alto grau de refinamento em relação à microestrutura bainítica geral.
- A redução da temperatura de deformação, além de causar um refinamento microestrutural, aumenta a densidade de constituintes M/A, conseqüentemente, aumentando a dureza da microestrutura bainítica em relação a condição sem deformação. A formação de ferrita proeutetóide (16 wt.%) não causa uma redução de dureza na microestrutura bainítica, quando comparada às amostras processadas termomecanicamente sem ferrita.
- A análise comparativa via EBSD, entre as condições $\epsilon = 0\%$ e $\epsilon = 40\%$ ($950-0,05 \text{ s}^{-1}$), mostrou que a densidade de blocos de austenita retida não é significativamente afetada pela deformação prévia da austenita. Contudo, uma maior densidade de áreas contendo constituintes M/A foi identificada na amostra deformada. Além disso, uma seleção de variantes mais pronunciada ocorre na austenita previamente deformada. Essa tendência pode estar associada ao comportamento de dilatação pronunciada durante a reação bainítica nas amostras processadas termomecanicamente.
- Microestruturas contendo ferrita bainítica e austenita retida, podem ser obtidas via rotas de processamento termomecânico com resfriamento contínuo no aço C-Mn-Si-Cr-Mo empregado nesta pesquisa. Embora geralmente indesejada na microestrutura bainítica, a presença de ferrita proeutetóide pode proporcionar uma combinação atrativa de propriedades mecânicas, uma vez que os resultados aqui obtidos, mostram que a ferrita prévia não reduz de forma acentuada a dureza da microestrutura, além de promover um refinamento microestrutural.

4.3 TRANSFORMAÇÃO DINÂMICA DA AUSTENITA EM BAINITA

4.3.1 Introdução

Uma transformação dinâmica (DT) em aços é descrita como uma transformação de fases que ocorre durante um processo de deformação plástica (215), sendo as primeiras evidências sobre a DT documentadas em 1932 (216). Por exemplo, a transformação dinâmica da austenita retida em martensita à temperatura ambiente (efeito TRIP), tem sido extensamente estudada em aços Fe-C-Mn-Si, bem como a transformação dinâmica da austenita para ferrita, no campo austenítico ou bifásico. As transformações dinâmicas mencionadas acima, foram consideravelmente estudadas em diversas famílias de aços.

Por outro lado, a transformação dinâmica da austenita em bainita (denominada aqui de $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$), é pouco documentada na literatura, sendo que a maioria das evidências sobre a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ é baseada na detecção de pontos de inflexão nas curvas tensão-deformação na faixa de 500 °C a 350 °C (9,13,49) – por exemplo, alteração da taxa de encruamento, devido a transformação da austenita para uma fase de maior resistência mecânica (no caso, ferrita bainítica). Além disso, evidências da transformação bainítica induzida por deformação da austenita retida (entre 150 °C a 300 °C), têm sido relatadas recentemente na literatura em aços com efeito TRIP (217).

Por outro lado, apesar de progressos significativos no entendimento do efeito da ação de tensões constantes (abaixo do limite de escoamento) no desenvolvimento de microestruturas bainíticas (218–220), a evolução microestrutural durante a transformação dinâmica da bainita carece de evidências em tempo real. Uma das dificuldades encontradas no estudo das transformações de fase dinâmicas, por técnicas convencionais como dilatométrica, é o efeito sobreposto da variação do comprimento induzido pela transformação e da redução do comprimento da amostra, ou seja, a expansão associada a transformação de fase não pode ser mensurada levando em conta apenas o monitoramento unidimensional do corpo de prova.

A $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ é uma reação complexa, uma vez que os mecanismos intrínsecos da formação da bainita – nucleação, crescimento, seleção de variantes, autocatálise, enriquecimento de carbono da austenita – estão sinergicamente relacionados com a geração de discordâncias “dinâmicas” durante o processo de deformação plástica. É importante frisar que o termo “dinâmicas” é aqui empregado para descrever um cenário, onde a densidade e subestruturas de discordâncias varia continuamente em regime de deformação plástica.

Em termos de rotas de processamento termomecânico, a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ pode proporcionar novas perspectivas em relação a uma redução do consumo energético em cadeias de processamento, uma vez que o processo de deformação plástica e transformação de fase ocorrem simultaneamente. Além disso, como vantagens, podem ser citados a produção de componentes no formato “*near net shape*”, com baixa quantidade de carepa resultante da oxidação da peça, melhor controle dimensional/geométrico do componente e ganho de resistência mecânica adicional por encruamento. Contudo, deve-se ressaltar que alta resistência a deformação plástica, intrinsecamente relacionada a microestrutura bainítica, requerer um conhecimento aprofundado do processo de deformação e comportamento plástico dos materiais, uma vez que a deformação a morno introduz fortes cargas mecânicas nos equipamentos de conformação (221).

Desta forma, considerando a importância tecnológica e a falta de evidências experimentais *in situ*, esta seção tem como principal objetivo investigar a evolução microestrutural durante e após a transformação dinâmica da austenita em bainita.

4.3.2 Rotas de processamento termomecânico

Na Figura 82 é apresentada de forma esquemática as rotas de processamento termomecânico, desenvolvidas para o estudo da transformação dinâmica da bainita. De forma geral, as amostras foram aquecidas com uma taxa de 10 °C/s até 1050 °C, sendo austenitizadas por 2 min. Ao término desta etapa, empregou-se uma taxa de resfriamento de 10 °C/s para suprimir a formação de ferrita proeutetóide, sendo o resfriamento interrompido no patamar de temperatura de 500 °C. Nesta temperatura, foram realizadas as deformações compressivas⁹. É importante ressaltar que as deformações foram realizadas abaixo da temperatura B_s (528 °C – Seção 3.1).

Na rota de processamento designada como $\varepsilon = 0\%$ na Figura 82, a amostra é mantida na temperatura isotérmica de 500 °C por 32 segundos e então resfriada continuamente a uma taxa de 0,5 °C/s até a temperatura ambiente. Este tratamento foi conduzido apenas para efeitos de comparação (amostra de referência) com os tratamentos envolvendo etapas de deformação.

O ciclo de processamento $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) foi desenvolvido para o estudo da $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ a partir de uma microestrutura 100 % austenítica. É importante mencionar que a deformação com taxa de

⁹ Os parâmetros de deformação dos corpos de prova (°C, ε e $\dot{\varepsilon}$) foram selecionados com base nas limitações técnicas do dilatômetro empregado neste trabalho.

0,05 s⁻¹ foi aplicada imediatamente após a temperatura registrada pelo termopar estabilizar em 500 °C. Além disso, foi considerada desprezível a nucleação de ferrita bainítica antes da etapa de deformação.

O tratamento $\epsilon = 20\%$ (0,01 s⁻¹) envolve a formação de uma microestrutura bainítica previamente a etapa de deformação, que foi conduzida com uma taxa de deformação relativamente lenta de 0,01 s⁻¹. Por meio desta estratégia, a evolução microestrutural durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha_b)}$ pode ser analisada a partir do regime elástico até o plástico. Após isso, a amostra foi mantida por cinco segundos na temperatura isotérmica e então resfriada até a temperatura ambiente.

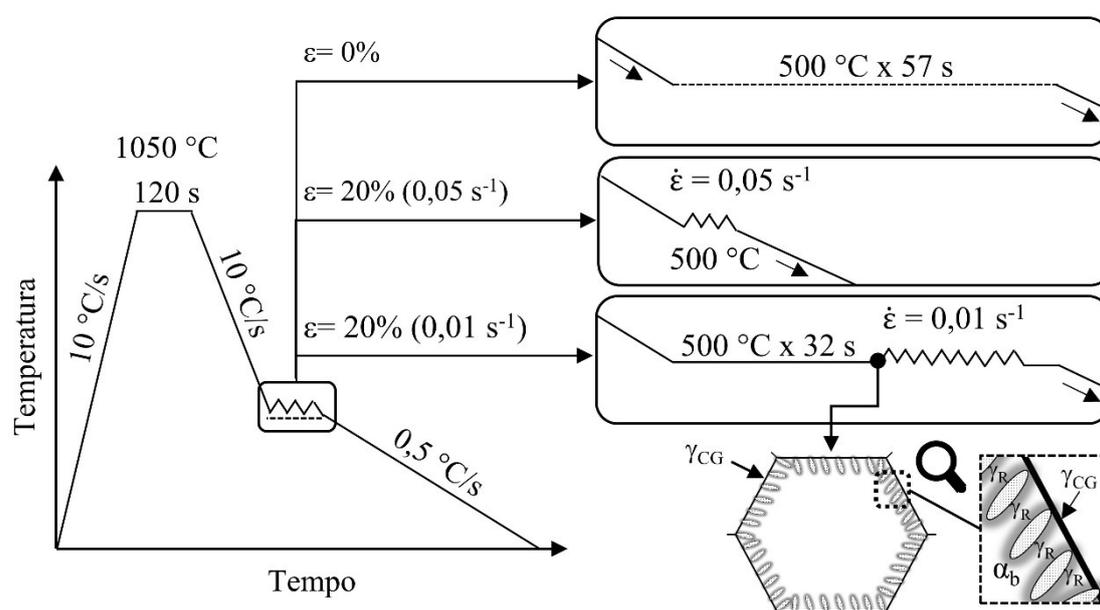


Figura 82. Representação esquemática das rotas de processamento desenvolvidas ($\epsilon = 0\%$, $\epsilon = 20\%$ (0,05 s⁻¹) e $\epsilon = 20\%$ (0,01 s⁻¹)) para o estudo da transformação dinâmica da austenita em bainita. Desenho esquemático ilustrando um grão austenítico com a respectiva microestrutura, formada ao final da etapa isotérmica no tratamento $\epsilon = 20\%$ (0,01 s⁻¹). α_b , γ_R e γ_{CG} representam ferrita bainítica, austenita retida e contorno de grão austenítico, respectivamente. Fonte: Elaborado pelo autor.

De modo a facilitar a explicação dos resultados, as condições experimentais apresentadas nesta seção são nomeadas da seguinte forma:

- $\epsilon = 0\%$: sem deformação (referência);
- $\epsilon = 20\%$ (0,05 s⁻¹): deformação partindo de uma microestrutura completamente austenítica;
- $\epsilon = 20\%$ (0,01 s⁻¹): deformação partindo de uma microestrutura com formação prévia de ferrita bainítica.

A evolução microestrutural na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) durante a etapa isotérmica antecedente a deformação é apresentada na Figura 83, na qual é possível verificar que tanto a fração volumétrica de fase (Figura 83 (a)) quanto a dilatação do corpo de prova ($\Delta L/l_0$) (Figura 83 (b)) evidenciam o início da decomposição da austenita em bainita. Além da fração de ferrita bainítica, a Figura 83 (a) também associa o teor de carbono da austenita como uma função do tempo. Nesta figura, é possível perceber um pequeno incremento na concentração de carbono em solução sólida na austenita, devido ao carbono particionado da ferrita bainítica.

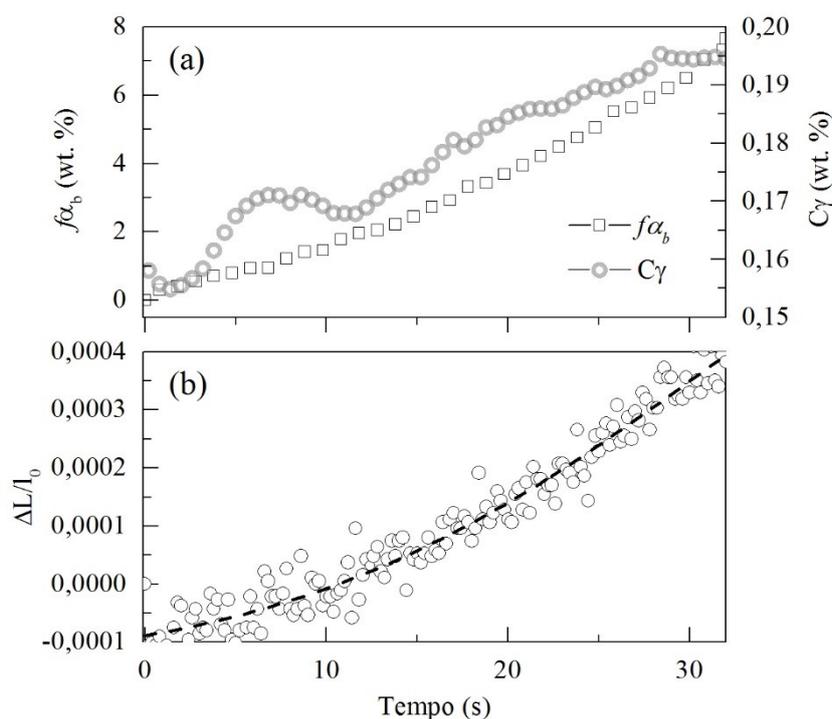


Figura 83. Evolução da microestrutura durante a etapa isotérmica a 500 °C ($\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$)): (a) Fração de ferrita bainítica (f_{α_b}) e teor de carbono em solução sólida na austenita como uma função do tempo. (b) Variação de comprimento relativo da amostra em função do tempo. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.3 Evolução microestrutural durante a deformação

A evolução da temperatura do corpo de prova registrado pelo termopar durante a deformação é mostrada na Figura 84. Percebe-se que as maiores variações de temperatura ocorrem no início do processo de deformação, e são proporcionais a taxa de deformação. A variação máxima de temperatura registrada foi de $\approx 4\text{ °C}$ abaixo do valor nominal de 500 °C , sendo esta variação corrigida pelo sistema de aquecimento do dilatômetro. Esta redução de temperatura está provavelmente

associada a uma pequena perda de calor entre as faces da amostra e as placas do dilatômetro. Assim, tal variação de temperatura é considerada como um artefato experimental, sendo sua influência na evolução microestrutural desprezível durante a deformação.

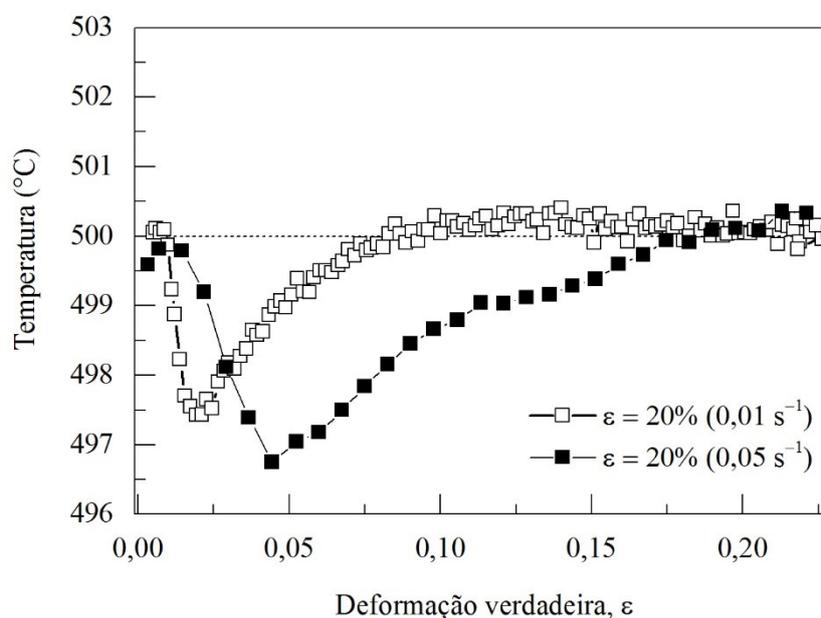


Figura 84. Evolução da temperatura dos corpos de prova em função da deformação verdadeira a 500 °C. Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 85 apresenta a sequência de padrões de difração 1D, obtidos durante a etapa de deformação plástica. Nas figuras 85 (a) e (b) não é possível identificar claramente a presença de picos associados a carbonetos. As reflexões indicadas pela seta ($2\theta \sim 2,22^\circ$ e $\sim 2,75^\circ$) são atribuída às inclusões de sulfeto de manganês (MnS), como observado na referência (222). Embora os padrões de difração obtidos por radiação síncrotron apresentem uma alta relação sinal/ruído e resolução 2θ , a confiabilidade na detecção de carbonetos de transição é baixa (223). De toda a forma, a precipitação de cementita será considerada como desprezível durante o processo de deformação.

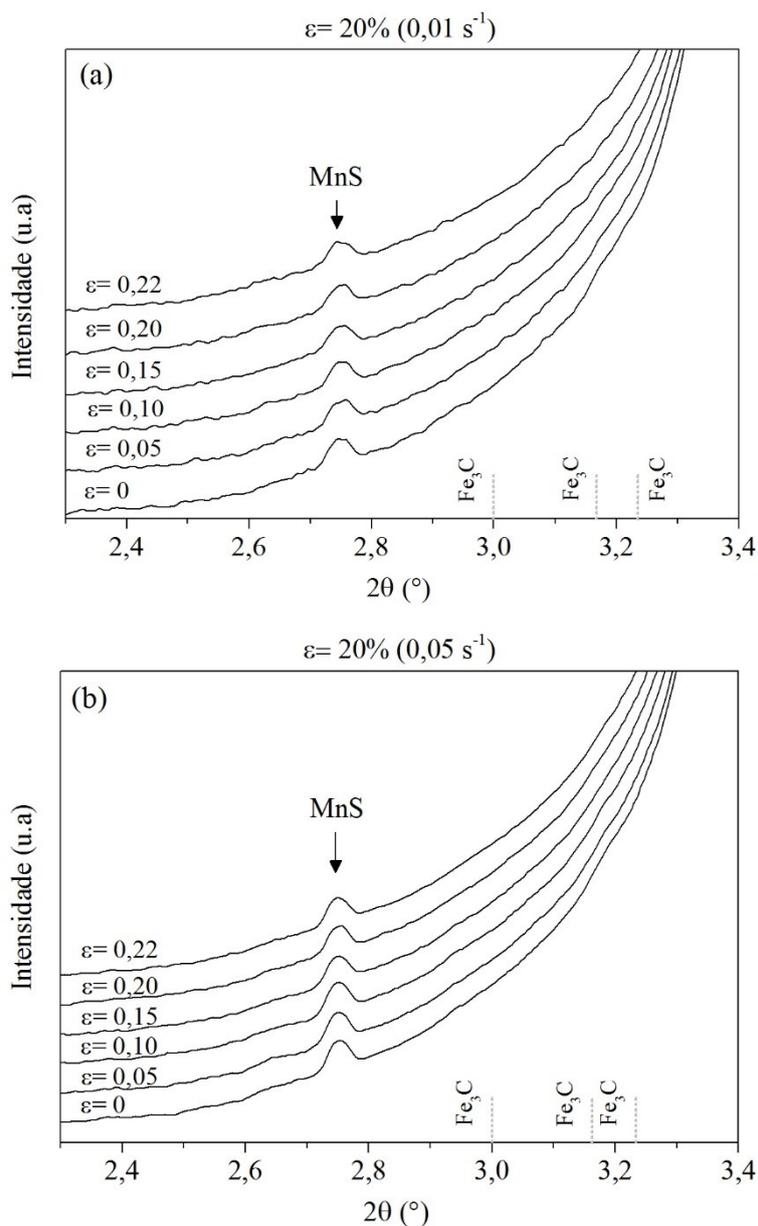


Figura 85. Difratogramas obtidos ao longo da etapa de deformação a 500 °C: (a) $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) e (b) $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$). A seta indica a reflexão referente a inclusão de sulfeto de manganês (MnS). As linhas verticais pontilhadas indicam as posições esperadas para os picos de Fe_3C . Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.3.1 Fração volumétrica de ferrita bainítica

Na Figura 86 é apresentado o comportamento das curvas tensão-deformação (σ - ε) e fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) como uma função da deformação verdadeira. A região delimitada pela cor cinza nos gráficos representa o limite elástico da austenita, definido com base na tensão de escoamento de 132 MPa, calculada pelo modelo empírico proposto por Bohemen (68). É possível

observar nas Figuras 86 (a) e (c) que as taxas de encruamento (curvas $d\sigma/d\varepsilon$) refletem um regime de recuperação dinâmica (224), levando em consideração que a deformação foi conduzida na região de não-recristalização da austenita. A $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$, partindo de uma microestrutura 100% austenítica, é detectada pelo desvio na taxa de encruamento em relação a linha de tendência pontilhada na Figura 86 (a). Nas referências (9,13), é relatado um aumento na taxa de encruamento da austenita após 10% de deformação na temperatura de 400 °C, sendo esta alteração no encruamento relacionada com o início da transformação bainítica em um aço Fe-0,4C-3Si-1Cr-0,9(Mn+Mo). Outros autores também reportaram aumentos abruptos nas curvas σ - ε na temperatura de 300 °C, relacionados a formação de bainita durante a deformação acima de $\varepsilon = 0,3$, em um aço bainítico com 0,4 C wt.% (49). Contudo, nenhum dos trabalhos mencionados apresentaram evidências quantitativas da transformação de fase, ou seja, da fração transformada durante a deformação.

De forma a confirmar que a alteração nas curvas σ - ε é de fato relacionada a transformação dinâmica da bainita, a Figura 86 (b) apresenta a fração volumétrica de ferrita bainítica determinada com base nos padrões de difração síncrotron, coletados durante o processo de deformação. Nesta figura, é interessante observar que a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ ocorre após uma deformação crítica $\varepsilon > 0,1$, de maneira similar ao reportado na literatura (9,13), onde é sugerido que o início da transformação acontece após um certo tempo ou nível de deformação ser atingido, semelhante também a transformação dinâmica da austenita para ferrita (184). O início da DT na Figura 86 (b) concorda razoavelmente bem com o ponto de inflexão na curva $d\sigma/d\varepsilon$ ($\varepsilon \approx 0,13$). Isto confirma que o início da transformação pode ser detectado pelo aumento da taxa de encruamento durante a compressão, como sugerido na literatura. Ao final do ciclo de deformação, a fração de bainita transformada é de aproximadamente 7 wt.%.

Na Figura 86 (c) nota-se que no início da compressão (regime elástico) um pico na taxa de encruamento é observado, possivelmente associado a presença de ferrita bainítica na microestrutura deformada. Este pico da curva $d\sigma/d\varepsilon$ é possivelmente associado ao efeito de ancoramento das discordâncias e/ou contornos de grão pelas subunidades de bainita, uma vez que estas subunidades se formam nos contornos de grão austeníticos (34,68). É importante frisar que a ocorrência da recuperação dinâmica não é responsável pelo início da DT, uma vez que a fração volumétrica de $f_{\alpha b}$ não varia significativamente no regime elástico. Após a transição do regime elástico para o plástico, é evidente que o incremento da deformação estimula de forma significativa a formação da bainita. O aumento linear na tensão, durante a compressão acima de $\varepsilon = 0,05$, além do pico de tensão macroscópica de ≈ 690 MPa ao final da deformação, são fortes evidências que a austenita está se transformando de maneira pronunciada em uma fase com maior resistência à deformação plástica (no

caso, ferrita bainítica). Essa afirmação é adicionalmente corroborada pelo fato de que a deformação com uma taxa de $0,05 \text{ s}^{-1}$ (Figura 86 (a)) gera um pico de tensão 32% menor em comparação com a taxa de $0,01 \text{ s}^{-1}$ (Figura 86 (c)).

Na Figura 86 (d) é observado que a taxa de transformação (curva $df\alpha_b / d\varepsilon$) exibe uma tendência monotônica de $\varepsilon \sim 0,015$ até cerca de $\varepsilon \sim 0,16$, evidenciando diferentes cinéticas nesta faixa. É razoável inferir que a interação entre o crescimento das subunidades e formação de discordâncias, durante a deformação plástica, reflete o comportamento da curva $df\alpha_b / d\varepsilon$. Quando uma fração crítica de bainita é atingida durante a compressão, um efeito de restrição imposta pela matriz bainítica dificulta o movimento das discordâncias na austenita, o que eventualmente desacelera a transformação, explicando o decaimento na taxa de formação da bainita por unidade de deformação para $\varepsilon > 0,16$. Esta redução também pode indicar que a transformação se aproxima do período de estase. Este fenômeno, no entanto, não pode ser avaliado sob regime de deformação plástica, devido às limitações técnicas do dilatômetro (em termos de força máxima).

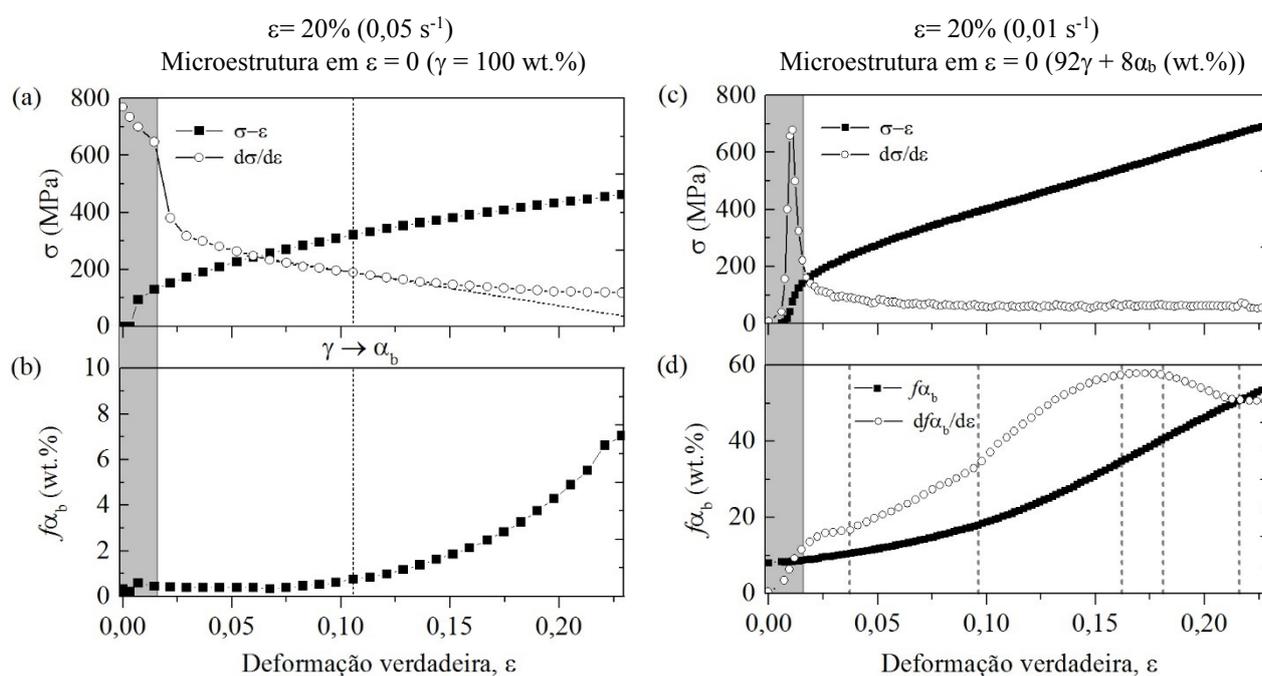


Figura 86. (a) e (c) curva tensão-deformação verdadeira, (b) e (d) fração volumétrica de ferrita bainítica como uma função da deformação verdadeira a $500 \text{ }^\circ\text{C}$. A linha vertical em (a) e (b) representa o início da transformação dinâmica da bainita. As linhas pontilhadas verticais sobrepostas no gráfico (d) indicam os pontos de inflexão na taxa de transformação. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor.

A fração volumétrica de ferrita bainítica, formada no final da etapa de deformação plástica, não é reportada nos poucos estudos disponíveis sobre este tópico (por exemplo nas referências (9,13,49)). Portanto, uma comparação direta com os resultados aqui apresentados não é possível. Por outro lado, o fato da transformação dinâmica iniciar após o escoamento da austenita ser atingido (Figura 86 (d)) é reportado na literatura (13).

A Figura 87 apresenta a cinética da transformação dinâmica da bainita em comparação com a amostra de referência (transformação puramente isotérmica a 500 °C). Adicionalmente, são plotados os resultados obtidos por Guo (35), na temperatura isotérmica de 490 °C e 460 °C, para um aço bainítico (Fe-0,22C – 1,37Mn – 0,91Si – 1,54Cr – 0,14Mo – 0,06Ni (wt.%)). Observa-se que a decomposição da austenita em bainita é acelerada (cerca de 11 vezes mais rápida) durante a deformação em comparação ao tratamento isotérmico a 500 °C. Nesta temperatura, a cinética da reação $\gamma \rightarrow \alpha_b$ é tipicamente lenta, devido à baixa força motriz, resultante do pequeno grau de super-resfriamento entre a temperatura B_s e a temperatura de transformação isotérmica (225). Nota-se que a cinética da amostra $\varepsilon=0\%$ (500 °C) apresenta um boa concordância com a transformação isotérmica (490 e 460 °C) de um aço bainítico com baixo teor de carbono, reportado na referência (35).

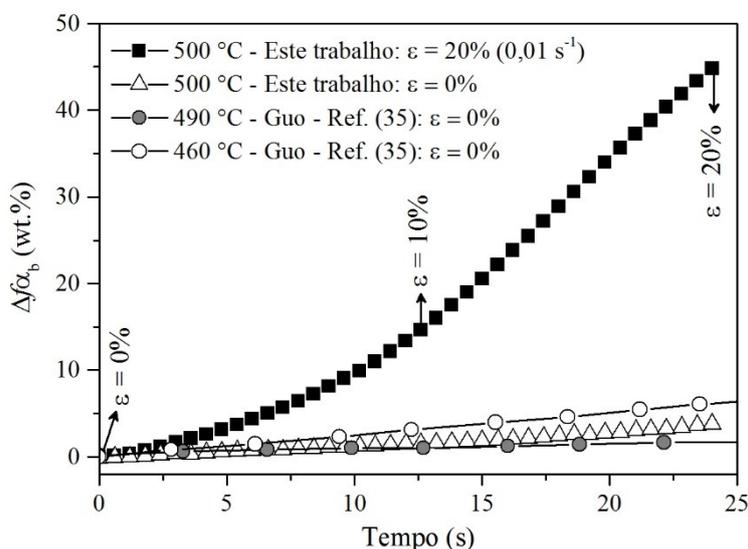


Figura 87. Variação da fração volumétrica de ferrita bainítica a 500 °C na condição experimental $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) em comparação com o tratamento isotérmico de referência ($\varepsilon=0\%$). Os dados são comparados com a transformação bainítica isotérmica (490 °C e 460 °C - sem deformação) em um aço de baixo carbono (35). Para todos os conjuntos de dados, o tempo de referência $t=0\text{ s}$ é contado após 32 s na temperatura isotérmica (ver tratamento $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) na Figura 82). Os estágios da deformação (0, 10 e 20%) são indicados durante a transformação dinâmica. Fonte: Elaborado pelo autor com dados da referência (35).

Na literatura, um grande número de autores sugerem que a deformação plástica da austenita retarda a cinética da transformação bainítica, devido ao fenômeno de estabilização mecânica da austenita (30,46,226,227). Por outro lado, o fenômeno de estabilização mecânica é comumente observado quando a austenita é deformada sem transformação de fase prévia. Assim, a aceleração da transformação bainítica durante a deformação plástica, mostrada na Figura 87, leva ao raciocínio que o fenômeno de estabilização é fortemente suprimido, devido a nucleação de ferrita bainítica antes da etapa de deformação. O efeito de aceleração, observado na transformação dinâmica, é possivelmente explicado pela geração e interação de discordâncias durante a deformação plástica/transformação de fase. De fato, investigações em aços bainíticos encontradas na literatura, sugerem que a estrutura de discordâncias introduzida pela deformação na austenita influencia pronunciadamente a cinética de transformação sob condições isotérmicas (11,12). Desta forma, considerando um cenário “dinâmico” de discordâncias durante a DT, é proposto que a formação de discordâncias móveis, devido a deformação plástica, é responsável pelo progresso da transformação bainítica. Discordâncias móveis podem aumentar a habilidade de acomodação e auto-acomodação plástica das interfaces γ/α_b , além de prevenir o acúmulo de defeitos cristalinos frente as subunidades de α_b . Além disso, a introdução de defeitos cristalinos na austenita impacta significativamente no aumento da cinética da transformação de fase (184,215), devido ao acréscimo de sítios de nucleação para a bainita (27), e também pelo aumento local da difusividade do carbono na γ (228).

4.3.3.2 *Parâmetro de rede*

A Figura 88 apresenta a evolução dos parâmetros de rede da austenita (a_γ) e ferrita bainítica (a_{α_b}), determinados na direção axial, radial e 45° em relação a direção de compressão. Os parâmetros a_γ e a_{α_b} (Figura 88 (a) e (b), respectivamente) apresentam tendências similares em relação a direção azimutal. A direção radial apresenta os maiores valores, enquanto que a orientação de 45° reflete uma tendência média entre as direções axial e radial. Isso é explicado pela natureza da distorção dos anéis de difração durante a compressão uniaxial, assumindo formas elípticas devido as deformações com sinais opostos entre as direções axial e radial (116). É importante ressaltar que os dados de a_{α_b} na Figura 88 (b) são mostrados após uma fração transformada maior que 1 %, o que explica a dispersão nos valores de a_{α_b} . Na Figura 88 (a), é possível observar que a ocorrência da $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha_b)}$ a partir de uma microestrutura 100% austenítica não afeta significativamente a_γ , que aumenta ou diminui de acordo com a direção azimutal.

A Figura 88 (c) apresenta o comportamento de a_γ durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha_b)}$ a partir de uma microestrutura contendo $\gamma + \alpha_b$. É possível observar, em todas as direções azimutais, um comportamento não-linear na evolução de a_γ para $\varepsilon > 0,15$. Essa tendência não é observada no parâmetro de rede da ferrita bainítica (Figura 88 (d)), onde a_{α_b} é praticamente linear em todas as direções azimutais. No geral, o parâmetro de rede da austenita pode ser afetado pelos seguintes fatores: deformação macroscópica do reticulado cristalino; expansão térmica devido aquecimento adiabático gerado pela deformação plástica; formação de carbonetos; e enriquecimento por carbono. Estes fatores são discutidos nos próximos parágrafos.

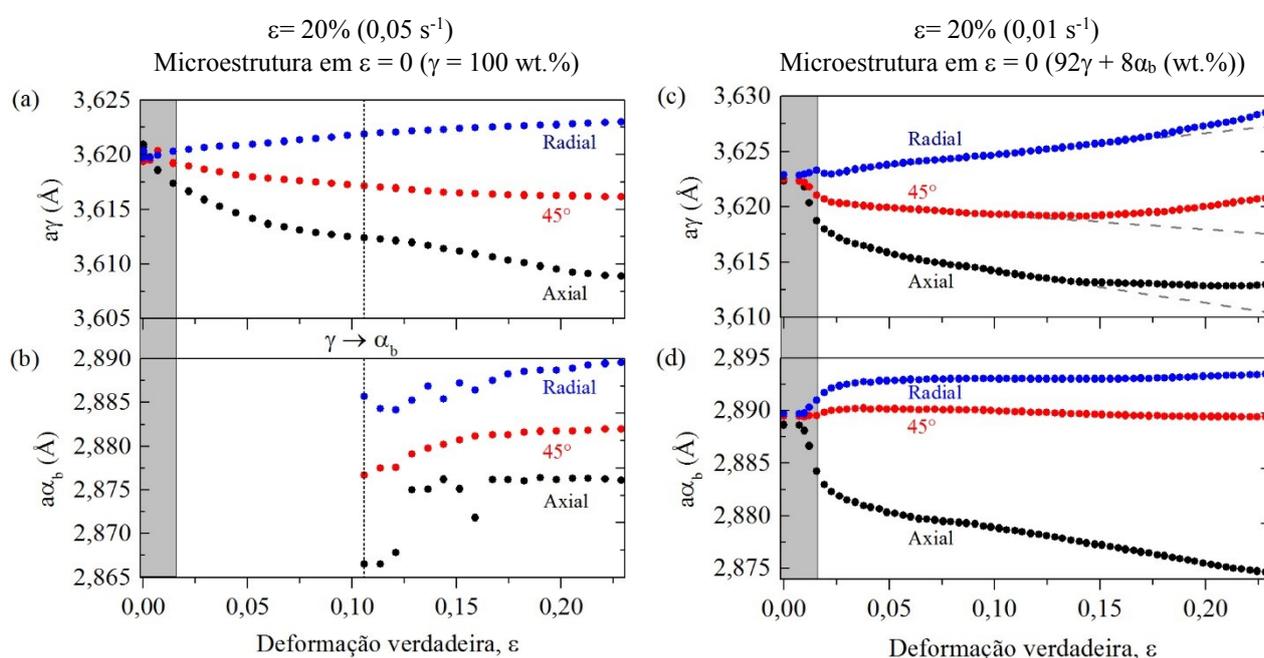


Figura 88. Evolução do parâmetro de rede médio da austenita em (a) e (c) e ferrita bainítica em (b) e (d), como uma função da deformação verdadeira. As orientações axial, radial e 45° são relacionadas à direção de compressão no corpo de prova. A linha vertical em (a) e (b) representa o início da transformação dinâmica da bainita. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor.

Como discutido anteriormente na Figura 85, a precipitação significativa de carbonetos não foi observada nos padrões de difração coletados durante a deformação. Desta forma, a formação de cementita é considerada como desprezível durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha_b)}$. Caso contrário, o carbono da γ seria eventualmente consumido pela formação de cementita, levando a uma contração do parâmetro de rede da γ (104,229), ou seja, uma tendência contrária ao observado na Figura 88 (c). A ocorrência de aquecimento adiabático devido a deformação plástica é considerada como desprezível, uma vez que

o sistema de aquecimento do dilatômetro tende a compensar qualquer aumento ou redução de temperatura no corpo de prova. Além disso, conforme já discutido anteriormente, a variação de temperatura do corpo de prova durante a compressão é desprezível (ver novamente Figura 84). Assim, pode-se inferir que tanto a formação de carbonetos quanto a temperatura do corpo de prova não são responsáveis pela não linearidade de a_γ observada na Figura 88 (c).

Considerando as discussões apresentadas acima, a evolução de a_γ durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ é associada a dois fatores: a distorção do reticulado cristalino induzido pela deformação macroscópica, e uma mudança no teor médio de carbono da austenita. O aumento contínuo e significativo da fração volumétrica de ferrita bainítica, durante a DT na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) (mostrada anteriormente na Figura 87), promove o enriquecimento de carbono da austenita. Considerando que o carbono causa uma expansão do reticulado cristalino da austenita (127,229), tal fenômeno pode promover um efeito oposto à distorção da rede imposta pela deformação macroscópica. Assim, a não linearidade observada de a_γ é explicada pelo enriquecimento por carbono da austenita.

O carbono apresenta um efeito isotrópico na expansão do parâmetro de rede da austenita (99,230), ou seja, o carbono expande de maneira proporcional o reticulado cristalino nas direções axial e radial. Por outro lado, a distorção da rede induzida pela deformação macroscópica é essencialmente anisotrópica. Assim, uma vez que a informação cristalográfica do parâmetro a_γ foi avaliada nas direções axial e radial, a mudança na posição dos picos de difração resultante do enriquecimento de carbono da austenita, pode ser separada da contribuição mecânica gerada pelo processo de deformação com base na seguinte expressão (99,231):

$$\nu(a_\gamma) = \left[\left(\Delta a_{\gamma(\text{Radial})} \right) + \nu \left(\Delta a_{\gamma(\text{Axial})} \right) \right] / (1 + \nu) \quad (\text{Equação 11})$$

Onde, $\nu(a_\gamma)$ é a mudança relativa no parâmetro de rede devido ao enriquecimento de carbono, $\Delta a_{\gamma(\text{Radial})}$ e $\Delta a_{\gamma(\text{Axial})}$ são a variação do parâmetro de rede da austenita nas orientações radial e axial, respectivamente. O coeficiente de Poisson (ν) calculado para a austenita na temperatura de $500 \text{ }^\circ\text{C}$ foi de 0,281. Neste mesmo patamar de temperatura, o valor de 0,354 foi adotado para a ferrita bainítica de acordo com a literatura (232).

Na Figura 89 (a) e (b) é apresentada a evolução do parâmetro de rede da austenita nas orientações axial e radial, e também o parâmetro de rede compensado pela razão de Poisson $\nu(a_\gamma)$. A fração volumétrica de ferrita bainítica é mostrada no eixo superior das abscissas. Considerando a deformação de uma microestrutura 100% austenítica (Figura 89 (a)), a tendência apresentada por

$\nu(a_\gamma)$ é praticamente constante durante a compressão. Isso é explicado pela baixa fração transformada durante a DT, conseqüentemente, implicando em uma relativa baixa quantidade de carbono particionada para a austenita. Por outro lado, o aumento contínuo na fração volumétrica de α_b , mostrado na Figura 89 (b), reflete em um incremento significativo no enriquecimento de carbono da austenita; $\nu(a_\gamma)$ aumenta a partir de $\varepsilon \approx 0,13$ ($f\alpha_b \sim 25$ wt.%). É importante frisar que o parâmetro $\nu(a_\gamma)$ é uma evidência indireta do aumento da concentração média de carbono na γ , não contabilizando as variações locais na composição, o que explica porque $\nu(a_\gamma)$ não varia significativamente durante os estágios iniciais da DT ($f\alpha_b < 25$ wt.%). Além disso, para $\varepsilon < 0,13$, o carbono particionado pode ser eventualmente capturado pelas discordâncias e outros defeitos cristalinos gerados pela deformação plástica, o que conseqüentemente pode contribuir em uma menor magnitude para a expansão do parâmetro de rede.

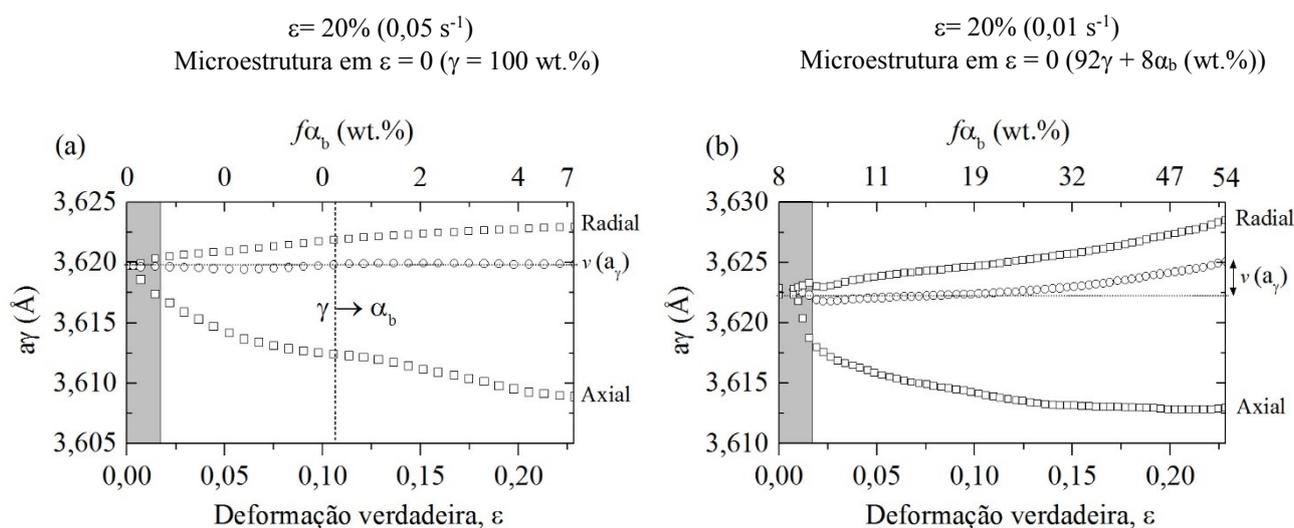


Figura 89. Evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ - axial e radial) e $\nu(a_\gamma)$ (considerando a razão de Poisson) como uma função da deformação verdadeira. A linha pontilhada vertical em (a) representa o início da transformação dinâmica da bainita. A fração volumétrica de ferrita bainítica transformada é mostrada no eixo superior das abscissas. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor.

A aplicação da Equação 11 também foi realizada no conjunto de dados do parâmetro de rede da ferrita bainítica, com o intuito de analisar possíveis mudanças no comportamento do particionamento dos elementos de liga. Os resultados de $\nu(a\alpha_b)$ na Figura 90 (a) são pouco conclusivos, devido ao espalhamento nos dados de $a\alpha_b$. Por outro lado, na Figura 90 (b), onde a DT ocorre durante todo o processo de deformação, é possível observar que o parâmetro $\nu(a\alpha_b)$ não varia

significativamente de acordo com aumento contínuo da fração volumétrica de $f\alpha_b$, o que é de fato esperado, pois a ferrita bainítica não apresenta enriquecimento de carbono durante sua transformação. Esse resultado experimental sugere que a evolução de $a\alpha_b$ é atribuída unicamente ao efeito de restrição da austenita circundante durante a deformação plástica.

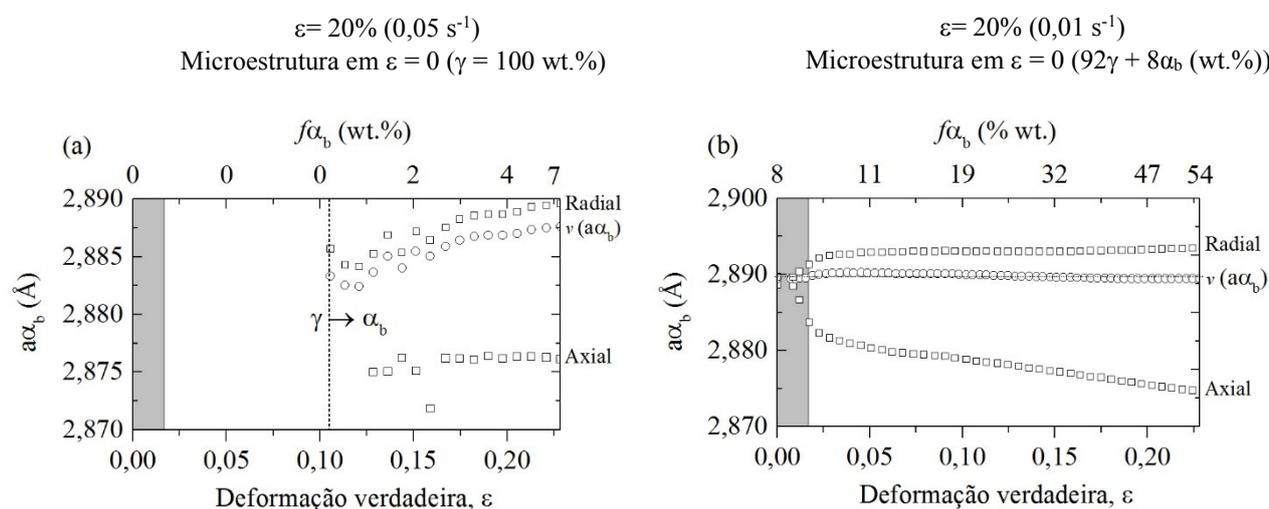


Figura 90. Evolução do parâmetro da ferrita bainítica ($a\alpha_b$ - orientação axial e radial) e $\nu(\alpha_b)$ (considerando a razão de Poisson) como uma função da deformação verdadeira. A linha pontilhada vertical em (a) representa o início da transformação dinâmica da bainita. A fração volumétrica de ferrita bainítica transformada é mostrada no eixo superior das abscissas. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.3.3 Análise dos picos de difração

Durante a transformação dinâmica da austenita em bainita, o alargamento das reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$ foi analisado com base no FWHM, de modo a investigar a evolução da densidade de defeitos cristalinos em ambas as fases. Com o intuito de construir um conhecimento prévio sobre o fenômeno estudado, o alargamento dos picos de difração foi avaliado em um experimento adicional de difração síncrotron *in situ* sob condições isotérmicas ($\dot{\epsilon} = 0\%$). Esses resultados são apresentados no Apêndice B. Devido a cinética relativamente lenta da reação $\gamma \rightarrow \alpha_b$ na amostra de referência a 500 °C (condição $\dot{\epsilon} = 0\%$, discutida adiante na seção 4.3.3.4), a temperatura de 430 °C foi selecionada para acelerar a reação e, assim, avaliar a evolução dos picos de difração durante a reação bainítica isotérmica. De acordo com os resultados obtidos, as seguintes conclusões podem ser feitas:

- O FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ é praticamente constante após o início da reação bainítica, implicando que a densidade de defeitos cristalinos na ferrita bainítica permanece constante durante a transformação;
- O FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ não aumenta de forma considerável durante os estágios iniciais da reação bainítica (fração transformada < 39 wt.%). A partir desse ponto o FWHM aumenta de forma pronunciada, uma vez que o enriquecimento por carbono da austenita, que é uma função da fração transformada, se torna significativo.

Na amostra deformada com microestrutura completamente austenítica ($\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) - Figura 91 (a)), o FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ aumenta na medida que a transformação dinâmica avança. Observa-se que o início da DT ($\gamma \rightarrow \alpha_b$) ($\varepsilon > 0,10$) é acompanhado por uma ligeira redução na taxa de alargamento da reflexão $\{220\}\gamma$ em $\varepsilon \approx 0,13$. Isso sugere que a nucleação e crescimento das subunidades de α_b consome parte das discordâncias geradas na austenita, um comportamento similar ao reportado durante a nucleação da ferrita induzida pela deformação (184).

Como já exposto no início desta seção, o FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ não apresenta variação significativa durante os estágios iniciais da reação bainítica isotérmica ($f_{\alpha_b} < 39$ wt.% à $430 \text{ }^\circ\text{C}$ - Figura 119 (b) Apêndice B). Assumindo essa premissa durante a DT, o alargamento do pico de difração observado na Figura 91 (b), abaixo de $\varepsilon \sim 0,17$ ($f_{\alpha_b} < 39$ wt.%), pode estar relacionado principalmente à deformação plástica da austenita, ao invés dos efeitos da própria transformação bainítica. Partindo da consideração de que a ocorrência de deformação plástica é associado ao alargamento do pico de difração (233), a maior taxa observada no pico $\{220\}\gamma$ sugere que a deformação plástica tende a se concentrar na austenita e não na ferrita bainítica transformada dinamicamente. Além disso, a diminuição significativa na taxa de alargamento na reflexão $\{211\}\alpha$ ($\varepsilon > 0,05$) é um indício que os defeitos de rede são acumulados preferencialmente na austenita.

Na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) (Figura 91 (b)), percebe-se que a taxa de aumento do FWHM é significativamente maior para a reflexão $\{220\}$ do que para $\{211\}$. Ao passo que a fração transformada aumenta, a austenita acumula defeitos cristalinos oriundos da formação da bainita (discordâncias, e heterogeneidades químicas provenientes do carbono particionado) e deformação macroscópica. Neste cenário, os defeitos introduzidos na austenita podem ser herdados pela bainita que se forma subsequentemente (8,189–191), o que explica o aumento constante no FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ durante a DT. Além disso, a geração de deformações elásticas não homogêneas nas subunidades de α_b recém formadas também pode ser uma contribuição adicional para o alargamento

de pico. Vale ressaltar que sob condições isotérmicas ($\varepsilon = 0\%$), o FWHM da reflexão $\{211\}$ permanece praticamente inalterado durante a transformação.

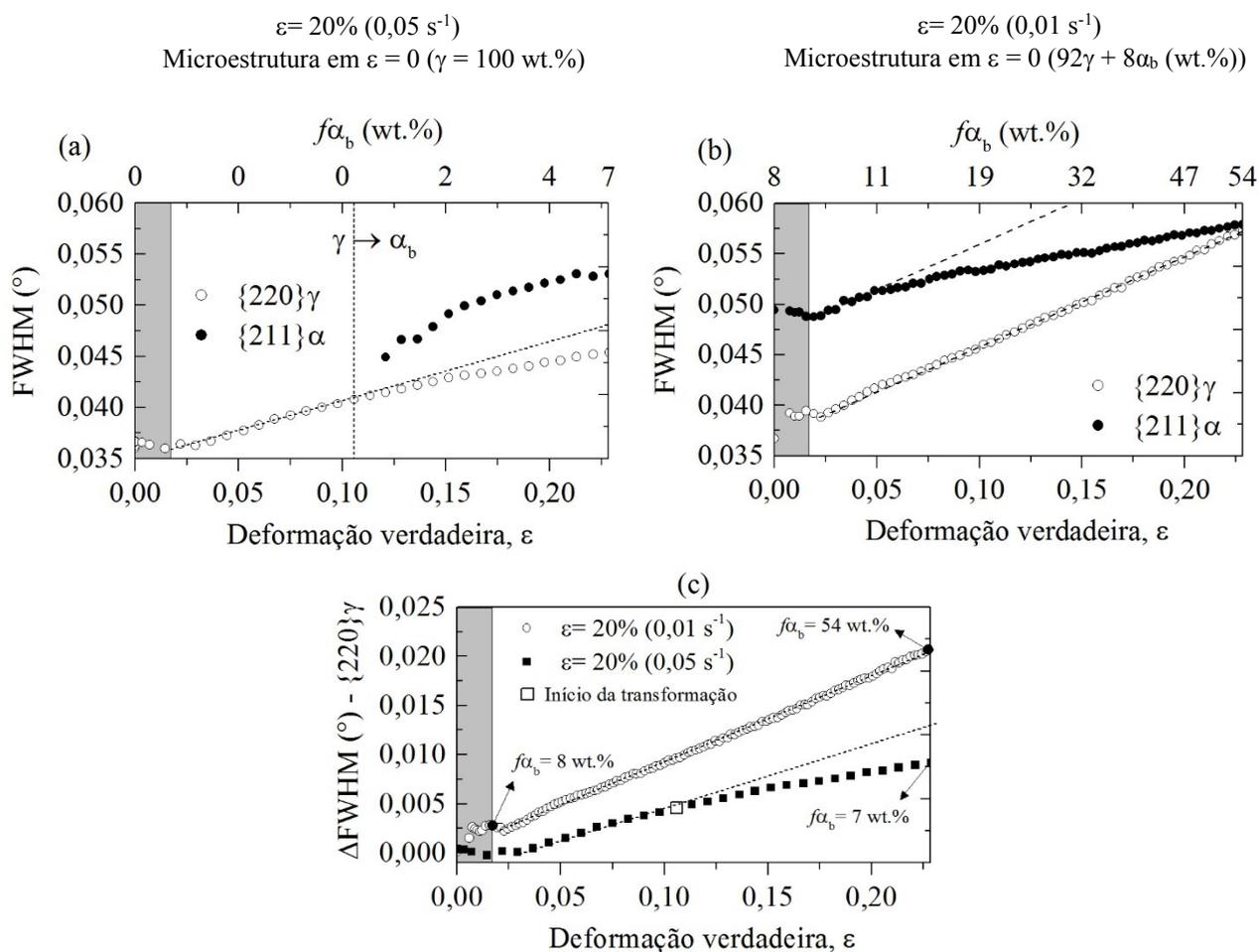


Figura 91. Evolução do FWHM das reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$ como uma função da deformação verdadeira e fração transformada de bainita: (a) $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) e (b) $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). Variação absoluta do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ em (c). A linha pontilhada vertical em (a) representa o início da transformação dinâmica de austenita para bainita. O limite elástico da austenita é definido pela região sombreada nos gráficos. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 91 (c) é mostrada a variação absoluta do FWHM $\{220\}\gamma$ durante a DT. Nota-se que uma menor taxa de deformação produz um maior alargamento de pico. Esse comportamento é uma forte evidência de que a transformação bainítica ocorre de forma significativa durante a deformação plástica, uma vez que na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$), o FWHM é principalmente afetado pela introdução de discordância devido a deformação plástica. Portanto, é possível concluir que existe uma relação direta entre a variação absoluta do FWHM e a ocorrência da transformação bainítica durante a deformação plástica.

4.3.3.4 Comparação da cinética: Transformação dinâmica e isotérmica

Na Figura 92 é comparada a evolução geral na microestrutura na amostra de referência (sem deformação a 500 °C), com a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ a 500 °C sob taxa de deformação $0,01 \text{ s}^{-1}$ em função do tempo. É possível observar que não ocorre variação significativa no FWHM dos picos (Figura 92 (a)) e nos parâmetros de rede (Figura 92 (b) e (c)) de ambas as fases na amostra sem deformação. Portanto, pode-se concluir que as tendências observadas durante a deformação nas figuras 92 (d, e, f) são consequências diretas dos fenômenos que controlam a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$.

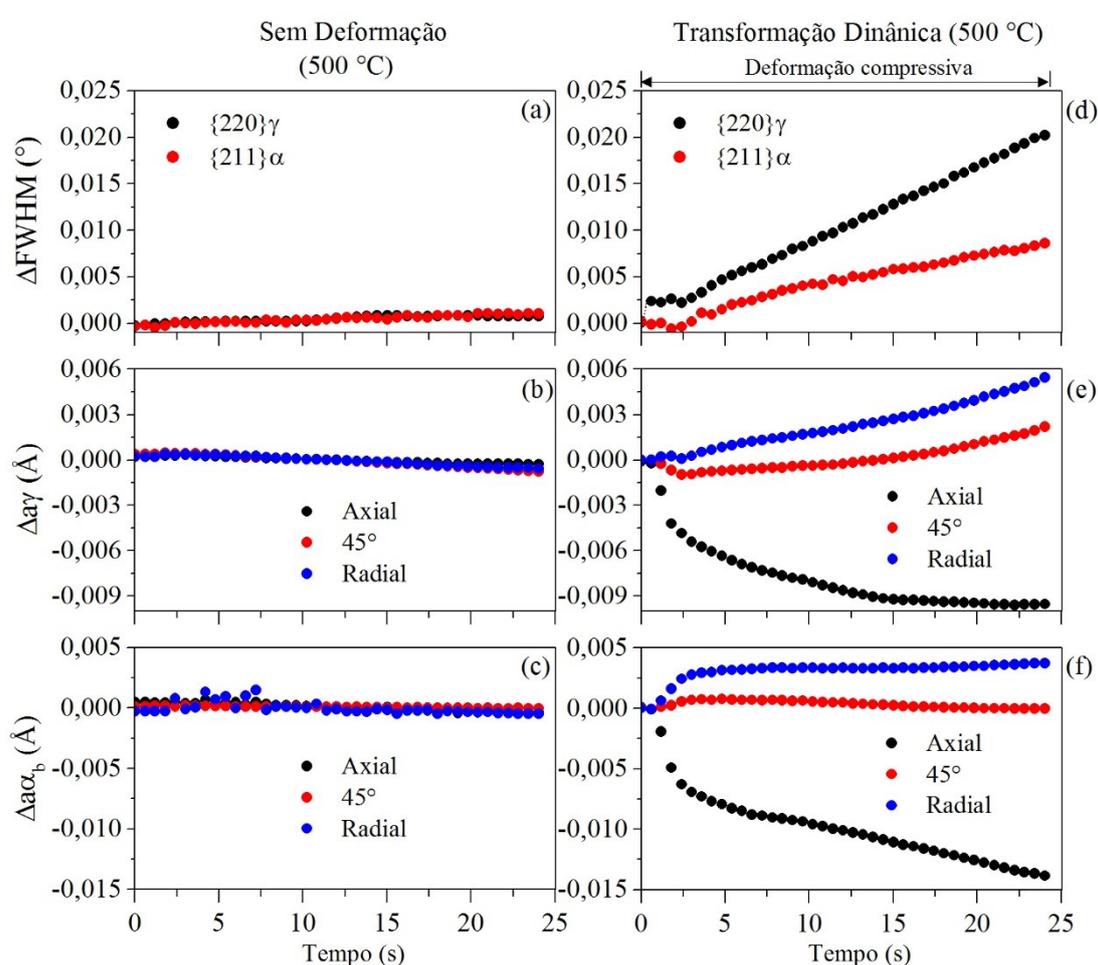


Figura 92. Comparação da evolução microestrutural durante a transformação bainítica sem compressão a 500 °C (gráficos à esquerda) e $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ a 500 °C (durante a compressão, gráficos à direita): (a) e (d) FWHM das reflexões $\{220\}\gamma$ e $\{211\}\alpha$; (b) e (e) parâmetro de rede da austenita ($a\gamma$); (c) e (f) parâmetro de rede da ferrita bainítica ($a\alpha_b$). Para todos os conjuntos de dados, o tempo de referência $t = 0 \text{ s}$ é contado após 32 s na temperatura isotérmica (ver tratamento $\epsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) na Figura 82). Em todos os gráficos, a variação do FWHM, $a\gamma$ e $a\alpha_b$ é absoluta. Fonte: Elaborado pelo autor.

De modo a comparar a transformação dinâmica da bainita com a da ferrita, a Figura 93 (a) apresenta a evolução da fração volumétrica de ferrita bainítica durante a etapa de deformação a 500 °C, comparada com os resultados da transformação dinâmica da ferrita em um aço Fe-10Ni-0,1C (wt.%) (deformado em compressão a 480 °C ($0,001 \text{ s}^{-1}$) (184). Nota-se que a fração volumétrica de ferrita por unidade de deformação é bastante similar a fração transformada de ferrita bainítica durante a deformação (condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$)). Essa tendência pode ser melhor visualizada na Figura 93 (b), na qual as curvas foram deslocadas no eixo das ordenadas, de modo que o valor inicial seja zero. Neste gráfico é possível perceber que a variação absoluta da fração volumétrica de fase (Δf - ferrita e ferrita bainítica) é praticamente idêntica durante a deformação. Embora a composição química da liga de aço e parâmetros de deformação empregados na referência (184) sejam diferentes dos aqui apresentados, pode-se inferir que ambas transformações dinâmicas (ferrítica e bainítica) compartilham alguns mecanismos de transformação de fase em comum. Por exemplo, de acordo com a referência (184), a transformação dinâmica da ferrita pode ocorrer durante a etapa de deformação devido à introdução de defeitos na austenita. Como foi discutido anteriormente, os resultados experimentais obtidos na presente investigação, sugerem que a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ também é um processo controlado pela introdução de defeitos na austenita. Essa consideração, poderia explicar razoavelmente a similaridade entres as curvas de fração volumétrica (ferrita e bainita) durante a deformação (Figura 93).

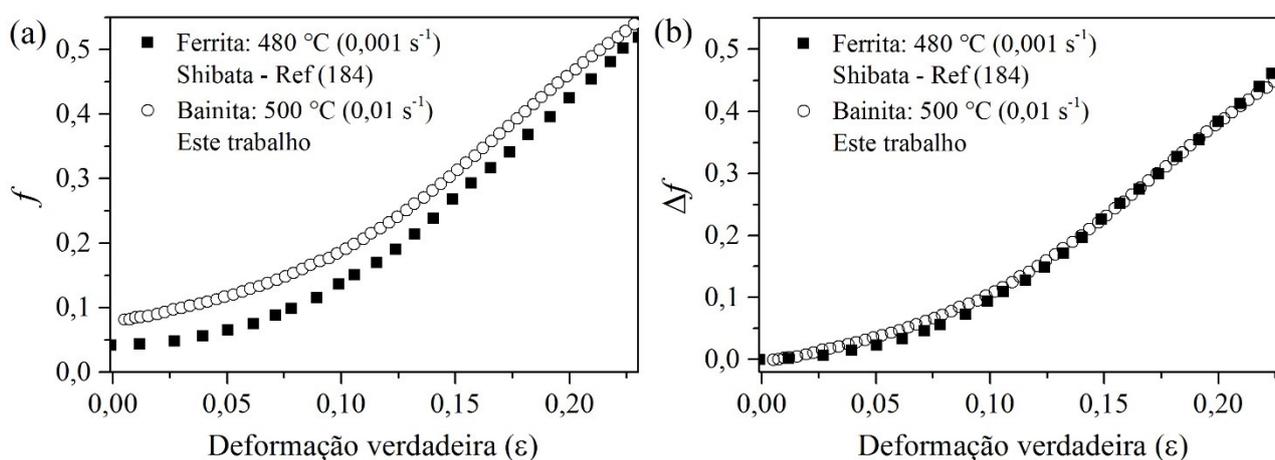


Figura 93. (a) Evolução da fração transformada (f) em função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da bainita a 500 °C em comparação com a transformação dinâmica da ferrita a 480 °C (184). (b) variação absoluta (Δf) da fração transformada como uma função da deformação verdadeira. Fonte: Elaborado pelo autor com dados da referência (184).

4.3.4 Evolução microestrutural após a transformação dinâmica

Na Figura 94 é apresentada a variação da fração volumétrica de ferrita bainítica nos primeiros instantes após a DT. É possível observar que $f\alpha_b$ aumenta significativamente na condição $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$), enquanto que a evolução da transformação na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) é pouco expressiva. Embora a evolução microestrutural nas amostras foi consideravelmente diferente durante a etapa de deformação, é razoável inferir que o período de quase estagnação observado na Figura 94 (b) é relacionado ao efeito de restrição geométrica¹⁰, uma vez que este fenômeno se torna significativo em estágios intermediários da transformação (27).

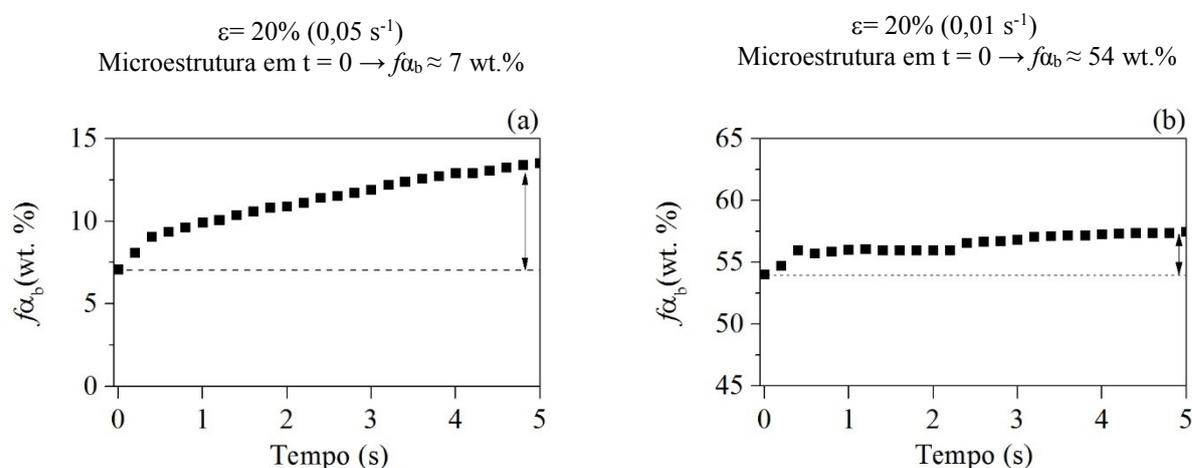


Figura 94. Resposta microestrutural em termos de fração volumétrica de bainita durante os primeiros instantes após a deformação: (a) condição experimental $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e (b) $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$). O instante $t=0\text{ s}$ apresenta os dados relativos a microestrutura registrada no final da etapa de deformação ($\varepsilon=0,228$). Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 95 (a) e (b), a redução do valor do FWHM das reflexões $\{220\}\gamma$ e $(211)\alpha$ evidencia que a estrutura de discordâncias produzida durante a DT não é permanente tanto na austenita como na bainita. Isso é explicado por fenômenos de recuperação estática (234), uma vez que a microestrutura, após a DT, permaneceu em um patamar de temperatura relativamente elevado. Também se observa que o FWHM da austenita (após sua estabilização) é significativamente maior na condição $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$). Esse comportamento é atribuído a maior fração transformada de bainita durante a deformação, que conseqüentemente, induz uma maior densidade de defeitos cristalinos na austenita remanescente.

¹⁰ Restrições geométricas: particionamento geométrico do grão austenítico pelas subunidades e feixes de bainita, levando ao refinamento da austenita, o que dificulta o crescimento de novas subunidades de α_b (27).

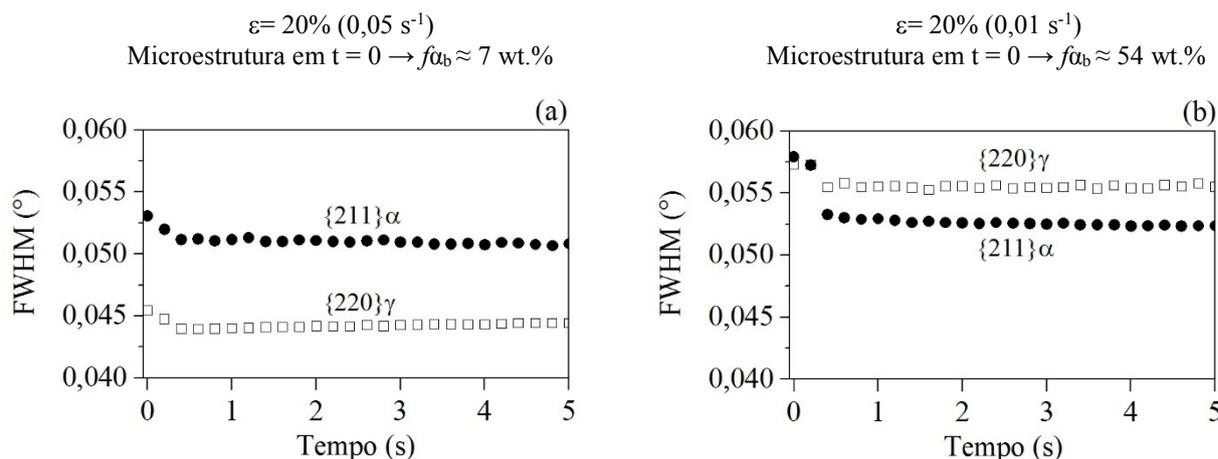


Figura 95. Resposta microestrutural em termos de alargamento de pico (FWHM) durante os primeiros instantes após a deformação. (a) condição experimental $\epsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) e (b) $\epsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). O instante $t = 0 \text{ s}$ apresenta os dados relativos a microestrutura registrada no final da etapa de deformação ($\epsilon = 0,228$). Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 96 (a) e (c), é possível constatar que o efeito da deformação macroscópica sobre a distorção dos parâmetros de rede (axial e radial) em ambas as fases é praticamente reversível. Além disso, a maior fração transformada de bainita, durante a deformação na condição $\epsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), reflete em um maior enriquecimento por carbono na austenita, o que explica os maiores valores de a_γ na Figura 96 (c). Por outro lado, a variação do parâmetro de rede da austenita definida pela razão de Poisson $\nu(a_\gamma)$ permanece praticamente inalterada na Figura 96 (a) e (c). Isso significa que a tendência de $\nu(a_\gamma)$ é de fato relacionada ao enriquecimento por carbono da austenita. Na hipótese de $\nu(a_\gamma)$ ser atribuído unicamente à deformação macroscópica, seria esperado, durante os primeiros instantes após a deformação, um comportamento similar ao verificado no parâmetro de rede nas direções axial e radial.

Na Figura 96 (b) e (d), os valores de a_{α_b} retornam a um patamar próximo daquele verificado antes da deformação, enquanto $\nu(\alpha_b)$ se mantém inalterado. Tal comportamento evidencia indiretamente que nenhuma mudança significativa ocorre no comportamento de partição dos elementos de liga durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha_b)}$. Caso contrário, uma mudança significativa da condição de paraequilíbrio (apenas partição de carbono) para ortoequilíbrio (partição de elementos substitucionais) levaria a uma diminuição permanente no parâmetro a_{α_b} (axial) após a deformação. Essa explicação é análoga à relatada na referência (184) para a transformação dinâmica da ferrita, na qual a deformação acelera a difusão do manganês da ferrita para a austenita, levando a uma diminuição permanente no parâmetro de rede da ferrita após a etapa de compressão. Portanto, os

resultados experimentais mostrados na Figura 96 (b) e (d) sugerem que o efeito de restrição da austenita circundante é o principal mecanismo que afeta o parâmetro de rede da ferrita bainítica durante a DT.

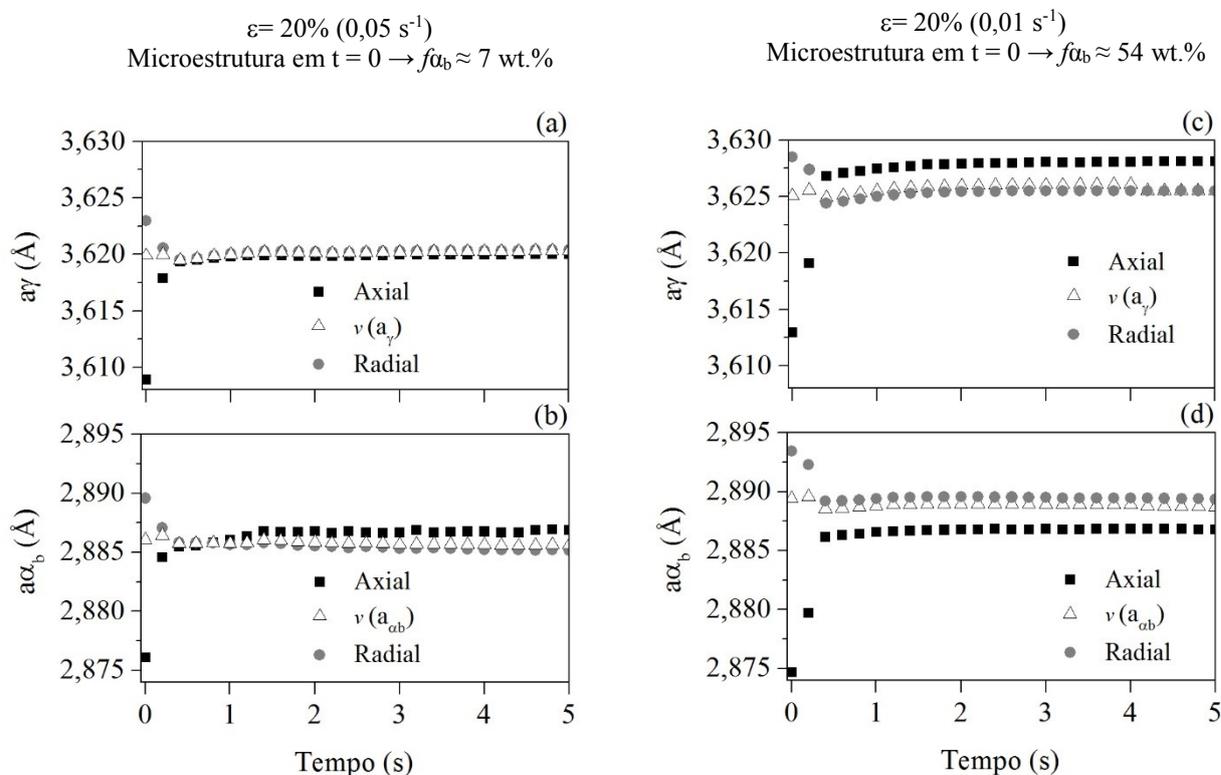


Figura 96. Resposta microestrutural em termos de variação no parâmetro de rede durante os primeiros instantes após a deformação. Condição experimental $\epsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) (gráficos à esquerda) e $\epsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) (gráficos à direita). Parâmetro de rede da austenita (a_γ) em (a) e (c) e parâmetro de rede da ferrita bainítica (a_{α_b}) em (b) e (d). Os símbolos $\nu(a_\gamma)$ e $\nu(a_{\alpha_b})$ representam o parâmetro de rede da austenita e ferrita bainítica de acordo com a razão de Poisson, respectivamente. O instante $t = 0 \text{ s}$ apresenta os dados relativos a microestrutura registrada no final da etapa de deformação ($\epsilon = 0,228$). Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.4.1 Comparação da cinética obtida por dilatometria e difração *in situ*

Na Figura 97 é apresentada a evolução da transformação bainítica durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$, subsequente a transformação dinâmica), em termos de fração volumétrica de ferrita bainítica (Figura 97 (a)) e variação de comprimento relativo da amostra (Figura 97 (b)). A interpretação destes resultados deve levar em conta a microestrutura de cada amostra no início do resfriamento. Na condição experimental $\epsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$), a deformação da austenita reduz a cinética da transformação bainítica em relação a condição de referência (Figura 97 (a)). Isso possivelmente é

explicado pelo efeito da estabilização mecânica da austenita após a transformação dinâmica. Por outro lado, na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), a fração de bainita não aumenta de forma significativa em comparação as demais amostras durante o resfriamento. Tal comportamento já é esperado, visto que uma fração considerável de bainita foi induzida durante a etapa de compressão.

Outro comportamento interessante a ser observado na Figura 97 (a) é que o regime de estase ($< 300 \text{ }^\circ\text{C}$) parece ser mais pronunciado na condição $\varepsilon = 0\%$. Nas amostras onde a DT precede o resfriamento, f_{α_b} continua aumentando lentamente. Esse resultado sugere que a formação dos constituintes martensita-austenita (M/A) pode ser mais pronunciado nas amostras deformadas. Esse comportamento será abordado em maiores detalhes adiante na seção 4.3.4.3.

Na Figura 97 (b) são apresentadas as curvas de dilatométrica das amostras durante o resfriamento contínuo. Na condição experimental $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), a variação de comprimento $\Delta L/l_0$ é pouco expressiva, uma vez que grande parte da transformação de fase ocorreu durante a DT na etapa de compressão. Essa tendência é similar àquela observada na curva de fração volumétrica obtida por difração (Figura 97 (a)). Na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$), na qual a DT resultou em uma fração volumétrica de bainita $\approx 7 \text{ wt.}\%$, a dilatação do corpo de prova durante o resfriamento é substancialmente maior do que para a condição sem deformação. Esse resultado é questionável, uma vez que a cinética obtida por difração (Figura 97 (a)) indica que a fração volumétrica de ferrita bainítica em torno de $300 \text{ }^\circ\text{C}$ é significativamente menor para a condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) em relação a $\varepsilon = 0\%$. Esta discrepância é possivelmente explicada devido a dilatação macroscópica da amostra, durante a reação bainítica, possuir tanto a componente de dilatação como cisalhamento. Assim, não é razoável relacionar a expansão macroscópica na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) com a fração transformada obtida a partir do volume investigado por radiação síncrotron. É importante ressaltar que o fenômeno de dilatação anormal foi observado durante a reação bainítica na austenita deformada em temperaturas mais elevadas ($950 \text{ }^\circ\text{C}$ e $850 \text{ }^\circ\text{C}$ - ver novamente seção 4.2.7 – Figura 74). Também se percebe que as tendências das curvas de dilatométrica se diferenciam das curvas de fração volumétrica pela presença de inflexões, indicadas pelas setas na Figura 97 (b). A comparação direta entre os resultados de dilatométrica e difração síncrotron será abordada nos próximos parágrafos.

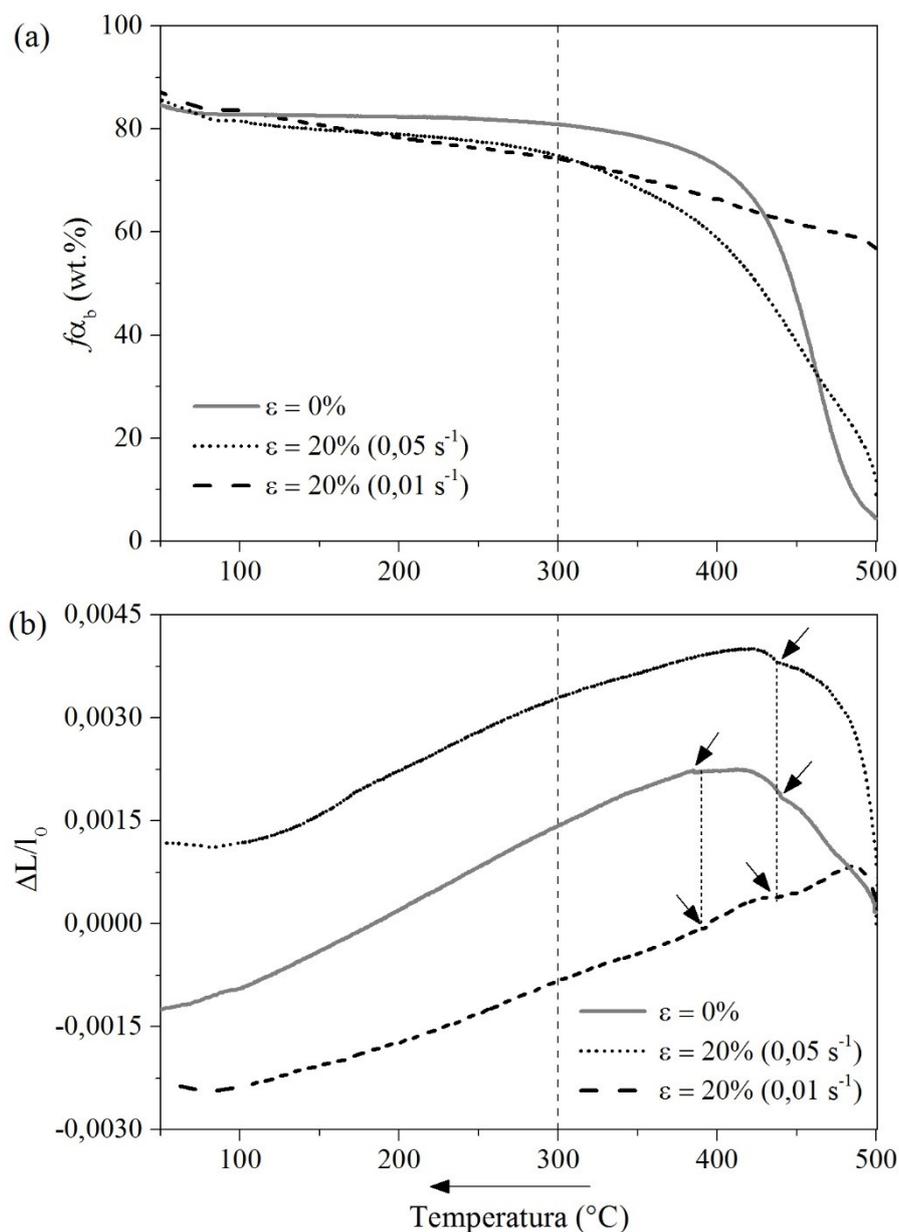


Figura 97. Fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) determinada pelos padrões de difração síncrotron em (a) e variação do comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) em (b) como uma função da temperatura, após a transformação dinâmica. A condição $\varepsilon = 0$ é apresentada para fins de comparação. A taxa de resfriamento para todas as condições é de $0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$. A linha vertical tracejada em (a) e (b) representa o início do período de estase da transformação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma comparação direta entre os resultados de dilatométrica e difração síncrotron é apresentada na Figura 98. O incremento na variação de comprimento relativo da amostra ($\Delta L/l_0$) e variação do volume específico total ($\Delta V/V_0$), na faixa de temperatura entre 500-400 $^\circ\text{C}$, são diretamente relacionados a reação bainítica. No volume investigado por radiação síncrotron, $\Delta V/V_0$ foi calculado

considerando ou não o enriquecimento por carbono da austenita durante a reação bainítica. É possível observar que as tendências gerais apresentadas pelas curvas de dilatométrica concordam razoavelmente com a evolução da variação de volume específico total. Em relação a variação absoluta durante a reação bainítica, $\Delta V/V_0$ (com enriquecimento por carbono) e $\Delta L/l_0$ apresentam um comportamento bastante similar na condição $\varepsilon = 0\%$. No entanto, percebe-se que a expansão mensurada por dilatométrica é significativamente maior do que $\Delta V/V_0$ na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$). Nesta condição, a variação dimensional da amostra é muito significativa para ser apenas atribuída a uma maior expansão da austenita, uma vez que $\Delta V/V_0$ com e sem enriquecimento por carbono é bastante similar entre as condições $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon = 0\%$ (Figura 98 (a) e (b), respectivamente). Portanto, considerando como referência os resultados de difração, é possível inferir que a alteração dimensional do corpo de prova, durante a reação bainítica, não é proporcional a uma mudança na fração volumétrica de ferrita bainítica. Na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), é observado uma ligeira expansão durante o início do resfriamento, sendo essa expansão somente observada na curva $\Delta L/l_0$.

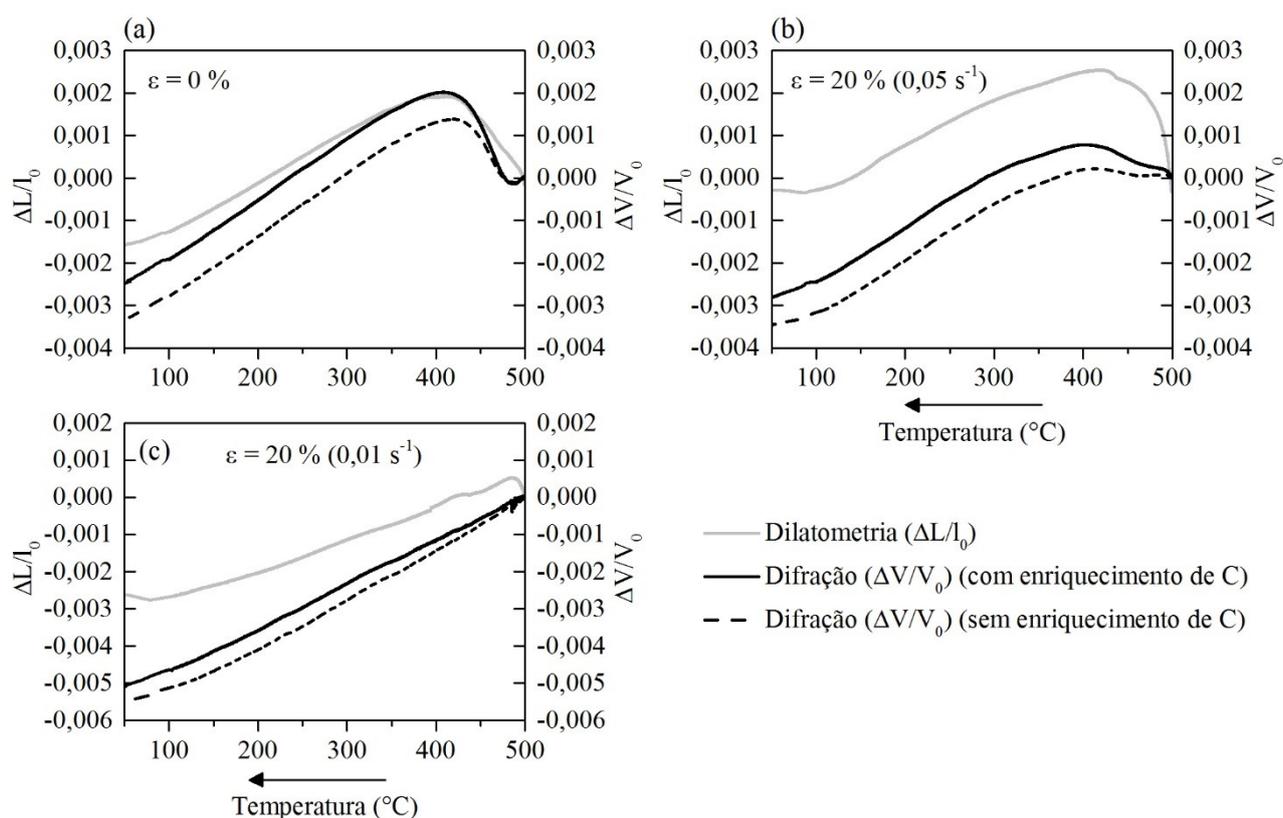


Figura 98. Variação do comprimento relativo ($\Delta L/l_0$) da amostra mensurada pelo ensaio de dilatométrica como uma função da temperatura. O eixo y secundário apresenta a variação do volume específico total ($\Delta V/V_0$), calculado de acordo com os dados de difração, considerando ou não o enriquecimento por carbono da austenita. Fonte: Elaborado pelo autor.

De maneira a proporcionar uma comparação direta entre a dilatação da amostra, mensurada por dilatométrica, e a fração volumétrica de ferrita bainítica obtida pelos dados de difração, as curvas $\Delta L/l_0$ mostradas anteriormente na Figura 98 foram convertidas para fração transformada de bainita empregando a regra da alavanca. Para isto, foram utilizadas tanto a aproximação linear quanto não-linear para descrever a expansão térmica da austenita e ferrita bainítica. Estes resultados são apresentados na Figura 99, onde a fração transformada foi comparada com os resultados obtidos por difração síncrotron. Vale mencionar que $f\alpha_b = 1,0$ representa a máxima fração volumétrica obtida de ferrita bainítica.

Na condição de referência ($\varepsilon = 0\%$) mostrada na Figura 99 (a), é possível concluir que a fração transformada calculada por dilatométrica apresenta uma boa concordância com os resultados obtidos via difração. Considerando os resultados de difração como referência, é possível inferir que a expansão linear das fases apresenta resultados mais próximos daqueles obtidos pela expansão não-linear. Contudo, quando a reação bainítica ocorre na austenita deformada (Figuras 99 (b) e (c)), a fração transformada de bainita calculada pela dilatométrica (expansão térmica linear e não-linear), tende a superestimar significativamente os resultados obtidos por difração na faixa de 500-300 °C. Esse resultado evidencia que a expansão macroscópica da amostra não é proporcional a fração transformada no volume investigado por difração.

Na região destacada da Figura 99 (c), notam-se inflexões (indicadas pelas setas) sobre as curvas $f\alpha_b$ determinadas por dilatométrica, evidenciando um aumento gradual na fração transformada na faixa de 500 °C até ≈ 390 °C. Essa tendência não é identificada na curva obtida por difração, sugerindo que a expansão macroscópica da amostra, pode conter fenômenos que geram distorções no sinal de dilatométrica, isto é, variações dimensionais não diretamente relacionadas ao grau de transformação de fase. Por exemplo, devido a formação significativa de bainita (≈ 46 wt.%) durante a etapa de compressão na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), fenômenos associados a redistribuição de carbono na austenita e recuperação estática na ferrita bainítica são esperados, uma vez que o resfriamento com taxa de 0,5 °C/s fornece tempo suficiente em temperaturas relativamente elevadas para a ocorrência de tais fenômenos. Dessa forma, o sinal de dilatométrica associado a transformação de fase durante o resfriamento contínuo, pode ser eventualmente sobreposto por variações dimensionais resultantes da microestrutura bainítica formada durante a etapa de compressão.

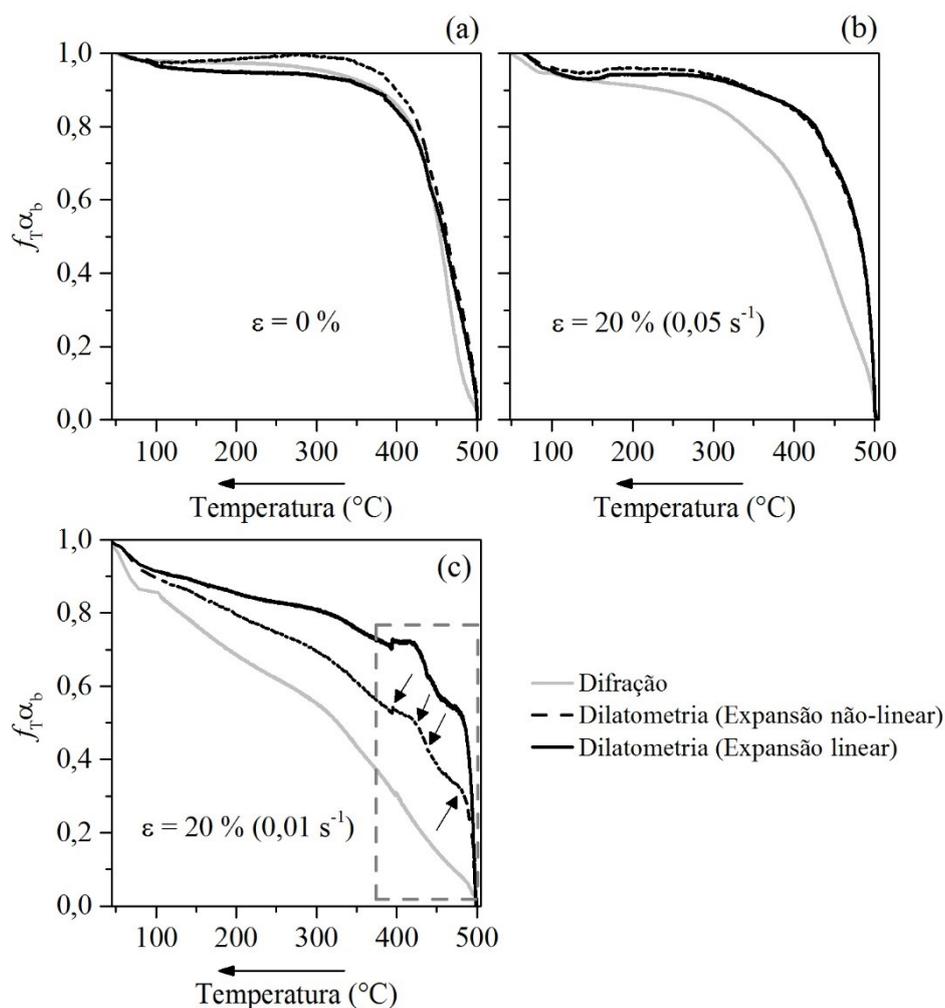


Figura 99. Fração transformada de ferrita bainítica ($f_T \alpha_b$) obtida por dilatometria (expansão linear e não-linear) e difração síncrotron, como uma função da temperatura durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ } ^\circ\text{C/s}$, após a transformação dinâmica): (a) $\varepsilon=0\%$; (b) $\varepsilon=20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$); (c) $\varepsilon=20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$). Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.4.2 Parâmetro de rede da austenita

A evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ) na condição como mensurado e sua variação absoluta (Δa_γ) durante o resfriamento contínuo, são apresentados na Figura 100 (a) e (b), respectivamente. Nas condições experimentais $\varepsilon=0$ e $\varepsilon=20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$), nota-se que o parâmetro de rede da austenita apresenta um desvio significativo em relação a contração térmica. Isso é explicado pelo particionamento de carbono da α_b para γ durante a reação bainítica, causando o enriquecimento de carbono da austenita e, conseqüentemente, a expansão de a_γ . Essa expansão, no entanto, é pouco perceptível na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), onde um comportamento quase linear de a_γ é observado

durante o resfriamento. Este resultado corrobora os já apresentados sobre a cinética de formação da ferrita bainítica, mostrada na Figura 97 (a), uma vez que o enriquecimento de carbono é uma função direta da fração volumétrica de ferrita bainítica (196). Na Figura 100 (b), onde a variação absoluta de a_γ é apresentada sem a contribuição da expansão térmica, é possível observar que a_γ na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$), de fato, sofre uma pequena expansão durante o resfriamento.

Apesar das amostras $\varepsilon=0\%$ e $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) apresentarem uma fração volumétrica de bainita similar no início do resfriamento, ≈ 8 e $\approx 7\text{ wt.}\%$, respectivamente, a variação absoluta de a_γ , próximo ao início do período de estase da reação bainítica, é significativamente menor para a condição com deformação. Essa tendência é associada a um menor teor de carbono em solução sólida na austenita, como constatado na Figura 100 (c). Nesta figura é observado que a diferença entre a fração volumétrica de bainita na amostra $\varepsilon=0\%$ e $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) é de apenas $6\text{ wt.}\%$ em torno de $300\text{ }^\circ\text{C}$, o que não representa uma explicação razoável para o menor teor de carbono na condição com deformação. A redução do teor de carbono em solução sólida, na austenita processada termomecanicamente, foi abordado anteriormente na seção 4.2.4 (Figura 63), onde foram apresentados os resultados relativos à deformação em 950 e $850\text{ }^\circ\text{C}$. Assim, o menor teor de carbono nas condições experimentais $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) em relação a condição de referência é explicado pela captura de átomos de carbono em defeitos cristalinos, introduzidos na austenita durante a deformação e transformação dinâmica da bainita.

Ainda considerando a Figura 100 (c), nota-se que o teor de carbono na austenita, continua aumentando lentamente, mesmo durante o período de estase da reação bainítica. Esse comportamento foi discutido anteriormente na seção 4.2.4, sendo relacionado a redistribuição de carbono entre os constituintes M/A e a austenita adjacente não transformada.

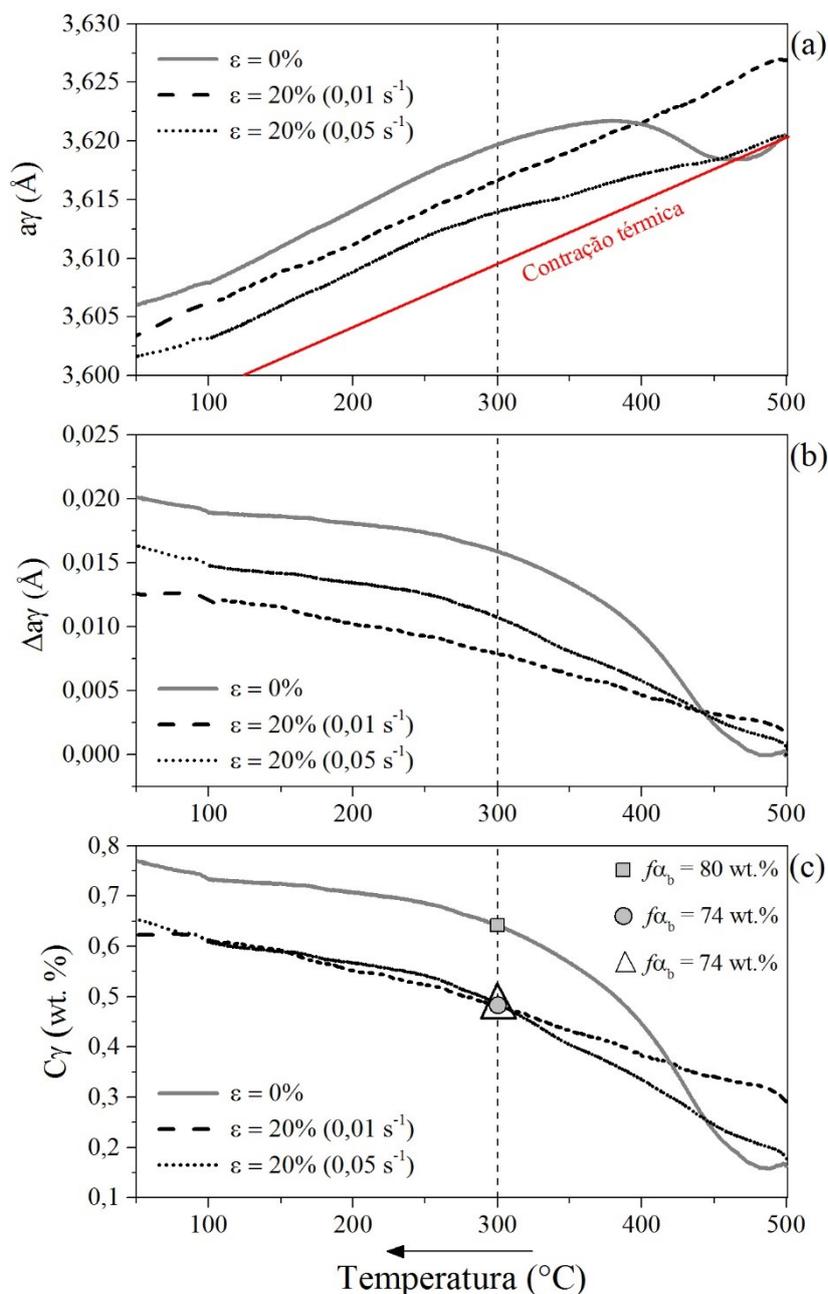


Figura 100. Evolução do parâmetro de rede da austenita em (a) e (b), e teor de carbono em solução sólida na austenita em (c) durante o resfriamento contínuo ($0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$, após a transformação dinâmica). A linha tracejada vertical indica o início do período de estase da transformação bainítica. No gráfico em (c), a fração volumétrica de ferrita bainítica em cada condição experimental é mostrada na temperatura de $300 \text{ }^\circ\text{C}$. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.4.3 Análise dos picos de difração

A evolução do alargamento dos picos de austenita e ferrita bainítica durante o resfriamento contínuo é apresentada na Figura 101 (a) e (b), respectivamente. Na Figura 101 (a), para as condições

experimentais com deformação, o maior valor do FWHM no início do resfriamento é relacionado ao acúmulo de defeitos cristalinos introduzidos na austenita durante a transformação dinâmica. Em todas as condições experimentais, de modo geral, o FWHM $\{220\}\gamma$ aumenta, refletindo o enriquecimento de carbono da austenita não transformada. Contudo, na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,01\text{s}^{-1}$), percebe-se uma ligeira redução no FWHM durante o início do resfriamento. Esse comportamento sugere que a austenita sofre uma homogeneização na composição química, uma vez que o enriquecimento de carbono foi significativo durante a DT.

Quando a transformação se aproxima do período de estase ($\approx 300\text{ }^\circ\text{C}$), a taxa de alargamento na reflexão $\{220\}$ reduz significativamente na condição $\varepsilon = 0\%$, indicando um relaxamento de tensões na austenita próxima às interfaces γ/α_b formadas; discutido anteriormente nos resultados apresentados na seção 4.2.5. Levando em conta a evolução contínua do FWHM da austenita nas amostras deformadas, é possível inferir que fenômeno de relaxamento de tensões é retardado ou fortemente suprimido durante o período de estase da reação.

Na Figura 101 (b), percebe-se que o FWHM $\{211\}\alpha$ diminui significativamente durante o início do resfriamento para as condições com deformação, ao contrário do observado na amostra de referência, onde o FWHM aumenta de maneira pronunciada até atingir um patamar constante. Interpreta-se que a tendência do FWHM nas amostras deformadas se origina da recuperação estática da microestrutura previamente formada durante a transformação dinâmica da bainita. Também se percebe que a redução no FWHM ocorre de forma mais pronunciada na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$), sugerindo que a magnitude da recuperação estática depende da fração de bainita formada durante a etapa de deformação. A ocorrência da recuperação estática, evidenciada pelo comportamento do FWHM durante o início do resfriamento, corrobora a hipótese de que o sinal de dilatomia na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) pode ser sobreposto por variações dimensionais decorrentes da microestrutura formada durante a etapa de compressão; discutida anteriormente na Figura 99 (c).

Ainda observando a Figura 101 (b), nota-se que para a condição $\varepsilon = 0\%$, o valor do FWHM atingi estabilidade após o patamar de $300\text{ }^\circ\text{C}$, devido ao período de estase da reação bainítica. Entretanto, o alargamento do pico $\{211\}$ nas condições $\varepsilon = 20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon = 20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) continua aumentando, indicando que a decomposição da austenita prossegue durante o resfriamento contínuo. Esse comportamento será discutido nos próximos parágrafos.

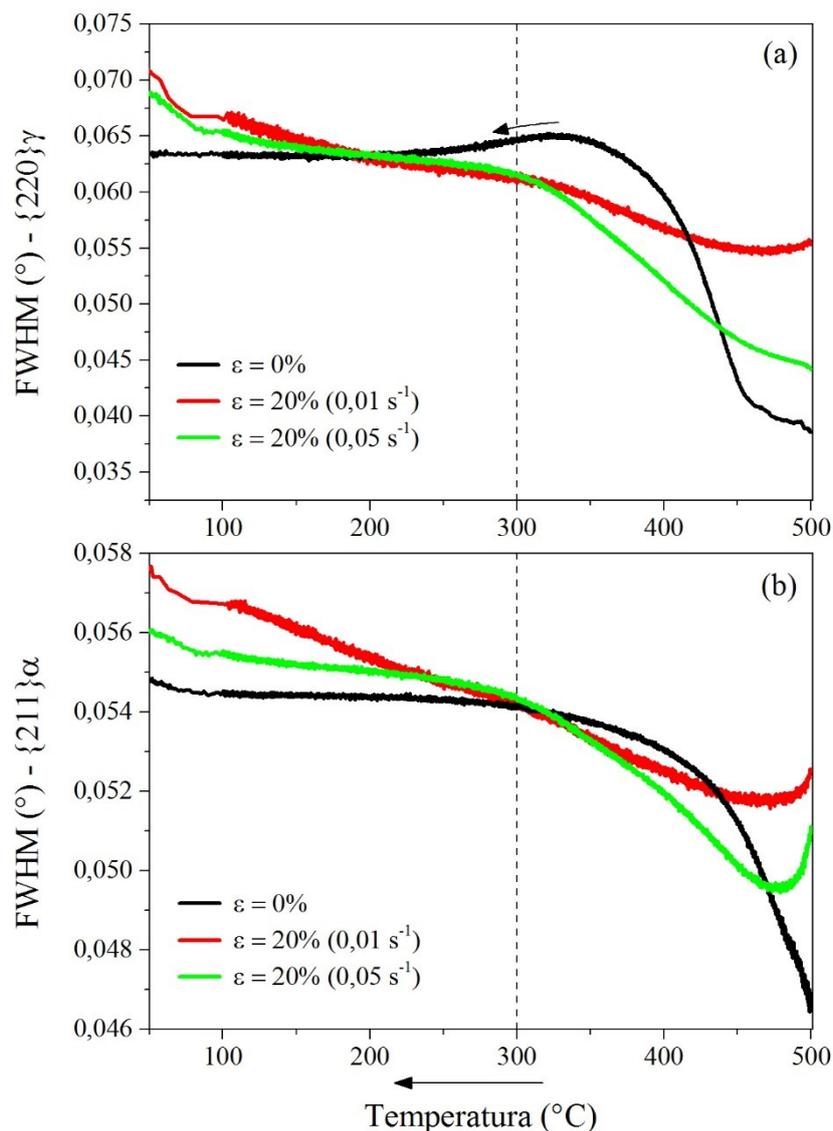


Figura 101. Evolução do FWHM na reflexão $\{220\}\gamma$ em (a) e $\{211\}\alpha$ em (b) durante o resfriamento contínuo ($0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, após a transformação dinâmica). A linha tracejada vertical indica o início do período de estase da transformação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 102 é apresentada a variação absoluta do FWHM dos picos de difração avaliados. Durante o início do período de estase da reação bainítica (definido pela linha tracejada), nota-se que a taxa de alargamento, em ambas as reflexões, é maior nas amostras com formação de bainita durante a etapa de compressão ($\varepsilon = 20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon = 20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$)). Uma vez que a formação dos constituintes M/A é esperada após reação bainítica, a tendência de aumento do FWHM dos picos de difração, abaixo de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, sugere que a formação do M/A ocorre de maneira pronunciada nas amostras processadas termomecanicamente. Esta consideração é razoável, uma vez que os

constituintes M/A apresentam uma alta densidade de defeitos cristalinos (4), que, por sua vez, contribuem para o alargamento dos picos de difração. Esse raciocínio leva a conclusão que a formação do M/A na condição $\varepsilon=0\%$ é pouco acentuada, uma vez que o incremento do FWHM das reflexões $\{211\}$ e $\{220\}$ não é significativo durante o período de estase da reação bainítica.

A formação pronunciada do M/A nas amostras deformadas é explicada pelo menor teor de carbono em solução sólida na austenita, em comparação a condição $\varepsilon=0$; ao final da reação bainítica como discutido anteriormente na Figura 100 (c). Como resultado do menor enriquecimento por carbono, é esperado que a formação de M/A seja favorecida na austenita deformada, uma vez que a quantidade de constituintes M/A é dependente do teor de carbono na austenita, ao final da reação bainítica (202).

Por outro lado, a variação do FWHM $\{211\}$ na condição $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$), sugere que a decomposição da austenita é mais acentuada nesta amostra em relação a condição $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$). Esta tendência não pode ser explicada de forma razoável pelo teor de carbono em solução sólida, uma vez que ambas as amostras com deformação apresentam um teor de carbono bastante similar ao final da transformação bainítica (vide Figura 100 (c)). Ao invés do teor de carbono, a acelerada decomposição da austenita é explicada pela redução dos gradientes de concentração de carbono na austenita não transformada.

Levando em conta que uma grande parte da austenita foi decomposta em um produto bainítico (46 wt.%), ao longo da etapa de compressão na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$), é esperado que os gradientes de carbono na austenita, resultantes da reação bainítica, sejam reduzidos rapidamente tanto pela alta difusividade do carbono a $500\text{ }^\circ\text{C}$ quanto pelo fluxo de deformação plástica. De fato, é possível observar na Figura 102 (a), que o FWHM da austenita diminui ligeiramente durante o resfriamento, sugerindo a homogeneização de carbono na austenita. Conseqüentemente, ao término da reação $\gamma\rightarrow\alpha_b$, a temperatura M_s da austenita residual pode sofrer um aumento significativo, devido a redução dos gradientes de carbono. Essa homogeneização de carbono pode levar a formação pronunciada de constituintes M/A, que, por conseguinte, reflete a acentuada variação nos picos de difração na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$), durante o regime de estase.

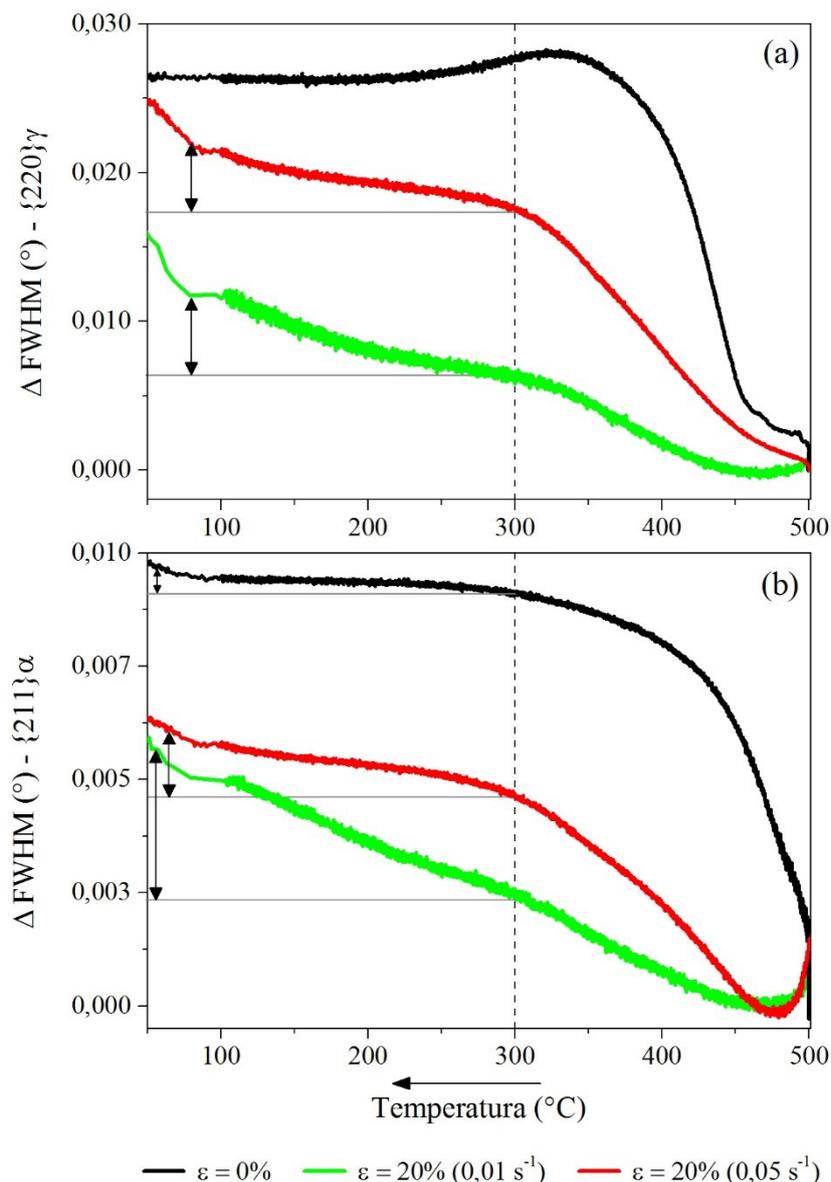


Figura 102. Variação absoluta do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ em (a) e $\{211\}\alpha$ em (b) durante o resfriamento contínuo ($0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, após a transformação dinâmica). A linha tracejada vertical indica o início do período de estase da transformação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.4.4 Observações microestruturais *ex situ*

A Figura 103 (a-c) apresenta imagens obtidas por MEV das amostras após os experimentos *in situ*. Nota-se que as microestruturas obtidas possuem características similares, sendo compostas por constituintes M/A (mistura de martensita e austenita retida – regiões em alto relevo nas micrografias), e estruturas de ferrita bainítica separadas por filmes de austenita retida (regiões em baixo relevo nas micrografias). Apesar das similaridades entre as microestruturas obtidas, é possível

observar na Figura 103 (b), que as regiões de M/A são relativamente mais grosseiras em relação a microestrutura de referência (Figura 103 (a)). Isso leva a conclusão que a deformação com redução de 20% não favorece o refinamento da microestrutura, sendo esta tendência documentada na literatura (13,31). Nestes estudos, é concluído que a formação de bainita, durante a etapa de compressão, promove microestruturas relativamente mais grosseiras do que a condição sem deformação. É importante ressaltar que, devido a pequena fração transformada de bainita (7 wt.%), é impossível determinar pela micrografia mostrada na Figura 103 (b), qual parte da microestrutura foi formada durante a etapa de compressão.

Por outro lado, a microestrutura obtida na condição experimental $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$) apresenta um maior grau de refinamento do que a condição $\varepsilon = 0\%$. Esse efeito de refinamento é possivelmente associado ao encruamento da austenita, promovido tanto pela deformação compressiva quanto pela própria transformação de fase. É importante frisar que o encruamento da austenita é um dos principais fatores que controlam a escala das microestruturas bainíticas (187,188).

Nota-se que algumas estruturas, indicadas por retângulos tracejados na Figura 103 (c), são orientadas de forma aproximadamente perpendicular à direção de compressão. De fato, os resultados de difração síncrotron *in situ* evidenciaram a formação de 46 wt.% de ferrita bainítica durante a etapa de compressão na amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), sendo razoável considerar que a microestrutura mostrada na Figura 103 (c), contém ferrita bainítica formada durante a etapa de deformação. Portanto, é provável que as estruturas paralelas à direção de compressão, na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$), sejam um produto da transformação dinâmica da bainita. Na hipótese desta microestrutura (orientada de forma paralela) ter sido formada durante a etapa de resfriamento contínuo, tal característica também seria observada na condição $\varepsilon = 20\%$ ($0,05 \text{ s}^{-1}$) (Figura 103 (b)). Assim, é possível inferir que a transformação dinâmica da bainita, quando obtida em larga escala (amostra $\varepsilon = 20\%$ ($0,01 \text{ s}^{-1}$)), tende a ocorrer perpendicularmente à direção de compressão, induzindo uma anisotropia na microestrutura.

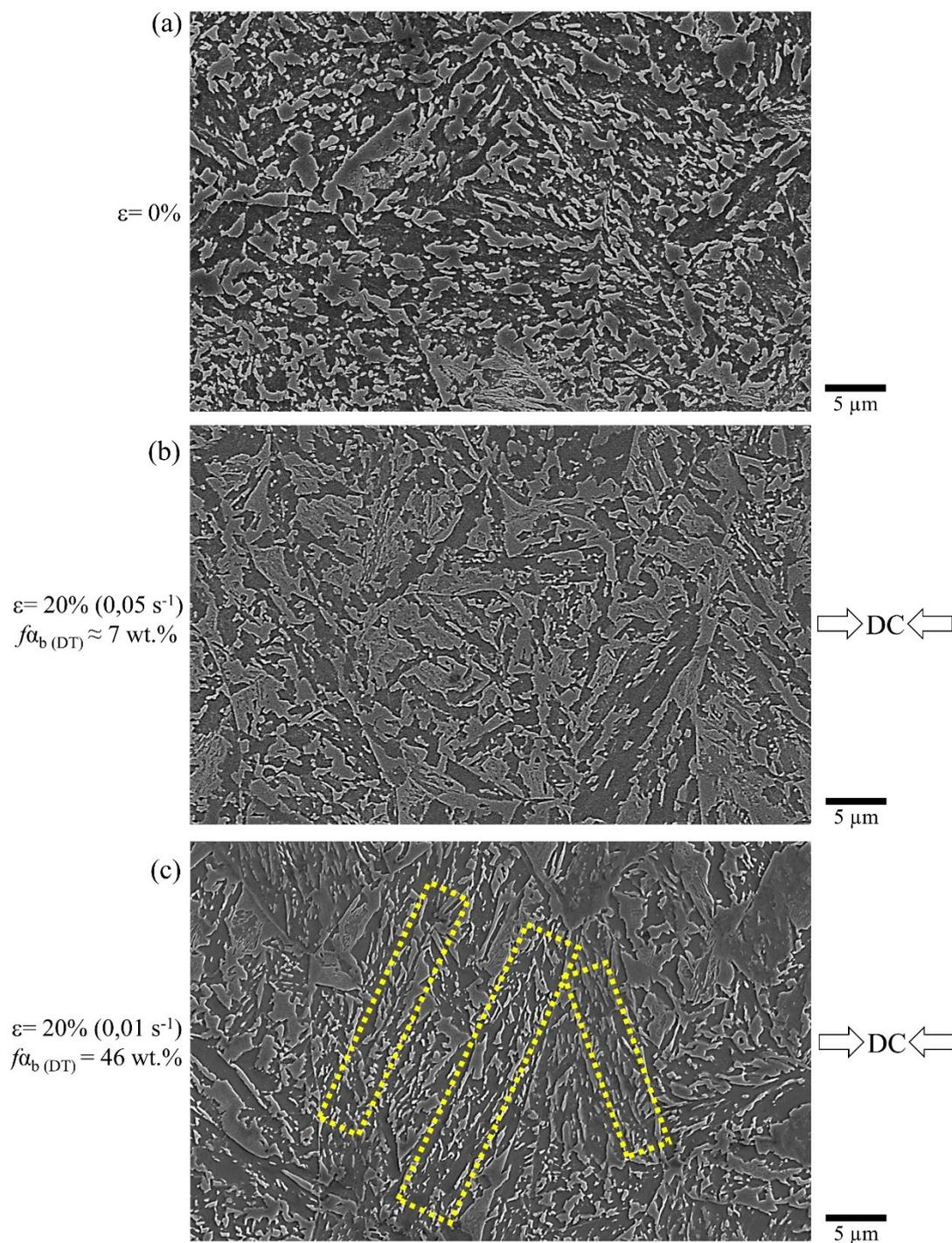


Figura 103. Microestruturas obtidas por MEV após os tratamentos termomecânicos: (a) $\varepsilon = 0\%$; (b) $\varepsilon = 20\% (0,05 \text{ s}^{-1})$; e (c) $\varepsilon = 20\% (0,01 \text{ s}^{-1})$. $f\alpha_{b(DT)}$ em (b) e (c) representa a fração de ferrita bainítica transformada durante a etapa de compressão. DC representa a direção de compressão em (b) e (c). Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Tabela 5 são apresentados os valores médios de dureza, em conjunto com a microestrutura quantificada pelos ensaios de difração *in situ*. Nesta tabela, a fração volumétrica de M/A não é

apresentada, uma vez que este microconstituente pode ser composto por uma mistura de austenita retida, bainita e martensita. Dessa forma, identificar de maneira correta cada microconstituente através das micrografias obtidas por MEV não é possível.

Nota-se que a dureza das amostras deformadas, ou seja, com formação de bainita durante a etapa de compressão, é significativamente maior do que daquela obtida na condição de referência (sem deformação). Essa tendência no aumento de dureza não é reportada nas referências (13,31), nas quais os autores documentam, que a presença de bainita formada durante a etapa de compressão (520 ou 500 °C) reflete em uma redução no valor médio de dureza nas microestruturas bainíticas obtidas, em comparação com a condição de referência (sem deformação).

Dentre as amostras deformadas, constata-se que a microestrutura obtida na condição $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) possui uma maior dureza. Isso é explicado, em parte, pelo refinamento microestrutural resultante da transformação dinâmica em larga escala, além da formação pronunciada do M/A, evidenciado indiretamente pelos resultados *in situ* (vide Figura 102 (b)). É importante ressaltar que a dureza do M/A pode ser até duas vezes maior do que a dureza da matriz bainítica (235).

O aumento de dureza na amostra $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) em relação a $\varepsilon=0\%$ não pode ser explicado apenas pelo aspecto geral da microestrutura, isto é, pelo grau de refinamento, uma vez que a condição com deformação (ver novamente Figura 103 (b)) apresenta uma microestrutura mais grosseira do que a amostra de referência (Figura 103 (a)). Dessa forma, é mais provável que o valor de dureza obtido na condição $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) seja associado a maior tendência de formação do M/A, como evidenciado pelos ensaios *in situ*, apresentados anteriormente na seção 4.3.4.3.

Tabela 5. Resultados de microdureza Vickers (HV_1), fração volumétrica total de ferrita bainítica (f_{α_b}), fração volumétrica de ferrita bainítica formada durante a etapa de compressão ($f_{\alpha_{b(DT)}}$) e fração volumétrica de austenita retida (γ_R) nas condições experimentais $\varepsilon=0\%$, $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) e $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$). Valores entre parênteses representam o desvio padrão amostral das medições de dureza HV.

| Condição experimental | HV_1 | $f_{\alpha_{b(DT)}}(\text{wt. \%})^1$ | $f_{\alpha_b}(\text{wt. \%})^1$ | $\gamma_R(\text{wt. \%})^1$ |
|---|-------------|---------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|
| $\varepsilon=0\%$ | 368,3 (12) | 0 | 84 | 16 |
| $\varepsilon=20\%$ ($0,05\text{ s}^{-1}$) | 390,2 (8,5) | 7 | 85 | 15 |
| $\varepsilon=20\%$ ($0,01\text{ s}^{-1}$) | 420,1 (10) | 46 | 88 | 12 |

¹ Mensurado pelos ensaios de difração *in situ*.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.5 Conclusões parciais

Neste capítulo, procurou-se investigar a evolução microestrutural durante a transformação dinâmica da austenita em bainita, sob condições de compressão uniaxial isotérmica a 500 °C, além dos fenômenos metalúrgicos decorrentes do resfriamento contínuo após a transformação dinâmica. A partir das evidências experimentais coletadas em tempo real, as seguintes conclusões podem ser estabelecidas em relação as condições estudadas:

Transformação dinâmica:

- A transformação dinâmica da austenita em bainita ($DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$) pode ocorrer tanto a partir de uma microestrutura 100% austenítica, como em uma microestrutura com formação prévia de ferrita bainítica. Nesta última condição, a transformação ocorre em larga escala sob uma redução de 20% e taxa de deformação de 0,01 s⁻¹.
- O início da $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$, partindo de uma microestrutura 100% austenítica, ocorre após um certo tempo ou deformação crítica ser atingida, sendo que o início da transformação pode ser detectado por uma alteração na taxa de encruamento da austenita, como sugerido na literatura. Na microestrutura com formação prévia de ferrita bainítica, a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ se inicia logo após o ponto de escoamento da austenita ser atingido.
- A cinética da transformação de fase durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$, partindo de uma microestrutura com formação prévia de bainita, é 11 vezes mais rápida do que aquela obtida sob condição isotérmica. Tal aceleração é principalmente atribuída a introdução preferencial de defeitos cristalinos na austenita, que desempenha um papel fundamental na nucleação e crescimento da ferrita bainítica.
- Não foram obtidas evidências que apontem uma mudança significativa no comportamento de partição dos elementos de liga durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$. Assim, é sugerido que formação da bainita durante a deformação plástica, ocorre sob condições de paraequilíbrio (apenas partição de carbono).

- A $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ promove um complexo estado de deformações no parâmetro de rede da austenita e ferrita bainítica. Na austenita, a distorção do reticulado cristalino induzida pela deformação macroscópica é eventualmente contrabalanceada pela expansão promovida pelo enriquecimento de carbono. No caso da ferrita bainítica, as alterações produzidas no parâmetro de rede são atribuídas unicamente a restrição imposta pela austenita, sendo este efeito removido imediatamente após a etapa de deformação.
- Devido a recuperação estática após a etapa de deformação, a estrutura de defeitos cristalinos induzidos durante a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ não é permanentes tanto na austenita como na ferrita bainítica.

Resfriamento contínuo após a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$:

- A recuperação estática persiste na ferrita bainítica-DT (independente da fração transformada) durante o início do resfriamento (500-484 °C), ao mesmo tempo que a reação bainítica ocorre.
- A cinética da reação bainítica durante o resfriamento é atrasada nas microestruturas contendo ferrita bainítica-DT em relação a condição sem deformação, devido a estabilização mecânica da austenita.
- Os gradientes de carbono, formados na austenita durante a DT, tendem a ser reduzidos durante o início do resfriamento, conseqüentemente, implicando em uma aceleração na cinética de formação dos constituintes M/A. Tanto a redução dos gradientes de carbono quanto a formação do M/A se tornam mais pronunciados quando a fração transformada de ferrita bainítica-DT aumenta.
- O teor de carbono em solução sólida na austenita é reduzido durante a reação bainítica nas amostras contendo ferrita bainítica-DT em relação a condição sem deformação.
- Nas amostras com formação de ferrita bainítica-DT, a cinética da reação bainítica (durante o resfriamento) determinada pelos ensaios de dilatométrica (análise global da amostra) tende a superestimar a cinética obtida pelos dados de difração síncrotron (análise local da amostra). Na

condição de referência (sem deformação), a cinética obtida por dilatometria apresenta uma boa concordância com os resultados de difração.

- Quando a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ ocorre em uma microestrutura com formação prévia de bainita, a microestrutura resultante se apresenta alinhada perpendicularmente à direção de compressão. Quando a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ se inicia em uma microestrutura completamente austenítica, a microestrutura resultante é mais grosseira e possui uma maior dureza do que a amostra sem deformação.
- Com base nas conclusões apresentadas acima, é possível inferir que a cinética da reação bainítica pode ser diretamente controlada através dos parâmetros de deformação. Além disso, a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$, a partir de microestruturas com formação prévia de ferrita bainítica, pode representar uma potencial estratégia no sentido de acelerar a transformação e reduzir o tempo total de processamento, uma vez que a reação bainítica pode ocorrer em larga escala durante a deformação.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 CONCLUSÕES

- A aplicação do processamento termomecânico (950 e 850 °C) com resfriamento contínuo controlado para a obtenção da reação bainítica no aço C-Mn-Si-Cr-Mo, promoveu um aumento de dureza e refinamento da microestrutura, sendo estes efeitos mais pronunciados com a redução da temperatura de deformação em relação a condição de referência. A fração volumétrica de austenita retida não é significativamente afetada pela condição de processamento termomecânico. A microestrutura resultante em todas as condições de processamento é basicamente formada por bainita granular (ferrita bainítica isenta de carbonetos, austenita retida estabilizada por carbono e constituintes M/A).
- A deformação plástica da austenita (950, 850 e 500 °C) atrasa a cinética da reação bainítica durante o resfriamento contínuo, sendo este efeito mais pronunciado com a redução da temperatura de deformação. A sequência dos principais mecanismos de transformação de fase durante o resfriamento contínuo são:

Na presença significativa de ferrita proeutetóide: (i) crescimento da ferrita primária e geração de um gradiente químico na interface ferrita/austenita; (ii) período de estagnação entre a transformação ferrítica e bainítica; (iii) transformação bainítica e enriquecimento de carbono da austenita não transformada; (iv) período de estase da transformação, de forma simultânea ao relaxamento de tensões nas interfaces ferrita/bainita/austenita; (v) formação dos constituintes M/A;

Sem a presença de ferrita proeutetóide: (i) transformação bainítica e enriquecimento de carbono da austenita não transformada; (ii) período de estase da transformação, de forma simultânea ao relaxamento de tensões nas interfaces bainita/austenita; (iii) formação dos constituintes M/A;

- A presença significativa de ferrita proeutetóide (α_P) diminui de forma acentuada a taxa de transformação da ferrita bainítica na austenita previamente deformada. A microestrutura resultante, próxima às interfaces de α_P , possui morfologia de placas, sendo relativamente mais refinada em relação a microestrutura geral.

- O enriquecimento de carbono da austenita ocorre tanto durante a reação bainítica, como também durante o período de estase. A expansão do parâmetro de rede da austenita, devido ao carbono, é menos pronunciada quando a reação bainítica ocorre na austenita previamente deformada. A medida que a temperatura de deformação é reduzida, o teor de carbono em solução sólida na austenita, durante a reação bainítica, é reduzido devido ao carbono ser capturado por discordâncias e outros defeitos cristalinos, resultantes da deformação plástica.
- A transformação dinâmica da bainita ($DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$) pode ocorrer durante o processo de deformação plástica, abaixo da temperatura de início da transformação bainítica. Isso implica, que tal transformação deve ser considerada em processos de forjamento a morno de aços baixo carbono e baixa liga, uma vez que a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$ altera a cinética de transformação de fase, microestrutura e dureza do material.
- A cinética da $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$, partindo de uma microestrutura com formação prévia de bainita, é 11 vezes mais rápida do que aquela obtida sob condição isotérmica. A introdução de discordâncias dinâmicas na austenita, durante a deformação plástica/transformação de fase, desempenha um papel fundamental na nucleação e crescimento da ferrita bainítica. A transformação bainítica, durante a deformação plástica, ocorre basicamente sob condições de paraequilíbrio.
- De um ponto de vista prático, a transformação dinâmica da bainita, quando ocorre em pequena escala, isto é, baixa quantidade de bainita formada durante o ciclo de deformação, não traz benefícios em termos de refinamento microestrutural. Por outro lado, quando a transformação parte de uma microestrutura com formação prévia de bainita, e a transformação é obtida em larga escala, um refinamento microestrutural, aumento de dureza e anisotropia são observados na microestrutura final.
- Durante o resfriamento contínuo, após a $DT_{(\gamma \rightarrow \alpha b)}$, fenômenos de recuperação estática e redução dos gradientes de carbono foram observados na microestrutura bainítica formada durante a etapa de compressão. O fenômeno de estagnação da reação bainítica é menos pronunciado nas amostras com formação dinâmica da bainita.

- Durante a reação bainítica por resfriamento contínuo, as amostras processadas termomecanicamente apresentam uma expansão macroscópica significativamente maior do que a condição de referência (sem deformação), enquanto que as frações volumétricas determinadas pelos dados de difração síncrotron são bastante similares no ponto de máxima expansão.
- A cinética de formação da austenita obtida pelo volume investigado por difração (análise local) e dilatometria (análise global), apresentam uma boa concordância geral. A faixa de temperatura na qual a transformação ocorre é significativamente maior no volume analisado por dilatometria. A superposição dos fenômenos de expansão e contração macroscópica do corpo de prova, durante a formação da austenita, dificulta a interpretação da temperatura A_{c1} com base na curva de dilatometria;
- A cinética da reação bainítica (após deformações em 950 e 850 °C) obtida por medições de dilatometria é condizente com aquela obtida pelos dados de difração síncrotron, exceto quando a reação bainítica é precedida por uma quantidade significativa de ferrita proeutetóide. Para deformações a 500 °C, a cinética da transformação obtida por dilatometria tende a superestimar aquela determinada a partir do volume investigado por difração síncrotron.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Explorar a aplicação em escala industrial da transformação dinâmica da austenita em bainita em ligas com baixo e alto teor de carbono, com intuito de comparar as propriedades mecânicas obtidas em relação aquelas comumente atingidas por tratamentos termomecânicos convencionais (deformação plástica sem transformação de fase).
- Estudar o impacto do tamanho de grão austenítico prévio e o efeito de pequenas frações de ferrita proeutetóide na cinética da transformação dinâmica da bainita.
- Estudar o desenvolvimento da transformação dinâmica da bainita em microestruturas com bandas de segregação orientadas a 0, 45 e 90°, em relação à direção de compressão.
- Avaliar a concentração de carbono da austenita retida pela técnica de tomografia de sonda atômica (APT, *Atom Probe Tomography*), de modo a comparar os valores obtidos com as medições realizadas por difração síncrotron com base no parâmetro de rede da austenita.

REFERÊNCIAS

1. Klein T, Hofer C, Lukas M, Wojcik T, Schnitzer R, Galler M, et al. Formation of “carbide-free zones” resulting from the interplay of C redistribution and carbide precipitation during bainitic transformation. *Materialia* [Internet]. 2019 Sep;7:100380. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2589152919301760>
2. Morales-Rivas L, Roelofs H, Hasler S, Garcia-Mateo C, Caballero FG, García-Mateo C, et al. Complex Microstructural Banding of Continuously Cooled Carbide-Free Bainitic Steels. *Mater Sci Forum* [Internet]. 2014 May;783–786:980–5. Available from: <http://www.scientific.net/MSF.783-786.980>
3. Hasan SM, Ghosh M, Chakrabarti D, Singh SB. Development of continuously cooled low-carbon, low-alloy, high strength carbide-free bainitic rail steels. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2020;771(October 2019):138590. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138590>
4. Hofer C, Leitner H, Winkelhofer F, Clemens H, Primig S. Structural characterization of “carbide-free” bainite in a Fe–0.2C–1.5Si–2.5Mn steel. *Mater Charact* [Internet]. 2015 Apr;102:85–91. Available from: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580315000571>
5. Zhao J, Jia X, Guo K, Jia NN, Wang YF, Wang YH, et al. Transformation behavior and microstructure feature of large strain ausformed low-temperature bainite in a medium C - Si rich alloy steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2017 Jan;682:527–34. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509316314381>
6. Golchin S, Avishan B, Yazdani S. Effect of 10% ausforming on impact toughness of nano bainite austempered at 300 °C. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2016 Feb;656:94–101. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509316300259>
7. Bhadeshia HKDH. *Bainite in Steels: Theory and Practice*. Third Edit. Wakefield: Maney Publishing; 2015. 616 p.
8. Edwards RH, Kennon NF. The Morphology and Mechanical Properties of Bainite Formed from Deformed Austenite. *Metall Trans A* [Internet]. 1978 Dec;9(12):1801–9. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/BF02663411>
9. Eres-Castellanos A, Morales-Rivas L, Latz A, Caballero FG, Garcia-Mateo C. Effect of ausforming on the anisotropy of low temperature bainitic transformation. *Mater Charact* [Internet]. 2018;145(June):371–80. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.08.062>
10. Regier RW, Reguly A, Matlock DK, Choi J., Speer JG. Effects of Austenite Conditioning and Transformation Temperature on the Bainitic Microstructure in Linepipe Steels. *Mater Sci Forum* [Internet]. 2014 May;783–786:85–90. Available from: <https://www.scientific.net/MSF.783-786.85>
11. Gong W, Tomota Y, Koo MS, Adachi Y. Effect of ausforming on nanobainite steel. *Scr Mater* [Internet]. 2010 Oct;63(8):819–22. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646210004094>
12. Gong W, Tomota Y, Adachi Y, Paradowska AM, Kelleher JF, Zhang SY. Effects of

- ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel. *Acta Mater* [Internet]. 2013 Jun;61(11):4142–54. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645413002516>
13. Eres-Castellanos A, Caballero FG, Garcia-Mateo C. Stress or strain induced martensitic and bainitic transformations during ausforming processes. *Acta Mater* [Internet]. 2020 May;189:60–72. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645420301798>
 14. Eres-Castellanos A, Hidalgo J, Zorgani M, Jahazi M, Toda-Caraballo I, Caballero FG, et al. Assessing the scale contributing factors of three carbide-free bainitic steels: A complementary theoretical and experimental approach. *Mater Des* [Internet]. 2021 Jan;197:15. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0264127520307528>
 15. Eres-Castellanos A, Morales-Rivas L, Caballero FG, Garcia-Mateo C. Explaining the dilatometric behavior during bainite transformation under the effect of variant selection. *J Alloys Compd* [Internet]. 2020;(xxxx):158130. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158130>
 16. Quidort D. A Model of Isothermal and Non Isothermal Transformation. *ISIJ Int*. 2002;42(9):1010–7.
 17. Jia S jun, Li B, Liu Q you, Ren Y, Zhang S, Gao H. Effects of continuous cooling rate on morphology of granular bainite in pipeline steels. *J Iron Steel Res Int*. 2020;(0123456789).
 18. Erişir E, Ayhan İİ, Güney C, Alan E, Dürger NB, Ün S. Microstructure and Phase Transformations in High-Strength Bainitic Forging Steel. *J Mater Eng Perform* [Internet]. 2021 Apr 14; Available from: <https://link.springer.com/10.1007/s11665-021-05689-1>
 19. Reisinger S, Kozeschnik E, Ressel G, Keckes J, Stark A, Marsoner S, et al. Strain energy contributions on the bainitic phase transformation in a CrMoV steel during continuous cooling. *Mater Des* [Internet]. 2018;155:475–84. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.06.014>
 20. Pickering EJ, Collins J, Stark A, Connor LD, Kiely AA, Stone HJ. In situ observations of continuous cooling transformations in low alloy steels. *Mater Charact* [Internet]. 2020 Jul;165:110355. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580320302734>
 21. Liang X, DeArdo AJ. A Study of the Influence of Thermomechanical Controlled Processing on the Microstructure of Bainite in High Strength Plate Steel. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2014 Oct 17;45(11):5173–84. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-014-2444-5>
 22. Das S, Haldar A. Continuously cooled ultrafine bainitic steel with excellent strength-elongation combination. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*. 2014;45(4):1844–54.
 23. Shah M, Das SK, Chowdhury SG. Effect of Alloying Elements on Microstructure and Mechanical Properties of Air-Cooled Bainitic Steel. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci* [Internet]. 2019;50(5):2092–102. Available from: <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05177-1>
 24. Chen X, Wang F, Li C, Zhang J. Dynamic continuous cooling transformation, microstructure and mechanical properties of medium-carbon carbide-free bainitic steel. *High Temp Mater*

Process. 2020;39(1):304–16.

25. Sourmail T, Otter L, Collin S, Billet M, Philippot A, Cristofari F, et al. Direct and indirect decomposition of retained austenite in continuously cooled bainitic steels: Influence of vanadium. *Mater Charact* [Internet]. 2021 Mar;173:110922. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580321000528>
26. Hasan SM, Mandal A, Singh SB, Chakrabarti D. Work hardening behaviour and damage mechanisms in carbide-free bainitic steel during uni-axial tensile deformation. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2019;751(December 2018):142–53. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.062>
27. van Bohemen SMC. Bainite growth retardation due to mechanical stabilisation of austenite. *Materialia* [Internet]. 2019;7(June):17. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100384>
28. Ariza EA, Nishikawa A., Goldenstein H, Tschiptschin AP. Characterization and methodology for calculating the mechanical properties of a TRIP-steel submitted to hot stamping and quenching and partitioning (Q&P). *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2016 Aug;671:54–69. Available from: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509316306943>
29. Shipway PH, Bhadeshia HKDH. Mechanical stabilisation of bainite. Vol. 11, *Materials Science and Technology*. 1995. p. 1116.
30. Singh SB, Bhadeshia HKDH. Quantitative evidence for mechanical stabilization of bainite. *Mater Sci Technol* [Internet]. 1996 Jul 19;12(7):610–2. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/mst.1996.12.7.610>
31. Guo H, Fan Y, Li Z, Li Q, Feng X. Effect of ausforming parameters on strain-induced phase transformation and isothermally transformed bainite. *J Mater Res Technol* [Internet]. 2021;11:982–91. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.01.087>
32. Lu J, Yu H, Duan X, Song C. Investigation of microstructural evolution and bainite transformation kinetics of multi-phase steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2020;774(October 2019):138868. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138868>
33. Speer JG, Edmonds D V., Rizzo FC, Matlock DK. Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation. *Curr Opin Solid State Mater Sci* [Internet]. 2004 Jun;8(3–4):219–37. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359028604000749>
34. Ravi AM, Sietsma J, Santofimia MJ. Bainite formation kinetics in steels and the dynamic nature of the autocatalytic nucleation process. *Scr Mater* [Internet]. 2017;140:82–6. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.06.051>
35. Guo L, Bhadeshia HKDH, Roelofs H, Lembke MI. In situ synchrotron X-ray study of bainite transformation kinetics in a low-carbon Si-containing steel. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2017 Nov 22;33(17):2147–56. Available from: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/02670836.2017.1353669>
36. Nishikawa AS, Miyamoto G, Furuhashi T, Tschiptschin AP, Goldenstein H. Phase transformation mechanisms during Quenching and Partitioning of a ductile cast iron. *Acta Mater*. 2019;179:1–16.

37. Babu SS, Specht ED, David SA, Karapetrova E, Zschack P, Peet M, et al. In-situ observations of lattice parameter fluctuations in austenite and transformation to bainite. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2005 Dec;36(12):3281–9. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-005-0002-x>
38. Onuki Y, Hirano T, Hoshikawa A, Sato S, Tomida T. In Situ Observation of Bainite Transformation and Simultaneous Carbon Enrichment in Austenite in Low-Alloyed TRIP Steel Using Time-of-Flight Neutron Diffraction Techniques. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci* [Internet]. 2019;50(11):4977–86. Available from: <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05415-6>
39. Rementeria R, Jimenez JA, Allain SYP, Geandier G, Poplawsky JD, Guo W, et al. Quantitative assessment of carbon allocation anomalies in low temperature bainite. *Acta Mater*. 2017;133:333–45.
40. Stone H., Peet M., Bhadeshia HKD., Withers P., Babu S., Specht E. Synchrotron X-ray studies of austenite and bainitic ferrite. *Proc R Soc A Math Phys Eng Sci* [Internet]. 2008 Apr 8;464(2092):1009–27. Available from: <https://royalsocietypublishing.org/doi/10.1098/rspa.2007.0201>
41. Lin S, Borggren U, Stark A, Borgenstam A, Mu W, Hedström P. In-Situ High-Energy X-ray Diffraction Study of Austenite Decomposition During Rapid Cooling and Isothermal Holding in Two HSLA Steels. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2021 May 10;52(5):1812–25. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-021-06192-x>
42. Chen X, Vuorinen E. In situ x-ray observation of bainitic transformation of austempered silicon alloyed steel. *J Mater Res* [Internet]. 2009 Apr;24(4):1559–66. Available from: <http://link.springer.com/10.1557/jmr.2009.0178>
43. Xiao N, Tong M, Lan Y, Li D, Li Y. Coupled simulation of the influence of austenite deformation on the subsequent isothermal austenite–ferrite transformation. *Acta Mater* [Internet]. 2006 Mar;54(5):1265–78. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645405006695>
44. He J, Du J, Zhang W, Zhang C, Yang Z-G, Chen H. Abnormal Anisotropic Dilatation During Bainitic Transformation of Ausformed Austenite. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2019 Feb 6;50(2):540–6. Available from: <https://doi.org/10.1007/s11661-018-5038-9>
45. Fan H liang, Zhao A min, Li Q chun, Guo H, He J guo. Effects of ausforming strain on bainite transformation in nanostructured bainite steel. *Int J Miner Metall Mater*. 2017;24(3):264–70.
46. Hu H, Zurob HS, Xu G, Embury D, Purdy GR. New insights to the effects of ausforming on the bainitic transformation. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2015;626:34–40. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.043>
47. Allain SYP, Gaudez S, Geandier G, Danoix F, Soler M, Goune M. Carbon heterogeneities in austenite during Quenching & Partitioning (Q&P) process revealed by in situ High Energy X-Ray Diffraction (HEXRD) experiments. *Scr Mater* [Internet]. 2020 May;181:108–14. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646220300981>
48. Epp J, Hirsch T, Curfs C. In situ X-Ray Diffraction Analysis of Carbon Partitioning During Quenching of Low Carbon Steel. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2012 Jul 17;43(7):2210–7. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-012-1087-7>

49. Kaikkonen PM, Somani MC, Miettunen IH, Porter DA, Pallaspuuro ST, Kömi JI. Constitutive flow behaviour of austenite at low temperatures and its influence on bainite transformation characteristics of ausformed medium-carbon steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2020 Feb;775:12. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509320300691>
50. ABESCO - Associação Brasileira das Empresas de Serviços de Conservação de Energia. Potencial de eficiência energética no brasil [Internet]. 2016. p. 6. Available from: <http://www.abesco.com.br/wp-content/uploads/2017/05/Potencial-de-Economia-Setor-2016-Divulgacao.pdf>
51. Secretaria-Geral. LEI N° 13.755, DE 10 DE DEZEMBRO DE 2018 [Internet]. 2018. Available from: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_Ato2015-2018/2018/Lei/L13755.htm
52. Davenport E, Bain E. Transformation of austenite at constant subcritical temperatures. *Trans Am Inst Min Met Eng*. 1930;90:117–154.
53. Garcia-Mateo C, Caballero FG. Advanced High Strength Bainitic Steels. In: *Comprehensive Materials Processing* [Internet]. Elsevier; 2014. p. 165–90. Available from: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978008096532100114X>
54. Chatterjee S, Wang H-S, Yang JR, Bhadeshia HKDH. Mechanical stabilisation of austenite. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2006 Jun 19;22(6):641–4. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/174328406X86128>
55. Buchmayr B, Eggbauer G. High strength forging steel by direct cooling from the forging heat. In: *International Conference on New Developments in Forging Technology*. Stuttgart: INVENTUM; 2015. p. 135–42.
56. Van Bohemen SMC. Autocatalytic nature of the bainitic transformation in steels: A new hypothesis. *Philos Mag*. 2013;93(4):388–408.
57. Ravi AM, Sietsma J, Santofimia MJ. Exploring bainite formation kinetics distinguishing grain-boundary and autocatalytic nucleation in high and low-Si steels. *Acta Mater* [Internet]. 2016;105(February):155–64. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2015.11.044>
58. Zhao J, Zhao X, Zhao X, Dong C, Kang S. Effects of nucleation site and morphology of carbide-free bainite on microstructures and properties of bainite/martensite multi-phase steels. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2019;744(November 2018):86–93. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.060>
59. Rees GI, Bhadeshia HKDH. Bainite transformation kinetics Part 1 Modified model. *Mater Sci Technol* [Internet]. 1992 Nov 18;8(11):985–93. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/mst.1992.8.11.985>
60. H.K.D.H. Bhadeshia. *Bainite in Steels*. 2 edition. London: Maney Publishing; 2001. 616 p.
61. Caballero FG, Bhadeshia HKDH, Mawella KJA, Jones DG, Brown P. Design of novel high strength bainitic steels: Part 1. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2001 May 19;17(5):512–6. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/026708301101510348>
62. Bo Z, Yong S, Li T, Hong-Xin Y, Wen-Quan C, Yao-Zong B. Research on a New Process of the Non-quenched and Tempered Steel with High Strength and High Toughness. *Phys Procedia* [Internet]. 2013;50:25–31. Available from:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1875389213006111>

63. Das S, Sinha S, Lodh A, Chintla AR, Krugla M, Haldar A. Hot-rolled and continuously cooled bainitic steel with good strength–elongation combination. *Mater Sci Technol (United Kingdom)* [Internet]. 2017 May 24;33(8):1026–37. Available from: <http://dx.doi.org/10.1080/02670836.2016.1268663>
64. Das S, Haldar A. Continuously Cooled Ultrafine Bainitic Steel with Excellent Strength–Elongation Combination. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2014 Apr 14;45(4):1844–54. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-013-2173-1>
65. Caballero FG, Santofimia MJ, Capdevila C, García-Mateo C, García de Andrés C. Design of Advanced Bainitic Steels by Optimisation of TTT Diagrams and T0 Curves. *ISIJ Int* [Internet]. 2006;46(10):1479–88. Available from: <http://joi.jlc.jst.go.jp/JST.JSTAGE/isijinternational/46.1479?from=CrossRef>
66. Garcia-Mateo C, Caballero FG, Capdevila C, Andres CG de. Estimation of dislocation density in bainitic microstructures using high-resolution dilatometry. *Scr Mater* [Internet]. 2009;61(9):855–8. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.07.013>
67. Yoozbashi MN, Yazdani S. XRD and TEM study of bainitic ferrite plate thickness in nanostructured, carbide free bainitic steels. *Mater Chem Phys* [Internet]. 2015;160(September 2018):148–54. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2015.03.071>
68. van Bohemen SMC. Exploring the correlation between the austenite yield strength and the bainite lath thickness. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2018;731(April):119–23. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.041>
69. Podder AS, Lonardelli I, Molinari A, Bhadeshia HKDH. Thermal stability of retained austenite in bainitic steel: an in situ study. *Proc R Soc A Math Phys Eng Sci* [Internet]. 2011 Nov 8;467(2135):3141–56. Available from: <http://rspa.royalsocietypublishing.org/cgi/doi/10.1098/rspa.2011.0212>
70. Buchmayr B. Critical Assessment 22: bainitic forging steels. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2016 Apr 12;32(6):517–22. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/02670836.2015.1114272>
71. Dai Z, Chen H, Ding R, Lu Q, Zhang C, Yang Z, et al. Fundamentals and application of solid-state phase transformations for advanced high strength steels containing metastable retained austenite. *Mater Sci Eng R Reports* [Internet]. 2021 Jan;143:100590. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927796X20300486>
72. Graux A, Cazottes S, De Castro D, San-Martín D, Capdevila C, Cabrera JM, et al. Design and development of complex phase steels with improved combination of strength and stretch-flangeability. *Metals (Basel)*. 2020;10(6):1–16.
73. Fielding LCD. The Bainite Controversy. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2013 Apr 12;29(4):383–99. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1743284712Y.0000000157>
74. Qiao ZX, Liu YC, Yu LM, Gao ZM. Formation mechanism of granular bainite in a 30CrNi3MoV steel. *J Alloys Compd*. 2009;475(1–2):560–4.
75. Gupta C, Dey GK, Chakravartty JK, Srivastav D, Banerjee S. A study of bainite

- transformation in a new CrMoV steel under continuous cooling conditions. *Scr Mater.* 2005;53(5):559–64.
76. Lan L, Qiu C, Zhao D, Gao X, Du L. Effect of reheat temperature on continuous cooling bainite transformation behavior in low carbon microalloyed steel. *J Mater Sci.* 2013;48(12):4356–64.
77. Lee SJ, Park JS, Lee YK. Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel. *Scr Mater.* 2008;59(1):87–90.
78. Zheng YF, Wu RM, Li XC, Wu XC. Continuous cooling transformation behaviour and bainite formation kinetics of new bainitic steel. *Mater Sci Technol (United Kingdom).* 2017;33(4):454–63.
79. An F-C, Zhao S-X, Xue X-K, Wang J-J, Yuan G, Liu C-M. Incompleteness of bainite transformation in quenched and tempered steel under continuous cooling conditions. *J Mater Res Technol.* 2020;9(4):8985–96.
80. Shi L, Yan Z, Liu Y, Yang X, Qiao Z, Ning B, et al. Development of ferrite/bainite bands and study of bainite transformation retardation in HSLA steel during continuous cooling. *Met Mater Int.* 2014;20(1):19–25.
81. Morales-Rivas L, Roelofs H, Hasler S, Garcia-Mateo C, Caballero FG. Detailed characterization of complex banding in air-cooled bainitic steels. *J Min Metall Sect B Metall.* 2015;51(1):25–32.
82. Zhao H, Wynne BPP, Palmiere EJJ. Effect of austenite grain size on the bainitic ferrite morphology and grain refinement of a pipeline steel after continuous cooling. *Mater Charact* [Internet]. 2017 Jan;123:128–36. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2016.11.025>
83. Khlestov VMK of ATDTP, Konopleva E V., Mcqueen HJ. Kinetics of Austenite Transformation During Thermomechanical Processes. *Can Metall Q.* 2014;37(2):75–89.
84. Huang CY, Yang JR, Wang SC. Effect of Compressive Deformation on the Transformation Behavior of an Ultra-Low-Carbon Bainitic Steel. *Mater Trans JIM.* 1993;34(8):658–68.
85. Zhang Z, Xue X. Bainite Transformation of Low-carbon and Boron-containing Steel under Continuous Cooling. *J Iron Steel Res Int* [Internet]. 2014 Mar 1;21(3):359–63. Available from: [http://link.springer.com/10.1016/S1006-706X\(14\)60055-8](http://link.springer.com/10.1016/S1006-706X(14)60055-8)
86. Yakubtsov IA, Boyd JD. Bainite transformation during continuous cooling of low carbon microalloyed steel. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2001 Mar 19;17(3):296–301. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/026708301773002491>
87. Zhao H, Wynne BP, Palmiere EJ. Conditions for the occurrence of acicular ferrite transformation in HSLA steels. *J Mater Sci.* 2018;53(5):3785–804.
88. Du L, Yi H, Ding H, Liu X, Wang G. Effects of Deformation on Bainite Transformation During Continuous Cooling of Low Carbon Steels. *J Iron Steel Res Int* [Internet]. 2006 Feb 1;13(2):37–9. Available from: [http://link.springer.com/10.1016/S1006-706X\(06\)60041-1](http://link.springer.com/10.1016/S1006-706X(06)60041-1)
89. Yi H, Du L, Wang G, Liu X. Bainite Transformation Under Continuous Cooling of Nb-Microalloyed Low Carbon Steel. *J Iron Steel Res Int* [Internet]. 2006 Mar 1;13(3):36–9. Available from: [http://link.springer.com/10.1016/S1006-706X\(06\)60058-7](http://link.springer.com/10.1016/S1006-706X(06)60058-7)

90. Yamamoto S, Yokoyama H, Yamada K, Niikura M. Effects of the Austenite Grain Size and Deformation in the Unrecrystallized Austenite Region on Bainite Transformation Behavior and Microstructure. *ISIJ Int.* 2008;35(8):1020–6.
91. Zhang RY, Boyd JD. Bainite Transformation in Deformed Austenite. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2010 Jun 17;41(6):1448–59. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-010-0190-x>
92. Lan HF, Du LX, Liu XH. Microstructure and Mechanical Properties of a Low Carbon Bainitic Steel. *steel Res Int* [Internet]. 2013 Apr;84(4):352–61. Available from: <http://doi.wiley.com/10.1002/srin.201200186>
93. Dyson DJ. X-Ray and electron diffraction studies in materials science. Leeds: Maney Publishing; 2003. 368 p.
94. Mobilio S, Boscherini F, Meneghini C. Synchrotron Radiation: Basics, Methods and Applications [Internet]. 1^o edição. Mobilio S, Boscherini F, Meneghini C, editors. Berlin: Springer; 2015. 799 p. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-55315-8>
95. Dinnebier RE, Billinge SJL. Powder Diffraction: Theory and Practice. The Royal Society of Chemistry; 2008. 582 p.
96. Liss K-D, Bartels A, Schreyer A, Clemens H. High-Energy X-Rays: A tool for Advanced Bulk Investigations in Materials Science and Physics. *Textures Microstruct.* 2003;35(3–4):219–52.
97. Barriobero-Vila P. Phase transformation kinetics during continuous heating of $\alpha+\beta$ and metastable β titanium alloys. PhD Thesis TU Vienna Austria. 2015;2015.
98. Epp J. X-Ray Diffraction (XRD) Techniques for Materials Characterization [Internet]. *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Elsevier Ltd; 2016. 81–124 p. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00004-3>
99. Blondé R, Jimenez-Melero E, Zhao L, Wright JP, Brück E, van der Zwaag S, et al. High-energy X-ray diffraction study on the temperature-dependent mechanical stability of retained austenite in low-alloyed TRIP steels. *Acta Mater* [Internet]. 2012 Jan;60(2):565–77. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645411007245>
100. Will G. Powder Diffraction: The Rietveld Method and the Two Stage Method to Determine and Refine Crystal Structures from Powder Diffraction Data [Internet]. *Powder Diffraction: The Rietveld Method and the Two Stage Method to Determine and Refine Crystal Structures from Powder Diffraction Data*. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag; 2006. 224 p. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/3-540-27986-5>
101. Dutta RK, Huizenga RM, Gao H, Amirthalingam M, King A, Hermans MJM, et al. Anisotropy in Thermal Expansion of Bainitic Ferrite. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci.* 2014;45(12):5281–5.
102. Dutta RK, Huizenga RM, Amirthalingam M, Hermans MJM, King A, Richardson IM. Transformation-induced diffraction peak broadening during bainitic and martensitic transformations under small external loads in a quenched and tempered high strength steel. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci.* 2013;44(9):4011–4.
103. Dutta RK, Huizenga RM, Amirthalingam M, Hermans MJM, Gao H, King A, et al. In Situ Synchrotron Diffraction Studies on Peak Broadening During Bainitic Transformation in a

- High Strength Quenched and Tempered Steel. In: Kannengiesser T, Babu SS, Komizo Y, Ramirez AJ, editors. In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering II [Internet]. Cham: Springer International Publishing; 2014. p. 51–70. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-06145-0>
104. Shi Z, Tomota Y, Harjo S, Su Y, Chi B, Pu J, et al. Effect of non-isothermal deformation of austenite on ferrite transformation behavior studied by in-situ neutron diffraction. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2015;631:153–9. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.043>
 105. Dutta RK, Huizenga RM, Amirthalingam M, King A, Gao H, Hermans MJM, et al. In-situ synchrotron diffraction studies on transformation strain development in a high strength quenched and tempered structural steel - Part I. Bainitic transformation. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*. 2014;45(1):218–29.
 106. van Bohemen SMCC. Bainite and martensite start temperature calculated with exponential carbon dependence. *Mater Sci Technol*. 2011;28(4):487–95.
 107. JANKULA; M, ŠÍN; P, PODOBA; R, ONDRUŠKA J. Typical problems in push-rod dilatometry analysis. *Mater Technol Anyagtechnológia*. 2013;65:10–4.
 108. Instruments T. Dilatometry [Internet]. DIL 805A/D_Quenching & Deformation Dilatometers. 2013. p. 31. Available from: https://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/DIL_805.pdf
 109. Hunkel M, Surm H, Steinbacher M. Dilatometry. In: *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2018. p. 103–29.
 110. Schell N, King A, Beckmann F, Ruhnau H-U, Kirchhof R, Kiehn R, et al. The High Energy Materials Science Beamline (HEMS) at PETRA III. In: *AIP* [Internet]. 2010. p. 391–4. Available from: <http://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.3463221>
 111. Mohapatra G, Sommer F, Mittemeijer EJ. Calibration of a quenching and deformation differential dilatometer upon heating and cooling: Thermal expansion of Fe and Fe–Ni alloys. *Thermochim Acta* [Internet]. 2007 Jan;453(1):31–41. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040603106005594>
 112. PerkinElmer. 16-inch Digital X-ray Detectors [Internet]. XRD 1621 N ES Series_Datasheet. 2008 [cited 2019 Nov 11]. p. 2. Available from: https://www.perkinelmer.com/PDFs/downloads/DTS_16inchDigitalXrayDetectors.pdf
 113. Van Bohemen SMCMC, Bohemen SMC Van. The nonlinear lattice expansion of iron alloys in the range 100-1600 K. *Scr Mater* [Internet]. 2013 Aug;69(4):315–8. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.05.009>
 114. Peng F, Xu Y, Li J, Gu X, Wang X. Interaction of martensite and bainite transformations and its dependence on quenching temperature in intercritical quenching and partitioning steels. *Mater Des* [Internet]. 2019 Nov;181:107921. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0264127519303594>
 115. Ashiotis G, Deschildre A, Nawaz Z, Wright JP, Karkoulis D, Picca FE, et al. The fast azimuthal integration Python library: pyFAI. *J Appl Crystallogr* [Internet]. 2015 Apr 1;48(2):510–9. Available from: <http://scripts.iucr.org/cgi-bin/paper?S1600576715004306>
 116. Yan K, Liss KD, Timokhina IB, Pereloma E V. In situ synchrotron X-ray diffraction studies

- of the effect of microstructure on tensile behavior and retained austenite stability of thermo-mechanically processed transformation induced plasticity steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2016;662:185–97. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.048>
117. Zhao J, Jiang Z. Thermomechanical processing of advanced high strength steels. *Prog Mater Sci* [Internet]. 2018 May;94(1):174–242. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.06.017>
 118. Fielding LCD, Jones NG, Walsh J, Van Boxel S, Blackmur MS, Lee PD, et al. Synchrotron analysis of toughness anomalies in nanostructured bainite. *Acta Mater* [Internet]. 2016;105:52–8. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2015.11.029>
 119. Esin VA, Denand B, Le Bihan Q, Dehmas M, Teixeira J, Geandier G, et al. In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate. *Acta Mater* [Internet]. 2014 Nov;80:118–31. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645414005606>
 120. Erinoshio TO, Collins DM, Wilkinson AJ, Todd RI, Dunne FPE. Assessment of X-ray diffraction and crystal plasticity lattice strain evolutions under biaxial loading. *Int J Plast* [Internet]. 2016;83:1–18. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2016.03.011>
 121. Xiao L, Fan Z, Jinxiu Z, Mingxing Z, Mokuang K, Zhenqi G. Lattice-parameter variation with carbon content of martensite. I. X-ray-diffraction experimental study. *Phys Rev B* [Internet]. 1995 Oct 1;52(14):9970–8. Available from: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.52.9970>
 122. Hulme-Smith CN, Lonardelli I, Dippel AC, Bhadeshia HKDH. Experimental evidence for non-cubic bainitic ferrite. *Scr Mater* [Internet]. 2013 Sep;69(5):409–12. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646213002911>
 123. Langford JI, Louër D. Powder diffraction. *Reports Prog Phys* [Internet]. 1996 Feb 1;59(2):131–234. Available from: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0034-4885/59/2/002>
 124. Toby BH. R factors in Rietveld analysis: How good is good enough? *Powder Diffr* [Internet]. 2006 Mar 1;21(1):67–70. Available from: https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S0885715600003250/type/journal_article
 125. Allain SYP, Geandier G, Hell JC, Soler M, Danoix F, Gouné M. In-situ investigation of quenching and partitioning by High Energy X-Ray Diffraction experiments. *Scr Mater* [Internet]. 2017 Apr;131:15–8. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646216306261>
 126. Ebner S, Suppan C, Stark A, Schnitzer R, Hofer C. Austenite decomposition and carbon partitioning during quenching and partitioning heat treatments studied via in-situ X-ray diffraction. *Mater Des* [Internet]. 2019;178:107862. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107862>
 127. Dyson DJ, Holmes B, DJ D, B H. Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite. *J Iron Steel Inst*. 1970;208(5):469–474.
 128. VAN DIJK N, BUTT A, ZHAO L, SIETSMA J, OFFERMAN S, WRIGHT J, et al. Thermal stability of retained austenite in TRIP steels studied by synchrotron X-ray diffraction during

- cooling. *Acta Mater* [Internet]. 2005 Dec;53(20):5439–47. Available from: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645405004908>
129. Allain S, Geandier G, Hell J-C, Soler M, Danoix F, Gouné M. Effects of Q&P Processing Conditions on Austenite Carbon Enrichment Studied by In Situ High-Energy X-ray Diffraction Experiments. *Metals (Basel)*. 2017;7(7):232.
 130. Huyghe P, Caruso M, Collet JL, Dépinoy S, Godet S. Into the quenching and; partitioning of a 0.2C steel: An in-situ synchrotron study. *Mater Sci Eng A*. 2019;743(September 2018):175–84.
 131. Dinnebier RE, Leineweber A, Evans JSO. Rietveld Refinement: Practical Powder Diffraction Pattern Analysis using TOPAS [Internet]. De Gruyter; 2018. 328 p. Available from: <https://www.degruyter.com/document/doi/10.1515/9783110461381/html>
 132. Pushkareva I, Shalchi-Amirkhiz B, Allain SYP, Geandier G, Fazeli F, Sztanko M, et al. The Influence of Vanadium Additions on Isothermally Formed Bainite Microstructures in Medium Carbon Steels Containing Retained Austenite. *Metals (Basel)*. 2020;10(3):392.
 133. Wang D, Mu J, Chen Y, Qi Y, Wu W, Wang Y, et al. A study of stress-induced phase transformation and micromechanical behavior of CuZr-based alloy by in-situ neutron diffraction. *J Alloys Compd* [Internet]. 2017 Mar;696:1096–104. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838816339287>
 134. Liu TK, Wu GL, Liu CK, Nie ZH, Ungár T, Ren Y, et al. Interface coherency strain relaxation due to plastic deformation in single crystal Ni-base superalloys. *Mater Sci Eng A*. 2013;568:83–7.
 135. He SH, He BB, Zhu KY, Huang MX. Evolution of dislocation density in bainitic steel: Modeling and experiments. *Acta Mater*. 2018;149(February):46–56.
 136. International A. ASTM E384 - 17: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. West Conshohocken; 2017.
 137. Yonemura M, Nishibata H, Nishiura T, Ooura N, Yoshimoto Y, Fujiwara K, et al. Fine microstructure formation in steel under ultrafast heating. *Sci Rep* [Internet]. 2019 Dec 2;9(1):11241. Available from: <http://www.nature.com/articles/s41598-019-47668-6>
 138. Tokunaga T, Hasegawa K, Masuyama F. Phase transformation behavior of Grade 91 ferritic steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2009 Jun;510–511:158–61. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509308014652>
 139. San Martín D, Rivera-Díaz-del-Castillo PEJ, García-de-Andrés C. In situ study of austenite formation by dilatometry in a low carbon microalloyed steel. *Scr Mater* [Internet]. 2008 May;58(10):926–9. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646208000596>
 140. Santofimia MJ, Nguyen-Minh T, Zhao L, Petrov R, Sabirov I, Sietsma J. New low carbon Q&P steels containing film-like intercritical ferrite. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2010 Sep;527(23):6429–39. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509310007161>
 141. Cheng L, Brakman CM, Korevaar BM, Mittemeijer EJ. The tempering of iron- carbon martensite; dilatometric and calorimetric analysis. *Metall Trans A* [Internet]. 1988 Oct;19(10):2415–26. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/BF02645469>

142. Li HY, Lu XW, Li WJ, Jin XJ. Microstructure and Mechanical Properties of an Ultrahigh-Strength 40SiMnNiCr Steel during the One-Step Quenching and Partitioning Process. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2010 May 12;41(5):1284–300. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-010-0184-8>
143. Hulme-Smith CN, Lonardelli I, Peet MJ, Dippel AC, Bhadeshia HKDH. Enhanced thermal stability in nanostructured bainitic steel. *Scr Mater* [Internet]. 2013 Jul;69(2):191–4. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646213001917>
144. Lonardelli I, Bortolotti M, van Beek W, Girardini L, Zadra M, Bhadeshia HKDH. Powder metallurgical nanostructured medium carbon bainitic steel: Kinetics, structure, and in situ thermal stability studies. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2012 Oct;555:139–47. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509312008684>
145. Yang JR, Bhadeshia HKDH. Continuous heating transformation of bainite to austenite. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 1991 Jan;131(1):99–113. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/092150939190349R>
146. Geandier G, Vautrot L, Denand B, Denis S. In Situ Stress Tensor Determination during Phase Transformation of a Metal Matrix Composite by High-Energy X-ray Diffraction. *Materials (Basel)* [Internet]. 2018 Aug 12;11(8):1415. Available from: <http://www.mdpi.com/1996-1944/11/8/1415>
147. Denand B, Esin VA, Dehmas M, Geandier G, Denis S, Sourmail T, et al. Carbon content evolution in austenite during austenitization studied by in situ synchrotron X-ray diffraction of a hypoeutectoid steel. *Materialia* [Internet]. 2020 May;10:100664. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2589152920300818>
148. Krauss G. *Steels: Processing, Structure, and Performance*. ASM International; 2005. 613 p.
149. Wu YX, Wang LY, Sun WW, Styles MJ, Studer AJ, Bréchet Y, et al. Austenite formation kinetics from multicomponent cementite-ferrite aggregates. *Acta Mater* [Internet]. 2020 Sep;196:470–87. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645420304997>
150. Sourmail T, Smanio V. Determination of M_s temperature: methods, meaning and influence of ‘slow start’ phenomenon. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2013 Jul 18;29(7):883–8. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1743284713Y.0000000209>
151. Yang Z, Zhang F, Zheng C, Zhang M, Lv B, Qu L. Study on hot deformation behaviour and processing maps of low carbon bainitic steel. *Mater Des* [Internet]. 2015 Feb;66:258–66. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306914008565>
152. Humphreys J, Rohrer GS, Rollett A. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* [Internet]. 3rd ed. Elsevier; 2017. 704 p. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080982359010016>
153. Zhang J, Di H, Wang X, Cao Y, Zhang J, Ma T. Constitutive analysis of the hot deformation behavior of Fe–23Mn–2Al–0.2C twinning induced plasticity steel in consideration of strain. *Mater Des* [Internet]. 2013 Feb;44:354–64. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306912005341>
154. Zhang X, Li M, Park J-S, Kenesei P, Almer J, Xu C, et al. In situ high-energy X-ray diffraction study of tensile deformation of neutron-irradiated polycrystalline Fe-9%Cr alloy.

- Acta Mater [Internet]. 2017 Mar;126:67–76. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645416309740>
155. Liss KD, Yan K. Thermo-mechanical processing in a synchrotron beam. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2010;528(1):11–27. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.06.017>
 156. Han Y, Yan S, Yin B, Li H, Ran X. Effects of temperature and strain rate on the dynamic recrystallization of a medium-high-carbon high-silicon bainitic steel during hot deformation. *Vacuum* [Internet]. 2018 Feb;148:78–87. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0042207X17312526>
 157. Jacques PJ. Phase transformations in transformation induced plasticity (TRIP)-assisted multiphase steels. In: *Phase Transformations in Steels* [Internet]. Elsevier; 2012. p. 213–46. Available from: <http://dx.doi.org/10.1533/9780857096111.2.213>
 158. Ariza EA, Poplawsky J, Guo W, Unocic K, Ramirez AJ, Tschiptschin AP, et al. Evaluation of Carbon Partitioning in New Generation of Quench and Partitioning (Q&P) Steels. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*. 2018;49(10):4809–23.
 159. Ravi AM, Kumar A, Herbig M, Sietsma J, Santofimia MJ. Impact of austenite grain boundaries and ferrite nucleation on bainite formation in steels. *Acta Mater* [Internet]. 2020;188(February):424–34. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.01.065>
 160. Bhadeshia HKD. The bainite transformation: unresolved issues. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 1999 Dec;273–275:58–66. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509399002890>
 161. He J, Zhao A, Huang Y, Zhi C, Zhao F. Acceleration of bainite transformation at low temperature by warm rolling process. *Mater Today Proc* [Internet]. 2015;2:S289–94. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2015.05.040>
 162. Zhang M, Wang YH, Zheng CL, Zhang FC, Wang TS. Effects of ausforming on isothermal bainite transformation behaviour and microstructural refinement in medium-carbon Si–Al-rich alloy steel. *Mater Des* [Internet]. 2014 Oct;62:168–74. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306914003938>
 163. He BB, Xu W, Huang MX. Effect of ausforming temperature and strain on the bainitic transformation kinetics of a low carbon boron steel. *Philos Mag* [Internet]. 2015 Apr 13;95(11):1150–63. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/14786435.2015.1025886>
 164. RAVI AM. Understanding bainite formation in steels. TU Delft University. 2019.
 165. Lee CH, Bhadeshia HKDH, Lee H-C. Effect of plastic deformation on the formation of acicular ferrite. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2003 Nov;360(1–2):249–57. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509303004775>
 166. Xu PG, Tomota Y, Lukáš P, Muránsky O, Adachi Y. Austenite-to-ferrite transformation in low alloy steels during thermomechanically controlled process studied by in situ neutron diffraction. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2006 Nov;435–436:46–53. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509306009919>
 167. Villa M, Pantleon K, Somers MAJ. In situ investigation of the martensitic transformation in Fe-12 wt.%Ni-0.6 wt.%C steel at subzero temperatures. *J Alloys Compd*. 2013;577(SUPPL. 1):1–6.

168. Hofer C, Bliznuk V, Verdiere A, Petrov R, Winkelhofer F, Clemens H, et al. High-resolution characterization of the martensite-austenite constituent in a carbide-free bainitic steel. *Mater Charact* [Internet]. 2018;144(July):182–90. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.07.011>
169. Jiang Z, Li Y, Yang Z, Wang P, Li D, Li Y. The tempering behavior of martensite/austenite islands on the mechanical properties of a low alloy Mn-Ni-Mo steel with granular bainite. *Mater Today Commun* [Internet]. 2021 Mar;26:102166. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2352492821001586>
170. Li YJ, Kang J, Zhang WN, Liu D, Wang XH, Yuan G, et al. A novel phase transition behavior during dynamic partitioning and analysis of retained austenite in quenched and partitioned steels. *Mater Sci Eng A*. 2018;710(August 2017):181–91.
171. Caballero F, Miller M, Babu S, Garciamateo C. Atomic scale observations of bainite transformation in a high carbon high silicon steel. *Acta Mater* [Internet]. 2007 Jan;55(1):381–90. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645406006094>
172. Kalish D, Cohen M. Structural changes and strengthening in the strain tempering of martensite. *Mater Sci Eng* [Internet]. 1970 Sep;6(3):156–66. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0025541670900455>
173. Bigg TD, Matlock DK, Speer JG, Edmonds D. Dynamics of the Quenching and Partitioning (Q&P) Process. *Solid State Phenom* [Internet]. 2011 Jun;172–174:827–32. Available from: <https://www.scientific.net/SSP.172-174.827>
174. QU H. Advanced high strength steel through paraequilibrium carbon partitioning and austenite stabilization. CASE WESTERN RESERVE UNIVERSITY; 2013.
175. Speich GR, Leslie WC. Tempering of steel. *Metall Trans* [Internet]. 1972 May;3(5):1043–54. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/BF02642436>
176. Seeger A, Haasen P. Density changes of crystals containing dislocations. *Philos Mag A J Theor Exp Appl Phys* [Internet]. 1958 May 24;3(29):470–5. Available from: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/14786435808244569>
177. Bhadeshia HKDH. Anomalies in carbon concentration determinations from nanostructured bainite. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2015 May 3;31(7):758–63. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1743284714Y.0000000655>
178. Canelo-Yubero D, Requena G, Sket F, Poletti C, Warchomicka F, Daniels J, et al. Load partition and microstructural evolution during in situ hot deformation of Ti–6Al–6V–2Sn alloys. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2016 Mar;657:244–58. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509316300600>
179. Ungár T. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening. *Scr Mater*. 2004;51(8 SPEC. ISS.):777–81.
180. PEET MJ, BHADESHIA HKDH. Surface Relief Due to Bainite Transformation at 473 K (200 °C). *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2011 Nov 16;42(11):3344–8. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-011-0755-3>
181. Swallow E, Bhadeshia HKDH. High resolution observations of displacements caused by bainitic transformation. *Mater Sci Technol* [Internet]. 1996 Feb 19;12(2):121–5. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/mst.1996.12.2.121>

182. Nakada N, Ishibashi Y, Tsuchiyama T, Takaki S. Self-stabilization of untransformed austenite by hydrostatic pressure via martensitic transformation. *Acta Mater* [Internet]. 2016 May;110:95–102. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645416302014>
183. Yada H, Li C-M, Yamagata H. Dynamic .GAMMA..RAR..ALPHA. Transformation during Hot Deformation in Iron-Nickel-Carbon Alloys. *ISIJ Int* [Internet]. 2000;40(2):200–6. Available from: <http://joi.jlc.jst.go.jp/JST.Journalarchive/isijinternational1989/40.200?from=CrossRef>
184. Shibata A, Takeda Y, Park N, Zhao L, Harjo S, Kawasaki T, et al. Nature of dynamic ferrite transformation revealed by in-situ neutron diffraction analysis during thermomechanical processing. *Scr Mater* [Internet]. 2019 May;165:44–9. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646219300909>
185. Avishan B, Yazdani S, Caballero FG, Wang TS, Garcia-Mateo C. Characterisation of microstructure and mechanical properties in two different nanostructured bainitic steels. *Mater Sci Technol*. 2015;31(12):1508–20.
186. He SH, He BB, Zhu KY, Huang MX. On the correlation among dislocation density, lath thickness and yield stress of bainite. *Acta Mater* [Internet]. 2017 Aug;135:382–9. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645417305256>
187. Singh SB, Bhadeshia HKDH. Estimation of bainite plate-thickness in low-alloy steels. *Mater Sci Eng A*. 1998;245(1):72–9.
188. Cornide J, Garcia-Mateo C, Capdevila C, Caballero FG. An assessment of the contributing factors to the nanoscale structural refinement of advanced bainitic steels. *J Alloys Compd* [Internet]. 2013 Nov;577:S43–7. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838811021530>
189. Caballero FG. Carbide-free bainite in steels. In: *Phase Transformations in Steels* [Internet]. Elsevier; 2012. p. 436–67. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978184569970350012X>
190. Nesterova E V., Zolotarevskii NY, Titovets YF, Khlusova EI. Inheritance of misorientations and model of formation of bainite structure in low-doped steels under the influence of austenite deformation. *Inorg Mater Appl Res* [Internet]. 2012 Nov 28;3(6):517–23. Available from: <http://link.springer.com/10.1134/S2075113312060068>
191. Bhadeshia HKDH, Christian JW. Bainite in steels. *Metall Trans A* [Internet]. 1990 Mar;21(3):767–97. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/BF02656561>
192. Rakha K, Beladi H, Timokhina I, Xiong X, Kabra S, Liss KD, et al. On low temperature bainite transformation characteristics using in-situ neutron diffraction and atom probe tomography. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2014;589:303–9. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.09.055>
193. Goulas C, Kumar A, Mecozzi MG, Castro-Cerda FM, Herbig M, Petrov RH, et al. Atomic-scale investigations of isothermally formed bainite microstructures in 51CrV4 spring steel. *Mater Charact* [Internet]. 2019;152(March):67–75. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.03.038>
194. Kang MK, Chen DM, Yang SP, Hu GL. The time-temperature-transformation diagram

within the medium temperature range in some alloy steels. *Metall Trans A*. 1992;23(10):2946–7.

195. Eres-Castellanos A, Hidalgo J, Morales-Rivas L, Caballero FG, Garcia-Mateo C. The role of plastic strains on variant selection in ausformed bainitic microstructures studied by finite elements and crystal plasticity simulations. *J Mater Res Technol* [Internet]. 2021 May; Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S223878542100510X>
196. Bhadeshia HKDH, David SA, Vitek JM, Reed RW. Stress induced transformation to bainite in Fe–Cr–Mo–C pressure vessel steel. *Mater Sci Technol* [Internet]. 1991 Aug 18;7(8):686–98. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/mst.1991.7.8.686>
197. Zhou M, Xu G, Wang L, Xue Z, Hu H. Comprehensive analysis of the dilatation during bainitic transformation under stress. *Met Mater Int* [Internet]. 2015 Nov 6;21(6):985–90. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s12540-015-2348-y>
198. Reisinger S, Ressel G, Eck S, Marsoner S. Differentiation of grain orientation with corrosive and colour etching on a granular bainitic steel. *Micron* [Internet]. 2017;99(April):67–73. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.micron.2017.04.002>
199. Zhu K, Chen H, Masse JP, Bouaziz O, Gachet G. The effect of prior ferrite formation on bainite and martensite transformation kinetics in advanced high-strength steels. *Acta Mater* [Internet]. 2013;61(16):6025–36. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.06.043>
200. Quidort D, Brechet YJM. Isothermal growth kinetics of bainite in 0.5% C steels. *Acta Mater*. 2001;49(20):4161–70.
201. Zhang B, Zhao MM, Dong Y, Misra RDK, Du Y, Wu HY, et al. On the structure-property relationship in a novel 1000 MPa hot-rolled TRIP steel with strain-assisted ferrite transformation. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2021 Jun;141594. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509321008625>
202. Mazancová E, Mazanec K. Physical metallurgy characteristics of the M/A constituent formation in granular bainite. *J Mater Process Technol* [Internet]. 1997 Feb;64(1–3):287–92. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013696025782>
203. Jedrasiak P, Shercliff H. Finite element analysis of small-scale hot compression testing. *J Mater Sci Technol* [Internet]. 2021 Jun;76:174–88. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1005030220309257>
204. Vasilyev A, Sokolov D, Sokolov S. Investigation and modeling of the effect of pre-deformation of austenite on the kinetics of ferritic transformation. *Lett Mater* [Internet]. 2021;11(1):90–4. Available from: <https://lettersonmaterials.com/en/Readers/Article.aspx?aid=36999>
205. Kawata H, Sakamoto K, Moritani T, Morito S, Furuhashi T, Maki T. Crystallography of ausformed upper bainite structure in Fe-9Ni-C alloys. *Mater Sci Eng A*. 2006;438–440(SPEC. ISS.):140–4.
206. Verlinden B, Bocher P, Girault E, Aernoudt E. Austenite texture and bainite/austenite orientation relationships in TRIP steel. *Scr Mater*. 2001;45(8):909–16.
207. Mangal A, Biswas P, Lenka S, Singh V, Singh SB, Kundu S. Dilatometric and microstructural response of variant selection during α' transformation. *Mater Sci Technol*

- (United Kingdom). 2014;30(9):1116–24.
208. Miyamoto G, Iwata N, Takayama N, Furuhashi T. Variant selection of lath martensite and bainite transformation in low carbon steel by ausforming. *J Alloys Compd* [Internet]. 2013;577(SUPPL. 1):S528–32. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.12.111>
209. Ariza EA, Masoumi M, Tschiptschin AP. Improvement of tensile mechanical properties in a TRIP-assisted steel by controlling of crystallographic orientation via HSQ&P processes. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2018 Jan;713:223–33. Available from: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509317316428>
210. Thomas G, Speer J, Matlock D, Michael J. Application of Electron Backscatter Diffraction Techniques to Quenched and Partitioned Steels. *Microsc Microanal* [Internet]. 2011 Jun;17(3):368–73. Available from: https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S1431927610094432/type/journal_article
211. Omale JI, Ohaeri EG, Tihamiyu AA, Eskandari M, Mostafijur KM, Szpunar JA. Microstructure, texture evolution and mechanical properties of X70 pipeline steel after different thermomechanical treatments. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2017 Aug;703:477–85. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509317309917>
212. Hofer C, Winkelhofer F, Clemens H, Primig S. Morphology change of retained austenite during austempering of carbide-free bainitic steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2016;664:236–46. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.005>
213. Zhao H, Wynne BP, Palmiere EJ. A phase quantification method based on EBSD data for a continuously cooled microalloyed steel. *Mater Charact* [Internet]. 2017;123:339–48. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2016.11.024>
214. Zajac S, Schwinnand V, Tacke KH. Characterisation and quantification of complex bainitic microstructures in high and ultra-high strength linepipe steels. *Mater Sci Forum*. 2005;500–501(November):387–94.
215. Adachi Y, Xu PG, Tomota Y. Crystallography and Kinetics of Dynamic Transformation in Steels. *ISIJ Int* [Internet]. 2008;48(8):1056–62. Available from: <http://joi.jlc.jst.go.jp/JST.JSTAGE/isijinternational/48.1056?from=CrossRef>
216. Scheil E. Über die Umwandlung des Austenits in Martensit in Eisen-Nickellegierungen unter Belastung. *Zeitschrift für Anorg und Allg Chemie* [Internet]. 1932 Jul 22;207(1):21–40. Available from: <http://doi.wiley.com/10.1002/zaac.19322070103>
217. Wang J, Yang Q, Wang X, Zhao Y, Wang L. A phenomenon of strain induced bainitic transformation and its effect on strength enhancement in a lightweight transformation-induced-plasticity steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2019 Mar;751:340–50. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092150931930231X>
218. Shipway PH, Bhadeshia HKDH. The effect of small stresses on the kinetics of the bainite transformation. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 1995 Oct;201(1–2):143–9. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0921509395097694>
219. Holzweissig MJ, Canadinc D, Maier HJ. In-situ characterization of transformation plasticity during an isothermal austenite-to-bainite phase transformation. *Mater Charact* [Internet]. 2012 Mar;65:100–8. Available from:

- <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580312000101>
220. Holzweissig MJ, Canadinc D, Maier HJ. In situ characterization of backstress effects on the austenite-to-bainite phase transformation. *Scr Mater* [Internet]. 2012 Aug;67(4):368–71. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646212003430>
 221. Oliveira M. Influence of strain-induced nucleation on the kinetics of phase transformation in a forging steel during warm working. *Scr Mater* [Internet]. 2004 Apr;50(8):1157–62. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646204000296>
 222. Guo L, Roelofs H, Lembke MI, Bhadeshia HKDH. Effect of manganese sulphide particle shape on the pinning of grain boundary. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2017 May 24;33(8):1013–8. Available from: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/02670836.2016.1258157>
 223. Allain S, Aoued S, Quintin-Poulon A, Gouné M, Danoix F, Hell J-C, et al. In Situ Investigation of the Iron Carbide Precipitation Process in a Fe-C-Mn-Si Q&P Steel. *Materials (Basel)* [Internet]. 2018 Jun 26;11(7):1087. Available from: <http://www.mdpi.com/1996-1944/11/7/1087>
 224. Kalidindi SR. Modeling the strain hardening response of low SFE FCC alloys. *Int J Plast* [Internet]. 1998 Dec;14(12):1265–77. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0749641998000540>
 225. Zhou M, Xu G, Wang L, Hu H. Effect of Undercooling and Austenitic Grain Size on Bainitic Transformation in an Fe–C–Mn–Si Superbainite Steel. *Trans Indian Inst Met* [Internet]. 2016 Apr 22;69(3):693–8. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s12666-015-0541-9>
 226. Singh SB. Phase transformations from deformed austenite [Internet]. University of Cambridge; 1998. Available from: <https://ethos.bl.uk/OrderDetails.do?uin=uk.bl.ethos.246513>
 227. Larn RH, Yang JR. The effect of compressive deformation of austenite on the bainitic ferrite transformation in Fe-Mn-Si-C steels. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2000 Feb;278(1–2):278–91. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509399005973>
 228. Ghosh C, Aranas C, Jonas JJ. Dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae₃. *Prog Mater Sci* [Internet]. 2016 Sep;82:151–233. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642516300160>
 229. Ebner S, Schnitzer R, Suppan C, Stark A, Liu H, Hofer C. Characterization of carbides in Q&P steels using a combination of high-resolution methods. *Mater Charact* [Internet]. 2020;163(February):110242. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110242>
 230. Ennis BL, Jimenez-Melero E, Atzema EH, Krugla M, Azeem MA, Rowley D, et al. Metastable austenite driven work-hardening behaviour in a TRIP-assisted dual phase steel. *Int J Plast* [Internet]. 2017 Jan;88:126–39. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0749641916302315>
 231. Song C, Yu H, Lu J, Zhou T, Yang S. Stress partitioning among ferrite, martensite and retained austenite of a TRIP-assisted multiphase steel: An in-situ high-energy X-ray diffraction study. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2018 May;726:1–9. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509318305628>
 232. Dutta RKK, Huizenga RMM, Amirthalingam M, King A, Gao H, Hermans MJM, et al. In

- situ synchrotron diffraction studies on the temperature-dependent plane-specific elastic constants in a high-strength quenched and tempered structural steel. *Scr Mater* [Internet]. 2013 Jul;69(2):187–90. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.03.031>
233. Hidalgo J, Huizenga RM, Findley KO, Santofimia MJ. Interplay between metastable phases controls strength and ductility in steels. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2019 Feb;745:185–94. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509318317933>
234. Brandstetter S, Budrović Ž, Van Petegem S, Schmitt B, Stergar E, Derlet PM, et al. Temperature-dependent residual broadening of x-ray diffraction spectra in nanocrystalline plasticity. *Appl Phys Lett* [Internet]. 2005 Dec 5;87(23):2. Available from: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.2138359>
235. Lan L, Yu M, Qiu C. On the local mechanical properties of isothermally transformed bainite in low carbon steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2019 Jan;742:442–50. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509318315284>
236. Babu S., Specht E., David S., Karapetrova, E.A Zschack P, Peet M., Bhadeshia HK. Time-Resolved X-ray diffraction Investigation of Austenite and Transformation to Bainite. In: *Proceedings of the 1st International Symposium on Steel Science (IS3-2007)*. Tokyo: The Iron and Steel Institute of Japan; 2007. p. 93–9.

APÊNDICE A – APROXIMAÇÃO DOS ERROS OBTIDOS NOS REFINAMENTOS RIETVELD E MODELAGEM DOS PICOS DE DIFRAÇÃO

Nesta seção são apresentados os erros associados aos refinamentos Rietveld, além dos erros e indicador de qualidade (GOF- *Goodness of Fit*) associados ao ajuste dos picos através da função *Pseudo-Voigt*. De modo geral, os erros e o parâmetro GOF são apresentados como uma função da fração volumétrica de fase, temperatura e também deformação verdadeira (no caso da transformação dinâmica da bainita).

A.1 – Transformação de fase durante a etapa de aquecimento

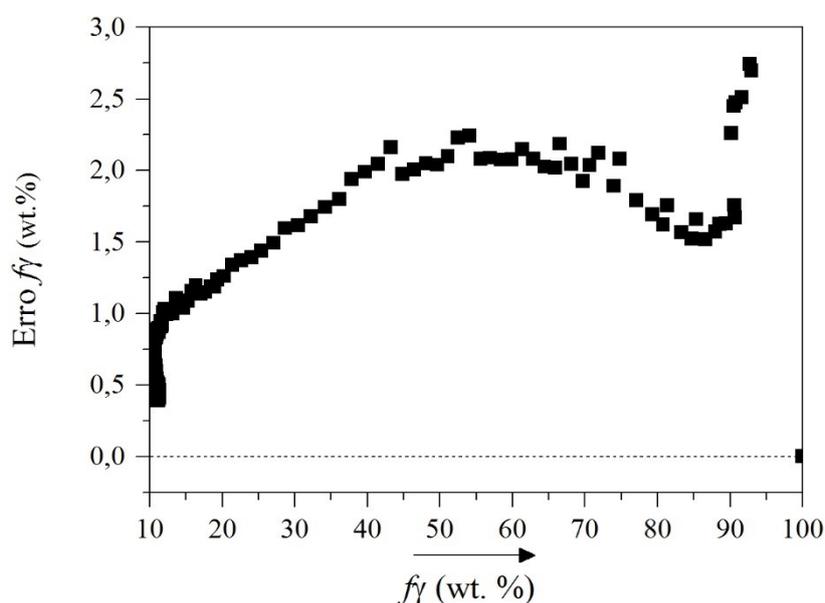


Figura 104. Evolução do erro na determinação da fração volumétrica de austenita (f_γ) (método Rietveld), como uma função da fração de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de 10 °C/s (seção 4.1.3). Fonte: Elaborado pelo autor.

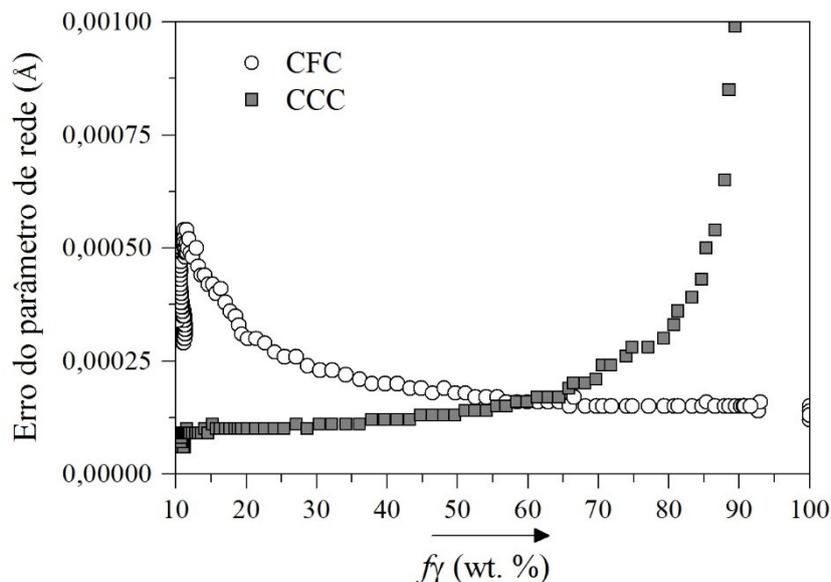


Figura 105. Evolução do erro na determinação do parâmetro de rede da fase gama (CFC) e alfa (CCC) (método Rietveld), como uma função da fração de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de 10 °C/s (seção 4.1.2). Fonte: Elaborado pelo autor.

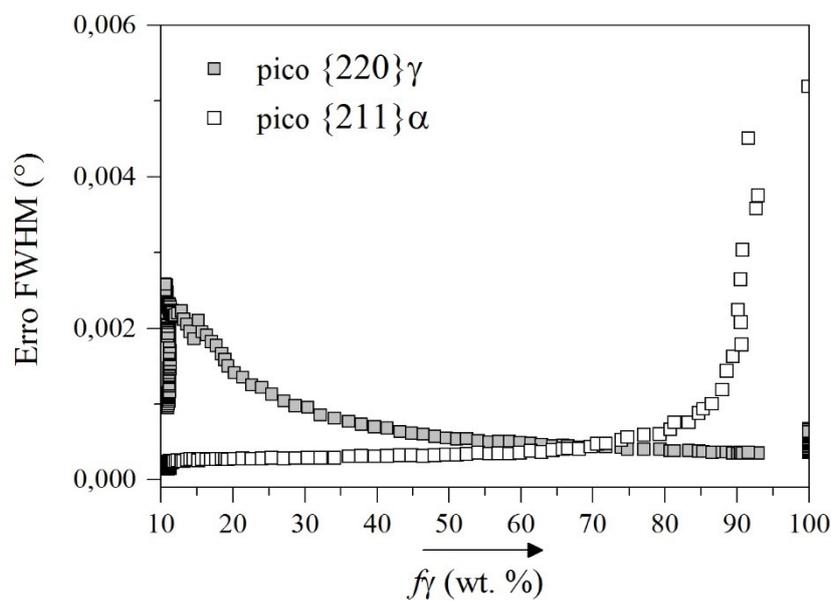


Figura 106. Evolução do erro na determinação do FWHM (função *Pseudo-Voigt*), como uma função da fração volumétrica de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de 10 °C/s (seção 4.1.2). Fonte: Elaborado pelo autor.

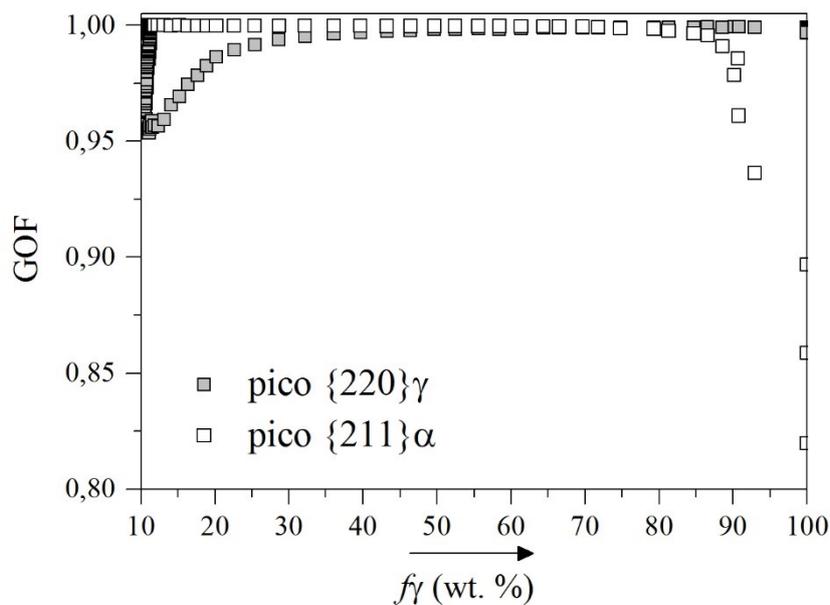


Figura 107. Evolução do parâmetro indicador de qualidade GOF (função *Pseudo-Voigt*) para as reflexões $\{220\}_\gamma$ e $\{211\}_\alpha$, como uma função da fração volumétrica de austenita durante a etapa de aquecimento a uma taxa de 10 °C/s (seção 4.1.2). Fonte: Elaborado pelo autor.

A.2 – Transformação dinâmica da austenita em bainita

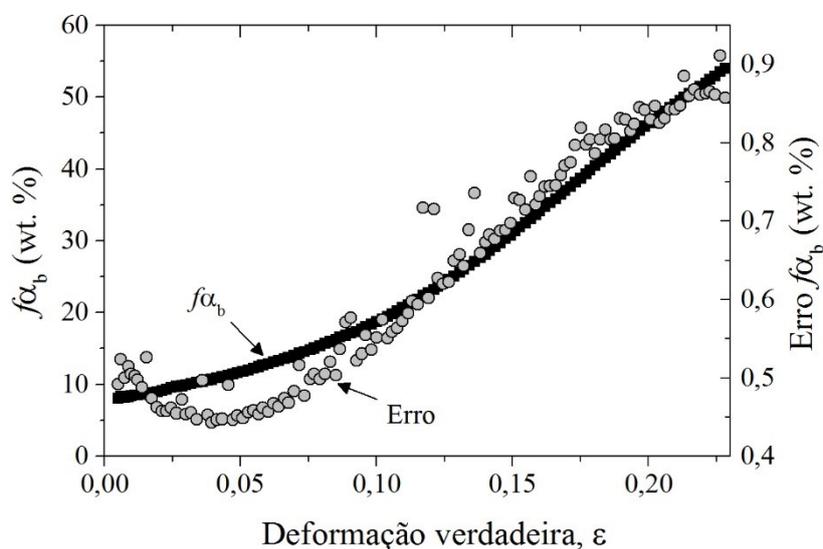


Figura 108. Evolução da fração de ferrita bainítica (f_{α_b}) como uma função da deformação verdadeira, durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.1). O erro associado à determinação de f_{α_b} (método Rietveld) é apresentado no eixo y secundário. Fonte: Elaborado pelo autor.

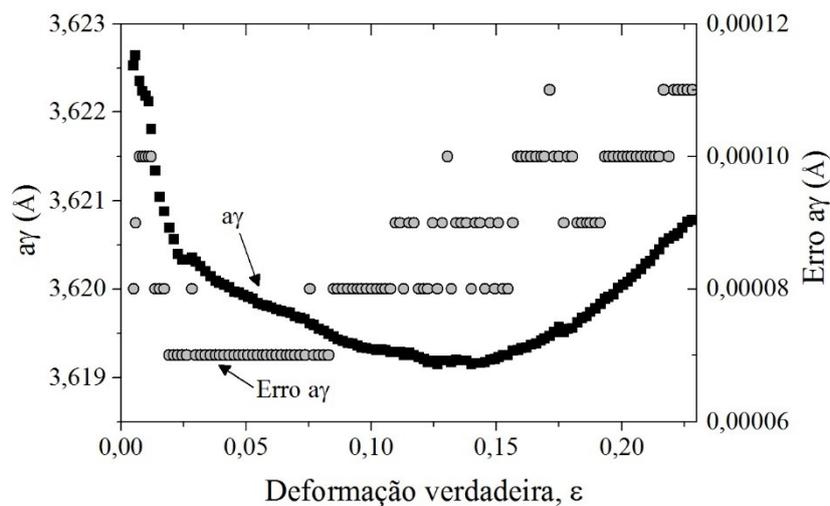


Figura 109. Evolução do parâmetro de rede da austenita (a_γ) na direção de 45° , como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.2). O erro associado à determinação de a_γ (método Rietveld) é apresentado no eixo y secundário. Fonte: Elaborado pelo autor.

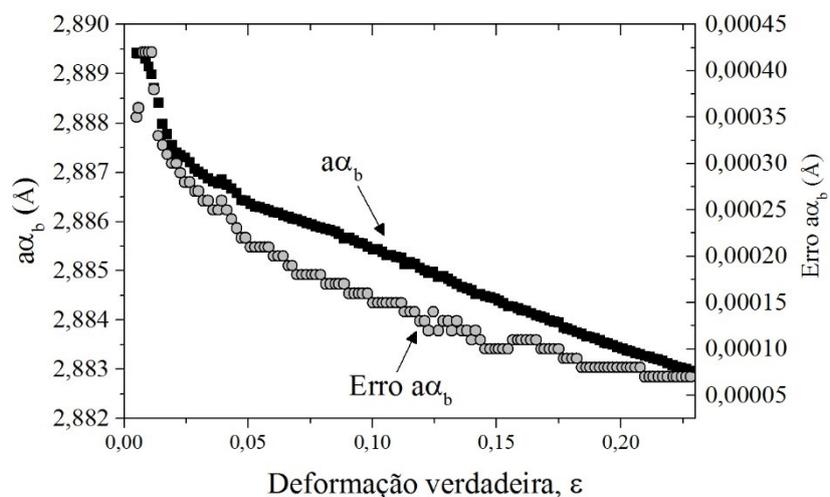


Figura 110. Evolução do parâmetro de rede da ferrita bainítica (a_{α_b}) na direção de 45° , como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.2). O erro associado à determinação de a_{α_b} (método Rietveld) é apresentado no eixo y secundário. Fonte: Elaborado pelo autor.

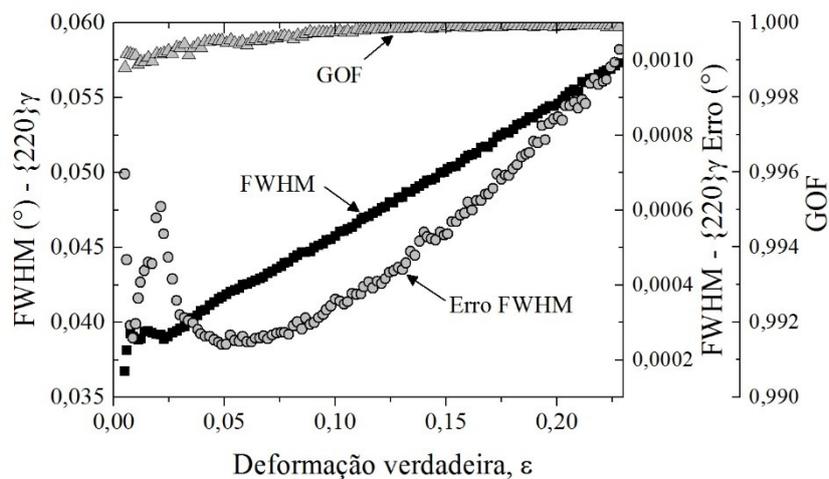


Figura 111. Evolução do FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$ como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.3). Os erros e o parâmetro indicador de qualidade do ajuste GOF, gerados pela função *Pseudo-Voigt*, são apresentados nos eixos y secundários. Fonte: Elaborado pelo autor.

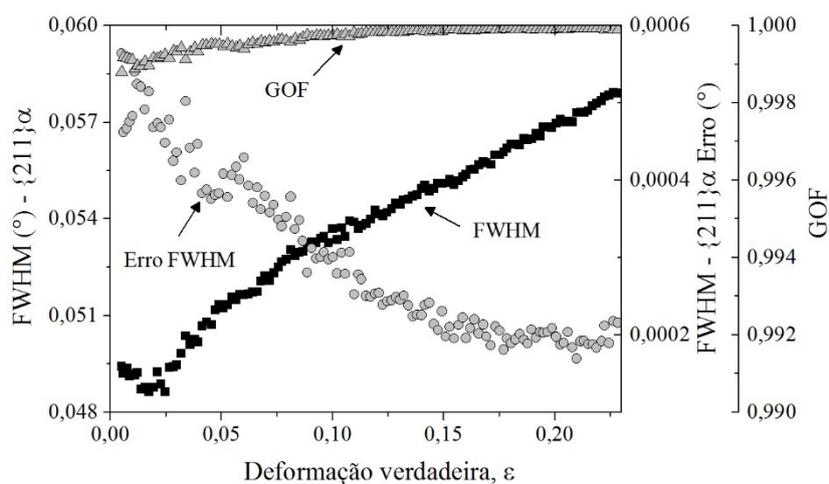


Figura 112. Evolução do FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$ como uma função da deformação verdadeira durante a transformação dinâmica da austenita em bainita (seção 4.3.3.3). Os erros e o parâmetro indicador de qualidade do ajuste GOF, gerados pela função *Pseudo-Voigt*, são apresentados nos eixos y secundários. Fonte: Elaborado pelo autor.

A.3 – Transformação da austenita em bainita durante o resfriamento contínuo

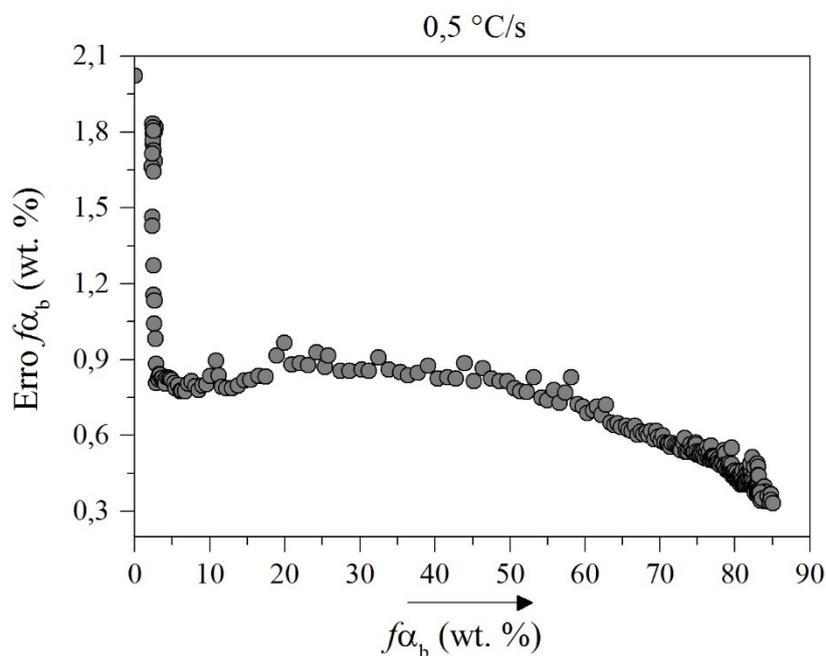


Figura 113. Evolução do erro na determinação da fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}) (método Rietveld) plotado como uma função da fração volumétrica de ferrita bainítica (seção 4.2.3). Fonte: Elaborado pelo autor.

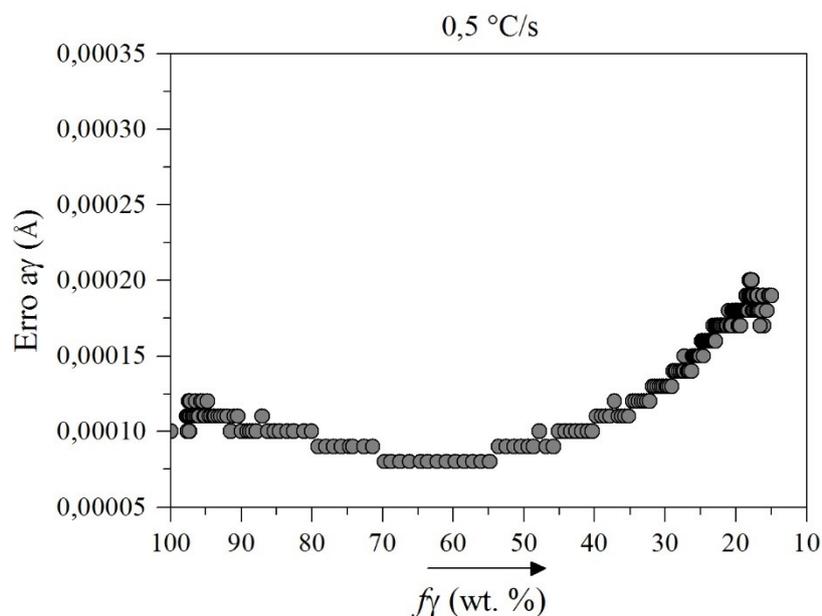


Figura 114. Evolução do erro na determinação do parâmetro de rede da austenita (a_{γ}) (método Rietveld) como uma função da fração volumétrica de austenita (f_{γ}) (seção 4.2.4). Fonte: Elaborado pelo autor.

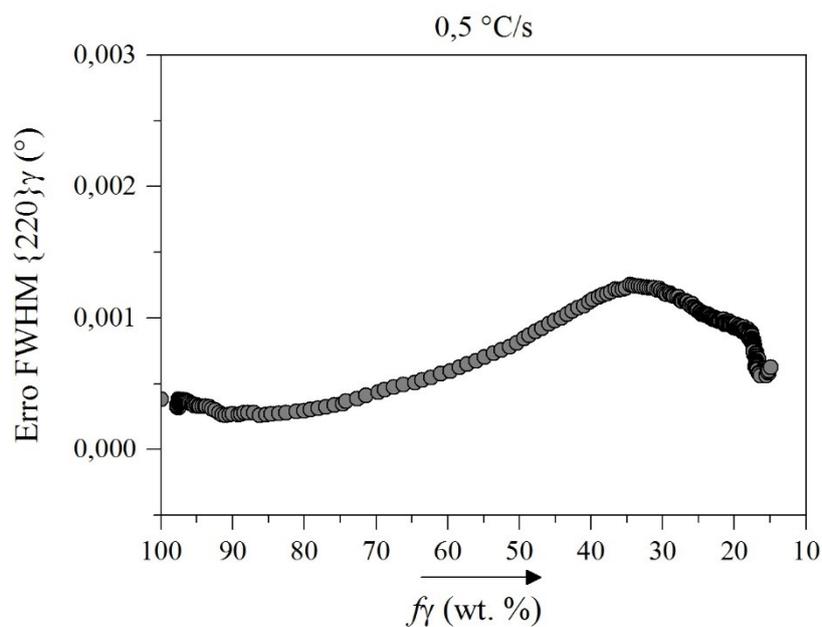


Figura 115. Evolução do erro na determinação do FWHM na reflexão $\{220\}\gamma$ (função *Pseudo-Voigt*) como uma função da fração volumétrica de austenita (seção 4.2.5). Fonte: Elaborado pelo autor.

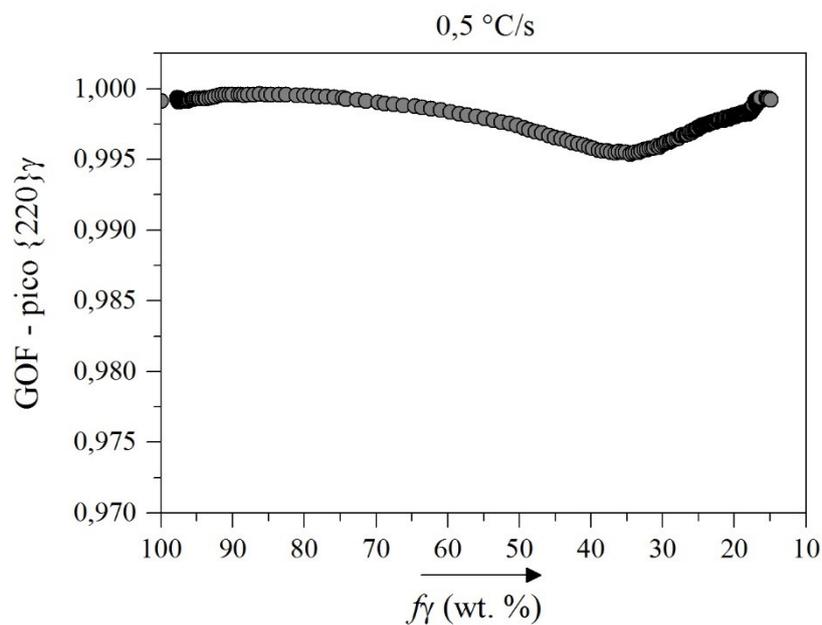


Figura 116. Evolução do parâmetro indicador de qualidade GOF, gerado pela função *Pseudo-Voigt* para a reflexão $\{220\}\gamma$, como uma função da fração volumétrica de austenita ($f\gamma$). Fonte: Elaborado pelo autor.

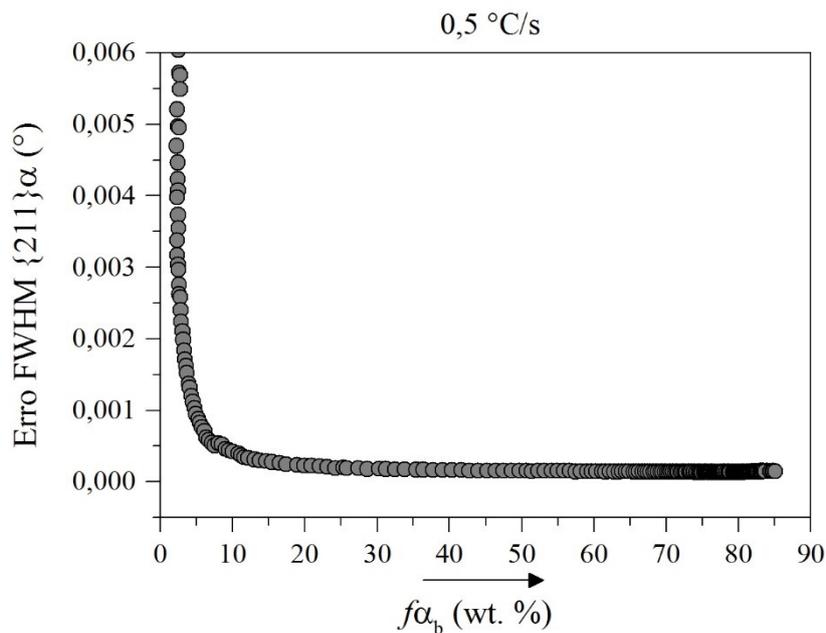


Figura 117. Evolução do erro na determinação do FWHM na reflexão {211}α (função *Pseudo-Voigt*) como uma função da fração volumétrica de ferrita bainítica ($f\alpha_b$) (seção 4.2.5). Fonte: Elaborado pelo autor.

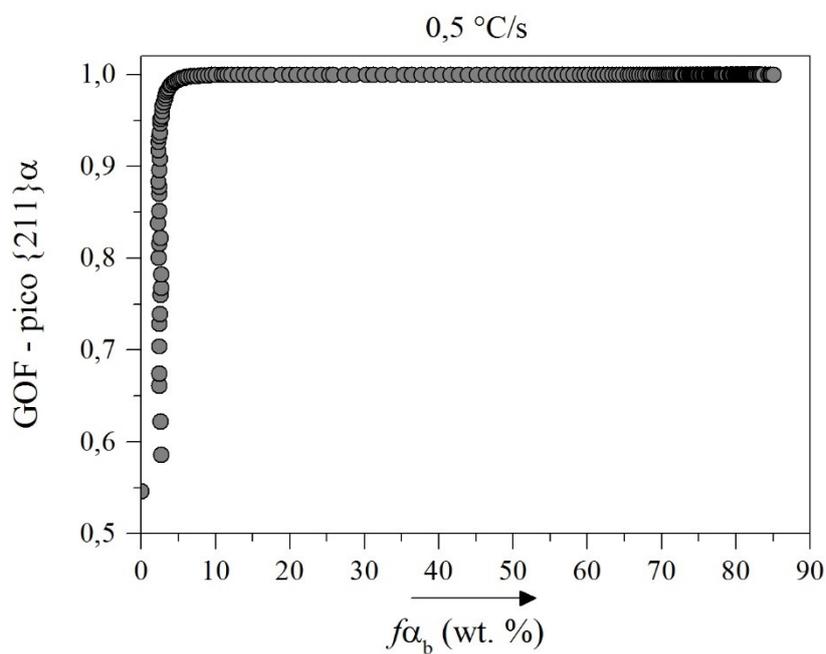


Figura 118. Evolução do parâmetro indicador de qualidade GOF, gerado pela função *Pseudo-Voigt* para a reflexão {211}α, como uma função da fração volumétrica de ferrita bainítica ($f\alpha_b$). Fonte: Elaborado pelo autor.

APÊNDICE B – CINÉTICA DA TRANSFORMAÇÃO BAINÍTICA ISOTÉRMICA A 430 °C

As figuras 119 e 120 apresentam a evolução microestrutural, com base na fração volumétrica de ferrita bainítica (f_{α_b}), parâmetros de rede da austenita (a_{γ}) e ferrita bainítica (a_{α_b}) e FWHM das reflexões $\{220\}_{\gamma}$ e $\{211\}_{\alpha}$, em função do tempo durante a etapa isotérmica em 430 °C. Estes dados foram obtidos por um experimento de difração de raios-X síncrotron *in situ*, empregando a mesma configuração experimental descrita na seção 3.3.2. O ciclo térmico (sem deformação) consistiu de aquecimento até 1050 °C (10 °C/s), austenitização por 120 segundos e resfriamento com uma taxa de 10 °C/s até a temperatura de 430 °C. Após 300 segundos na temperatura isotérmica, a amostra foi então resfriada a 10 °C/s até a temperatura ambiente. Nesta seção, serão apresentados somente os resultados da evolução microestrutural durante a etapa de formação isotérmica da ferrita bainítica.

Na Figura 119 (a), percebe-se que f_{α_b} e a_{γ} aumentam de acordo com o tempo na temperatura isotérmica. O aumento de a_{γ} reflete a dilatação do parâmetro de rede, devido ao carbono particionado da ferrita bainítica para a austenita adjacente. O detalhe das curvas, apresentado na Figura 119 (b), mostra que o início da expansão de a_{γ} acompanha razoavelmente bem o início do alargamento da reflexão $\{220\}_{\gamma}$. Isso significa que o enriquecimento de carbono da austenita apresenta uma relação direta com o alargamento de pico. Observa-se na Figura 119 (b) que o aumento significativo do parâmetro de rede não ocorre de forma simultânea com o aumento na fração transformada de bainita, sugerindo que heterogeneidades de carbono locais na γ , durante os estágios iniciais da transformação, não produzem variações significativas no parâmetro de rede mensurado.

Durante o período de estagnação da reação bainítica (Figura 119 (a)), o FWHM da reflexão $\{220\}_{\gamma}$ tende a reduzir, até eventualmente atingir estabilidade. Esse comportamento reflete um relaxamento de tensões nas interfaces γ/α_b . Nota-se também que a_{γ} continua aumentando durante o início do período de estase da reação. Isso é possivelmente relacionado a atividade do carbono na austenita adjacente as subunidades de α_b , por exemplo, a homogeneização dos gradientes de carbono.

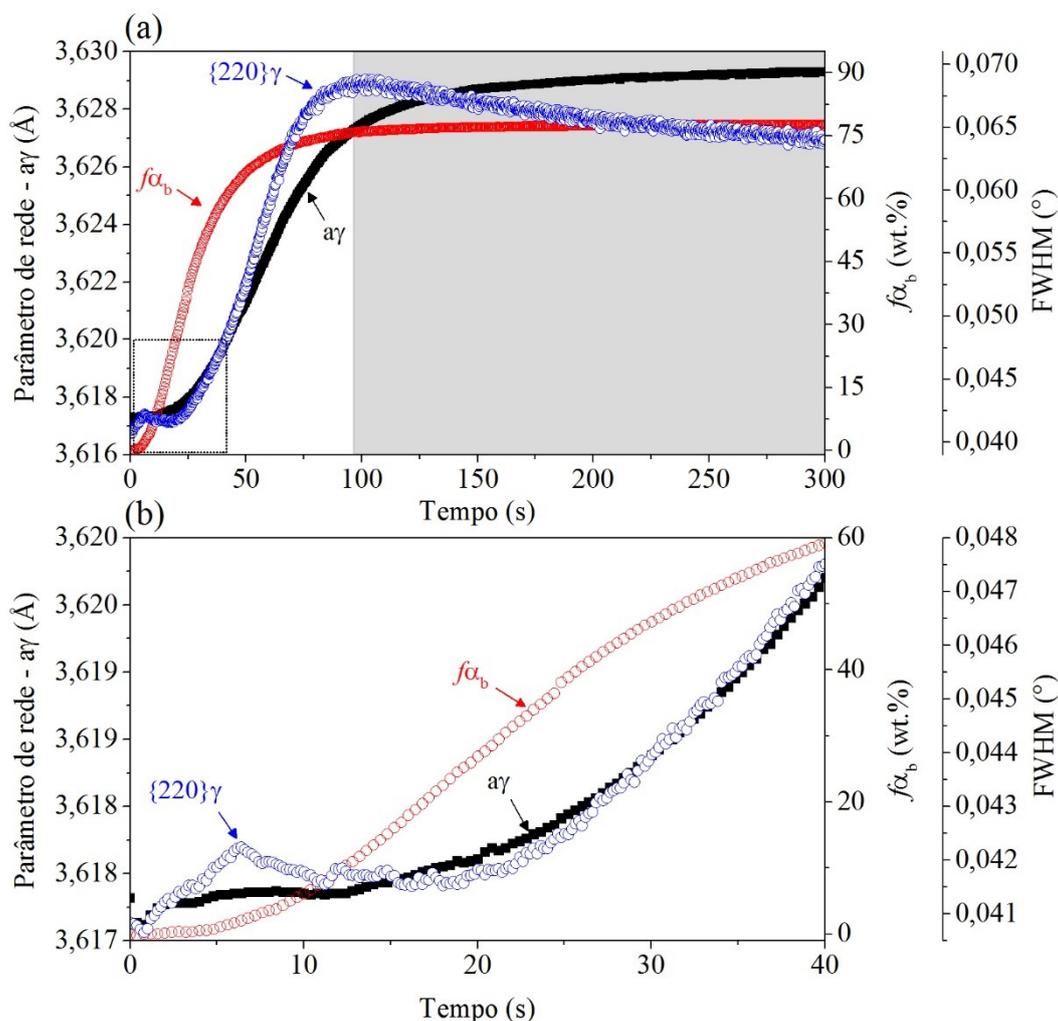


Figura 119. (a) Parâmetro de rede da austenita ($a\gamma$) em função do tempo durante a transformação bainítica a 430 °C. Os eixos y adicionais apresentam a fração volumétrica de ferrita bainítica ($f\alpha_b$) e o FWHM da reflexão $\{220\}\gamma$. (b) Detalhe da curva (a) indicado pelo retângulo tracejado. O tempo de referência ($t = 0$ s) corresponde ao momento em que a temperatura de transformação é atingida durante o resfriamento. A região sombreada em (a) indica o período de estase da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 120 (a) percebe-se que o aumento de $f\alpha_b$ não apresenta uma relação direta com o alargamento da reflexão $\{211\}\alpha$ e o parâmetro de rede ($a\alpha_b$), uma vez que estes parâmetros variam de forma significativa apenas durante o início da etapa isotérmica (até $f\alpha_b \approx 9$ wt.% - Figura 120 (b)). Assim, o comportamento do FWHM evidencia que a nucleação sucessiva das subunidades de ferrita bainítica não é acompanhada por um aumento na sua densidade de defeitos cristalinos durante a reação bainítica.

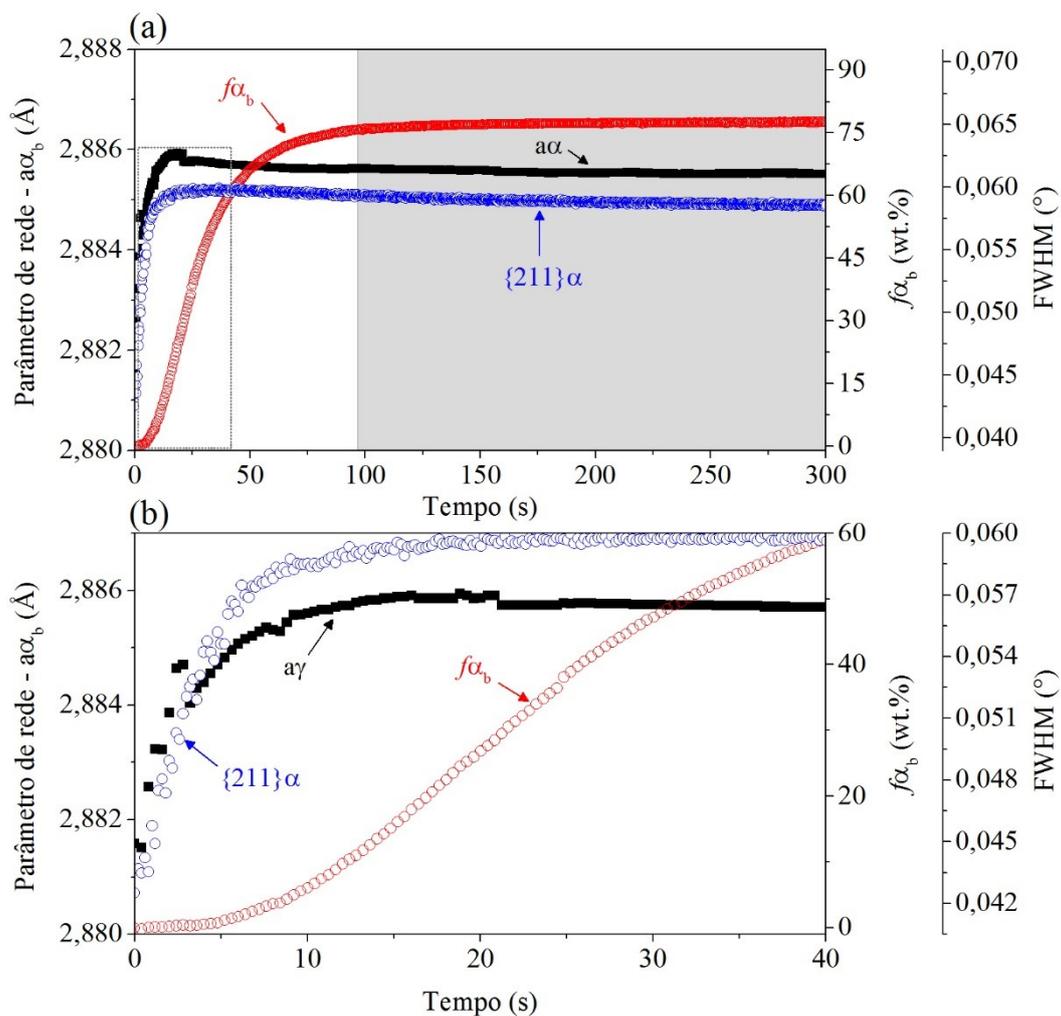


Figura 120. (a) Parâmetro de rede da ferrita bainítica ($a\alpha_b$) como uma função do tempo durante a transformação bainítica a 430 °C. Os eixos y adicionais apresentam a fração volumétrica de ferrita bainítica ($f\alpha_b$) e o FWHM da reflexão $\{211\}\alpha$. (b) Detalhe da curva (a) indicado pelo retângulo tracejado. O tempo de referência ($t = 0$ s) corresponde ao momento em que a temperatura de transformação é atingida durante o resfriamento. A região sombreada em (a) indica o período de estase da reação bainítica. Fonte: Elaborado pelo autor.