

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO
MARANHÃO
PRO-REITORIA DE PESQUISA, PÓS-GRADUAÇÃO E INOVAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Evidência da transformação dinâmica de ferrita durante simulação
termomecânica de um aço microligado X70 acima da temperatura Ae_3

Maria Veronica Goncalves Rodrigues

São Luis - MA
2024

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO
MARANHÃO**
PRO-REITORIA DE PESQUISA, PÓS-GRADUAÇÃO E INOVAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Evidência da transformação dinâmica de ferrita durante simulação
termomecânica de um aço microligado X70 acima da temperatura Ae_3

Maria Veronica Goncalves Rodrigues

Dissertação apresentado ao Programa
de Pós-Graduação em Engenharia de
Materiais como requisito à obtenção do
título de MESTRE EM ENGENHARIA
DE MATERIAIS

Orientador: Prof^o. Dr. Gedeon Silva Reis

Co-orientador: Prof^o. Dr. Samuel Filgueiras Rodrigues

São Luís - MA

2024

Rodrigues, Maria Veronica Goncalves

Evidência da transformação dinâmica de ferrita durante simulação termomecânica de um aço microligado X70 acima da temperatura A_{e3} /Maria Veronica Goncalves Rodrigues, São Luís, 2024.

xxx f.: il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão, 2024.

1. Transformação Dinâmica - Difração de Raio-X I. Título.

CDU: xxx.x.xxx

DEDICATÓRIA

À minha família compostas pelo meu esposo Samuel, meu Filho Álvaro e minha filha Emanuella, à minha Mãe Maria de Lourdes (in-memoriam) e ao meu Pai Hetevan, a minha irmã e meus irmãos, razão de todas as minhas conquistas e alegrias.

VITAE

Química Industrial pela UFMA (2010)

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO
DE **MARIA VERONICA GONCALVES RODRIGUES**
APRESENTADO AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
DE MATERIAIS, DO INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E
TECNOLÓGICA DO MARANHÃO, EM 07 DE MARÇO DE 2024.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. GEDEON SILVA REIS
ORIENTADOR
IFMA - PPGEM

Prof. Dr. CLODUALDO ARANAS Jr.
UNIVERSITY OF NEW BRUNSWICK - UNB - CANADA

Dr. JORGE LUIS CARDOSO
UFC - LACAM

Prof. Dr. SAMUEL FILGUEIRAS RODRIGUES
CO-ORIENTADOR
IFMA - PPGEM

AGRADECIMENTOS

Agradeço:

A Deus por ter me dado saúde e capacidade para realização deste trabalho.

A minha Família constituída por mim, Maria Verônica, meu esposo Samuel, meu filho Álvaro e minha filha Emanuella por estarem sempre ao meu lado.

A minha mãe Maria de Luordes (in memoriam), meu pai Hetevan Vieira, a minha irmã Marivan e aos meus irmãos Marcos Roberto e Carlos por sempre acreditarem em mim.

Ao Prof. Dr. Gedeon Silva Reis pelas orientações e conselhos preciosos durante a realização e ajustes finais deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Samuel Filgueiras Rodrigues por me orientar na condução deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Eden Santos Silva pelo auxílio na elaboração deste trabalho e direcionamento dos objetivos a serem alcançados.

Ao Prof. Dr. Fulvio Siciliano por ter ajudado nos experimentos realizados no LNNano.

Ao Prof. Dr. Hamilton Gomes de Abreu por abrir as portas do LACAM na UFC e ajudar nas caracterizações das amostras.

Aos pesquisadores do LACAM por ter nos ajudado nas preparações das amostras e análises técnicas de MEV e EBSD.

A Dynamic System por ter nos proporcionado muito aprendizado nos simuladores termomecânicos Gleeble.

A todos os colegas do Mestrado sejam eles professores, técnicos ou alunos do PPGEM pela amizade recebida.

Evidência da transformação dinâmica de ferrita durante simulação termomecânica de um aço microligado X70 acima da temperatura Ae_3

RESUMO

Sabe-se que a ferrita induzida por deformação, conhecida como transformação dinâmica (TD), pode ocorrer no campo da austenita acima da temperatura Ae_3 de maneira rapidamente displaciva e, posteriormente, difusional sob tensão. Nesta pesquisa, foi realizada uma simulação física em escala de laboratório de teste de tração em um sistema simulador termomecânico Gleeble personalizado equipado com um feixe de raios X de luz de síncrotron (12 keV) em um aço para tubos a 50 °C acima da temperatura Ae_3 . Os padrões de difração de raios X (DRX) confirmaram a formação de ferrita dentro do campo estável da austenita durante a deformação. Os resultados confirmam a evidência direta do início da formação de ferrita devido à deformação aplicada e seu aumento em uma fração de volume mais alta à medida que a deformação continua a aumentar. Os principais picos da fase de ferrita detectados pelo DRX in situ foram (110) e (221). Ambos aumentaram sua intensidade com o aumento da deformação, levando a uma diminuição acentuada nas intensidades dos planos da fase gama (111) e (220). A fração de volume total de todos os picos de ferrita aumentou para aproximadamente 50% quando a deformação atingiu um valor de 0,3, enquanto a fração de todos os picos de austenita diminuiu proporcionalmente. Medidas microscópicas das fases apresentadas mostraram uma excelente concordância com os resultados obtidos diretamente dos resultados de DRX, confirmando que pesquisadores anteriores calcularam corretamente o número de fases transformadas dinamicamente durante processos termomecânicos. Uma compreensão abrangente do mecanismo do fenômeno da TD é importante para auxiliar o setor industrial a projetar cronogramas de fabricação aprimorados para produtos finais com excelente qualidade e propriedades.

Palavras Chaves: Transformação dinâmica, difração de raios X in-situ, ferrita induzida por deformação, EBSD, textura

Evidence of dynamic ferrite transformation during thermomechanical simulation of an X70 microalloyed steel above Ae_3 temperature

ABSTRACT

It is known that strain-induced ferrite, known as dynamic transformation (DT), can occur in the austenite field above the Ae_3 temperature in a rapidly displacive way and after diffusionaly under stress. In this investigation, laboratory-scale physical simulation of tensile test in a customized Gleeble thermomechanical simulator system equipped with a synchrotron light X-ray beam (12 keV) was carried out on a linepipe steel at 50 °C above the Ae_3 . The X-ray diffraction (XRD) patterns confirmed the formation of ferrite inside the stable austenite field during strain. The results confirm the direct evidence of the onset of ferrite formation due to the applied strain and its increase into a higher volume fraction as the deformation continues to increase. The main ferrite-phase peaks detected by the in-situ XRD were (110) and (221). Both increased their intensity with the increasing strain, leading to a sharp decrease in the gamma-phase peaks (111) and (220) plane intensities. The total volume fraction of all ferrite peaks increased to approximately 50% when the strain reached a value of 0.3 while the fraction of all austenite peaks decreased proportionally. Microscopic measurements of the presented phases have shown an excellent agreement with the results obtained from direct XRD results, confirming that previous researchers have correctly calculated the number of dynamically transformed phases during thermomechanical processes. A comprehensive understanding of the DT phenomenon mechanism is important to help the industry sector design improved manufacturing schedules for final products with excellent quality and properties.

Keywords: Dynamic transformation, In-situ X-ray diffraction, Strain-induced ferrite, EBSD, Texture

PUBLICAÇÕES

1. **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Fulvio Siciliano, Clodualdo Aranas Jr., Marcos Natan da Silva Lima, Rodrigo de Carvalho Paes Loureiro, Gedeon Silva Reis, Eden Santos Silva, Pablo Bruno Paiva Leão, João Carlos Ferreira, Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Samuel Filgueiras Rodrigues. *X-ray diffraction evidence of dynamic ferrite transformation during tensile tests of an X70 microalloyed steel above Ae_3 temperature*. (Artigo submetido para ***Journal of Materials Research and Technology-JMR&T***) Under review.
2. Pablo Bruno Paiva Leao, Joao Rodrigues de Barros Neto, Samuel Filgueiras Rodrigues, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Joao Victor Barroso Xavier, Tiago Nunes Lima, Gedeon Silva Reis, Antonio J. Ramirez, Hamilton Ferrira G de Abreu. *In-situ and interrupted cyclic three-point bending tests in SEM of two pearlitic steel microstructures: Lamellar and partially spheroidized*. ***Journal of Materials Research and Technology-JMR&T***, 28, 2990-3012, 2024.
3. Pedro Henrique Pinheiro Lima, Samille Krycia Bezerra de Lima, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Luis Flavio Gaspar Herculano, Rodrigo Carvalho de Paes Loureiro, Suyanny Assuncao Freira, Jorge Luiz Cardoso, Mohammad Masoumi, Gedeon Silva Reis, Eden Santos Silva, Samuel Filgueiras Rodrigues, Hamilton Ferreira Gomes de Abreu. *Assessing the influence of cyclic bending on pearlitic wire's microstructural evolution: a simulation of spiraling and armoring processing effects*. ***Journal of Materials Research and Technology-JMR&T***, 26, 1984-2000, 2023.
4. Francisco Felipe de M. Fideles, Mauro Andres C. Florez, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Jorge Luiz Cardoso, Clodualdo Aranas Jr., Samuel Filgueiras Rodrigues, Marcos Natan da S. Lima, Caio Victor P. Pascoal, Thiago Alves de Moura, Gedeon Silva Reis, Eden Santos Silva, Hamilton Ferreira Gomes de Abreu. *Influence of the Morphology of Eutectoid Steels on Corrosion Resistance in NaCl Aqueous Medium with and without CO_2* . ***Metals***, 13, 1782, 2023.

5. Jose D. Uchoa, Moises V. Santana, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Alberto M. Jorge Junior, Rodrigo S. Pessoa, Bartolomeu C. Viana, Thiago Stocco, Maria Leticia Veja, Renata Falchete do Prado, Luana Marotta de Vasconcellos, Fernanda R. Marciano, Ramon R. Pena-Garcia, Samuel Filgueiras Rodrigues, Anderson Lobo. *Optimizing surface properties of Ti13Nb13Zr alloy substrate for biomedical applications through modification with nano-alumina obtained by atomic layer deposition and hydroxyapatite coatings.* **Surface & Coating Technology.** 468, 129755, 2023.
6. Glaucia Adriane de Sousa Sulzbach, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Samuel Filgueiras Rodrigues, Glaucia Maria Evangelista Macedo, Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Clodualdo Aranas Jr., Gedeon Silva Reis, Eden Santos Silva. *Constitutive analysis of stress-strain curves in dynamic softening of high Nb- and N-containing austenitic stainless-steel biomaterial.* **Journal of Materials Research and Technology-JMR&T.** 19, 4939-4956, 2022.
7. Francisco Romario de S. Machado, Joao C. Ferreira, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Marcos Natan da S. Lima, Rodrigo Carvalho de Paes Loureiro, Fulvio Siciliano, Eden Santos Silva, Gedeon Silva Reis, Regina C. de Sousa, Clodualdo Aranas Jr., Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Samuel Filgueiras Rodrigues. *Dynamic Ferrite Formation and Evolution above the Ae3 Temperature during Plate Rolling Simulation of an API X80 Steel.* **Metals.** 12, 1236, 2022.
8. Glaucia Adriane de Sousa Sulzbach, **Maria Veronica Goncalves Rodrigues**, Samuel Filgueiras Rodrigues, Marcos Natan da S. Lima, Rodrigo Carvalho de Paes Loureiro, Denis, Clodualdo Aranas, Glaucia Maria Evangelista Macedo, Fulvio Siciliano, Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Gedeon Silva Reis, Eden Silva Reis. *Optimization of Thermomechanical Processing under Double-Pass Hot Compression Tests of a High Nb and N-Bearing Austenitic Stainless-Steel Biomaterial Using Artificial Neural Networks.* **Metals.** 12, 1783, 2022.

SUMÁRIO

	Pág.
BANCA EXAMINADORA	i
AGRADECIMENTOS	ii
RESUMO	iii
ABSTRACT	iv
PUBLICAÇÕES	v
SUMÁRIO	vii
ÍNDICE DE TABELAS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	x
1 INTRODUÇÃO	01
2 REVISÃO DA LITERATURA	03
2.1 Laminação da Austenita	03
2.2 Mecanismos de Amaciamento	05
2.2.1 Recuperação dinâmica (DRV)	06
2.2.2. Recristalização dinâmica (DRX)	07
2.3. Diagrama de Fases Ferro-Carbono	08
2.4. Alguns tipos de Transformações de Fases da Austenita	09
2.4.1. Transformações Difusionais	10
2.4.2. Transformações Displacivas	10
2.4.2.1. Ferrita de Widmanstätten	11
2.4.2.2. Bainita e Martensita	12
2.5. Efeito da Deformação na Transformação Dinâmica da austenita	14
3 MATERIAIS E MÉTODOS	23
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	27
4.1 Curva tensão-deformação do ensaio de tração e análises analíticas	27
4.2. Padrões de difração de raios X antes da deformação	30
4.3 Padrões de difração de raios X durante a deformação	32
4.4 Análises Microestruturais	38

4.4.1 Microscopia óptica	39
4.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	40
4.4.3 Mapas de orientação	42
4.4.4 Mapas de desorientação média do kernel (KAM)	43
4.4.5 Mapas de Banda de Contraste (BC)	45
4.4.6 Microtextura	47
5 CONCLUSÕES	49
Agradecimentos	50
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	51

INDICE DE TABELAS

	Pag.
Tabela 2.1. Tabela 2.1. Tipos de laminadores a quente de acordo com o tempo entre passes e a taxa de deformação [4]	5
Tabela 3.1. Composição química (% em massa) e temperaturas de transformação de equilíbrio	23

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1. Ilustração da deformação (a) acima da T_{nr} com recristalização estática completa e (b) abaixo da T_{nr} com recristalização parcial [1].	04
Figura 2.2. Esquema do processo de laminação a quente [3].	04
Figura 2.3. Forma aproximada da curva de escoamento plástico de materiais que se recuperam dinamicamente, sem picos de tensão.	06
Figura 2.4. Exemplo de uma curva de escoamento plástico de materiais que se recristalizam dinamicamente.	08
Figura 2.5. Porção do diagrama de fases ferro-carbono [13].	09
Figura 2.6. Mecanismos de formação da ferrita alotriomórfica e idiomórfica [15].	10
Figura 2.7. Morfologia da ferrita de Widmanstätten [15].	11
Figura 2.8. Mecanismo de formação da ferrita de Widmanstätten: (a) Deformação em plano invariante único; (b) efeito combinado de duas placas que se acomodam mutuamente e (c) as duas placas crescem juntas no grão [15].	12
Figura 2.9. Diagrama TTT mostrando os diferentes domínios da transformação da bainita [18].	13
Figura 2.10. Padrões de difração de raios X das amostras (a) antes do aquecimento e retenção na região da ferrita, (b) na temperatura de teste na região da austenita e (c) durante a deformação acima do A_{e3} [25].	16
Figura 2.11. Curvas de dilatação de corpos de prova durante tempo de espera isotérmica após deformação em três temperaturas acima de A_{e3} [28].	17
Figura 2.12. Micrografias ópticas mostrando a formação da fase de ferrita por TD em amostras deformados a 856°C ($A_{e3}+20^{\circ}\text{C}$): (a) taxa de deformação $0,04\text{ s}^{-1}$, deformação 0,5, ferrita e agulhas de martensita (setas), (b) taxa de deformação $0,04\text{ s}^{-1}$, deformação 1,0, ferrita, (c) taxa de deformação $0,4\text{ s}^{-1}$, deformação 0,5, ferrita e agulhas de martensita (setas), (d) taxa de deformação $0,4\text{ s}^{-1}$, deformação 1,0, ferrita [29].	19

Figura 2.13. Micrografias de espécimes deformados a 856°C ($Ae_3 + 20^\circ\text{C}$) a $0,4 \text{ s}^{-1}$ e mantidos isotermicamente após a deformação por (a) 0 s, (b) 200 s, (c) 400 s. A transformação reversa começou após 200 s de espera, como revelado pela presença das agulhas de martensita (setas) [29].	19
Figura 2.14. Tensão Media Equivalente (TME) em função da temperatura absoluta inversa. A linha tracejada indica o MFS esperado na ausência de amaciamento. A TME diminui mais rapidamente quando o tempo entre passes é curto [36].	20
Figura 3.1. Configuração do desenho esquemático da amostra de tração do aço API X70 usado para o experimento de difração de raio-X XRD síncrotron in-situ durante a deformação. A região analisada é destacada com um círculo amarelo no meio da amostra. Todas as dimensões são dadas em milímetros. Para referência, TD é a direção de transversão, ND a direção normal e RD a direção de laminação de acordo com a deformação aplicada durante a simulação termomecânica.	23
Figura 3.2. Configuração esquemática das medições de XRD logo antes da deformação e durante a aplicação da tensão acima da temperatura Ae_3	24
Figura 3.3. Ilustração esquemática do cronograma termomecânico utilizado para todo o experimento, que também incluiu medições de DRX in-situ.	25
Figura 4.1. a) Curva tensão-deformação do aço microligado ensaiado submetido à deformação por tração. b) A curva polinomial suavizada de 9ª ordem utilizada para aplicar o método de dupla diferenciação. c) O cálculo da primeira derivada sobre a curva de fluxo e c) a segunda diferenciação exibindo os mínimos para o início da TD e XRD. Além disso, a deformação crítica relacionada à tensão na curva tensão-deformação é encontrada.	28
Figura 4.2. Resultados de XRD da amostra durante o aquecimento, passando pelo campo de ferrita simples, região de fase dupla, campo de fase austenita durante a austenitização e antes da deformação acima do	

Ae ₃	31
Figura 4.3. Mapa mostrando os traços dos sinais de difração coletados a cada varredura de 1 segundo durante o ensaio de tração acima da temperatura Ae ₃ onde os valores de intensidade das fases registradas foram unidos ao longo da aplicação da deformação. Os valores de projeção a laser do deslocamento da amostra e da força aplicada em relação ao tempo (em segundos) também são exibidos. Pode-se ver que à medida que a intensidade dos picos de XRD aumenta, os traços ficam mais espessos e vice-versa.	33
Figura 4.4. a) Evolução do FWHM com deformação nos planos (111), (200) da austenita e (110), (211) planos da ferrita; b) microdeformação da austenita e c) planos da ferrita em relação à deformação aplicada durante o ensaio de tração acima da temperatura Ae ₃	37
Figura 4.5. Evolução da fração volumétrica de austenita e ferrita calculada a partir dos picos detectados das fases com deformação aplicada acima da temperatura Ae ₃	38
Figura 4.6. Diagrama calculado de transformação de resfriamento contínuo (TRC) do aço investigado temperado de 890 °C até a temperatura ambiente e tamanho de grão proposto de 23 μm.	39
Figura 4.7. Microestruturas ópticas do material testado submetido à deformação e temperado logo após deformação equivalente de a) 0,1, b) 0,2, c) 0,3 e d) cálculo da fração volumétrica a partir das simulações. As regiões amarelas claras são ferrita, enquanto as regiões verdes e/ou escuras são martensita ou bainita (austenita anterior).	40
Figura 4.8. Microestrutura dos corpos de prova submetidos a deformações a) 0,1, b) 0,2 e b) 0,3 durante as simulações. As imagens mostram a presença de ferrita (em sua maioria de forma poligonal) e martensita ou bainita (austenita anterior).	41
Figura 4.9. Mapas EBSD de figuras polares de orientação colorida inversa (IPF) das amostras temperadas após o ensaio de tração. (a)	

deformação de 0,1, (b) deformação de 0,2 e (c) deformação de 0,3).	42
Figura 4.10. Mapa de desorientação média do kernel (KAM) para amostras (a) $\epsilon = 0,1$, (b) $\epsilon = 0,2$ e (c) $\epsilon = 0,3$ amostras.	44
Figura 4.11. Contraste da banda EBSD (BC) das amostras deformadas em (a) $\epsilon = 0,1$, (c) $\epsilon = 0,2$ e (3) $\epsilon = 0,3$ e gráficos gaussianos das respectivas deformações (b), (d) e (f).	46
Figura 4.12 - Seções do ODF correspondentes a $\phi_2 = 0$ e 45 graus para o aço X70. (a) legendas para componentes de textura ideais correspondentes à seção ODF selecionada [74], (b) amostra $\epsilon = 0,1$, (c) amostra $\epsilon = 0,2$ (d) amostra $\epsilon = 0,3$	49

1 INTRODUÇÃO

O processamento termomecânico do aço requer amplo conhecimento de fenômenos metalúrgicos, como encruamento, recuperação, recristalização, precipitação e transformação de fase. Embora a qualidade do aço e as propriedades mecânicas tenham melhoradas dramaticamente ao longo das últimas duas décadas, existe uma lacuna no conhecimento em relação à transformação de fase durante a laminação (isto é, transformação dinâmica ou TD) bem como dos efeitos dos elementos de liga neste fenômeno metalúrgico durante a conformação a qual os aços estarão sujeitos.

Atualmente os procedimentos de laminação na indústria para fabricação de tiras a quente assim como chapas grossas levam em conta que a ferrita só pode ser formada em temperaturas que representam a região bifásica ferrita-austenita abaixo da linha Ae_3 do diagrama de fase das ligas metálicas. Sendo assim, os procedimentos para obtenção das microestruturas finais desejáveis levam em consideração este conceito. De acordo com pesquisas atuais sobre este assunto, a ferrita já vem sendo formada muito antes na região austenítica de forma displaciva devido às energias de ativação mecânica por deformação impostas no material sob deformação em temperaturas acima da linha Ae_3 . Essa energia é suficiente para ultrapassar a barreira da energia de Gibbs que impede essa transformação em casos estáticos. Diante disto, esse projeto tem um foco inovador propor a adequação de novos procedimentos para a indústria de laminação levando em consideração que a transformação de fase austenita-ferrita ocorre muito antes desde os primeiros passes de deformação até a fase final de laminação, ou seja, estágios de desbaste e acabamento. Também este projeto irá trazer um novo entendimento e consolidação deste assunto à comunidade acadêmica e industrial.

O ensaio de compressão, tração e torção a quente, utilizados nas simulações físicas, são técnicas experimentais que simulam as condições de processamento da laminação, forjamento e permite investigar os mecanismos físicos-metalúrgicos atuantes. Podem-se realizar sequências de passes de deformação com parâmetros de processamento tais como temperatura de

aquecimento, taxa de resfriamento, quantidade de deformação, taxa de deformação e o tempo entre passes. A evolução da curva de escoamento plástico com observações microestruturais, pode ser analisada em detalhes levando em consideração os fenômenos atuantes. Adicionalmente, estes testes podem ser realizados em equipamentos sofisticados que possuem luzes síncrotron (raio-X) que podem gerar resultados *in situ* das fases existentes durante o processamento do material.

Os objetivos do presente trabalho é compreender a transformação dinâmica no aço microligado ao Nióbio do tipo X70 que é utilizado para fabricação de tubulação para transporte de gás e petróleo. A compreensão e comprovação da transformação dinâmica serão feitas por meio de experimentos em que a ferrita produzida no processo de laminação, já vem sendo formada desde os passes de desbastes e aumentando em fração volumétrica até o último passe de deformação acima da linha Ae_3 . Comprovar diretamente a existência do fenômeno de transformação dinâmica através de testes de difração de raio-X *in situ* acoplado a um simulador termomecânico.

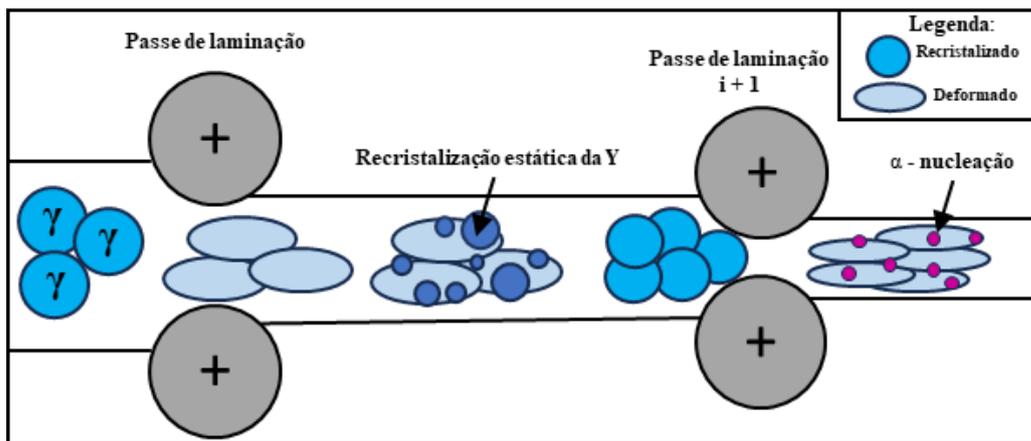
2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Laminação da Austenita

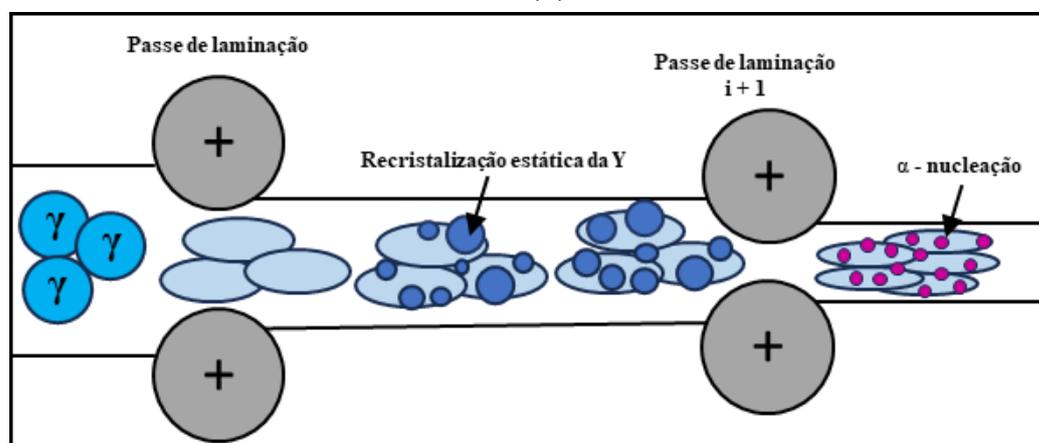
A economia da produção de aço tem sido aprimorada pela substituição de alguns tratamentos térmicos convencionais por processos de laminação controlada, com o objetivo de adquirir propriedades necessárias diretamente na condição laminada. A laminação é a operação de conformação de metal mais abrangente utilizada no mundo e consiste em dois tipos: laminação de perfil e laminação plana.

Nesse processo, as placas de aço são reaquecidas em um forno até atingirem uma temperatura em que se tornam totalmente austeníticas. Em seguida, são laminadas a quente em um laminador de desbaste e, posteriormente, laminadas em rolos de acabamento até atingirem sua forma final, ainda em alta temperatura na região austenítica. A temperatura de não-recristalização (T_{nr}), definida como a temperatura abaixo da qual a recristalização estática não pode mais ser concluída no intervalo entre passes ou durante o resfriamento [1], é um parâmetro muito importante a ser controlado e depende da composição do material. Nos rolos de desbaste, o metal é processado acima da T_{nr} , onde a recristalização ocorre rapidamente, levando ao refinamento dos grãos de austenita. No rolo de acabamento, o aço é processado parcialmente abaixo da T_{nr} , resultando em endurecimento por deformação, o que leva à formação de grãos alongados (panquecamento) e à formação de bandas de deformação dentro dos grãos. Essas bandas também podem atuar como locais de nucleação [2]. Essas operações são ilustradas esquematicamente na Figura 2.1.

Após a laminação de acabamento, o aço entra na mesa de resfriamento, onde é resfriado por jatos de água. As propriedades mecânicas finais do material à temperatura ambiente dependerão da microestrutura da austenita e da taxa de resfriamento, ou seja, taxas de resfriamento mais rápidas resultarão em maior refinamento dos grãos, melhorando tanto a resistência quanto a tenacidade. Um resumo breve do processo é mostrado na Figura 2.2 [3].



(a)



(b)

Figura 2.1. Ilustração da deformação (a) acima da T_{nr} com recristalização estática completa e (b) abaixo da T_{nr} com recristalização parcial [1].

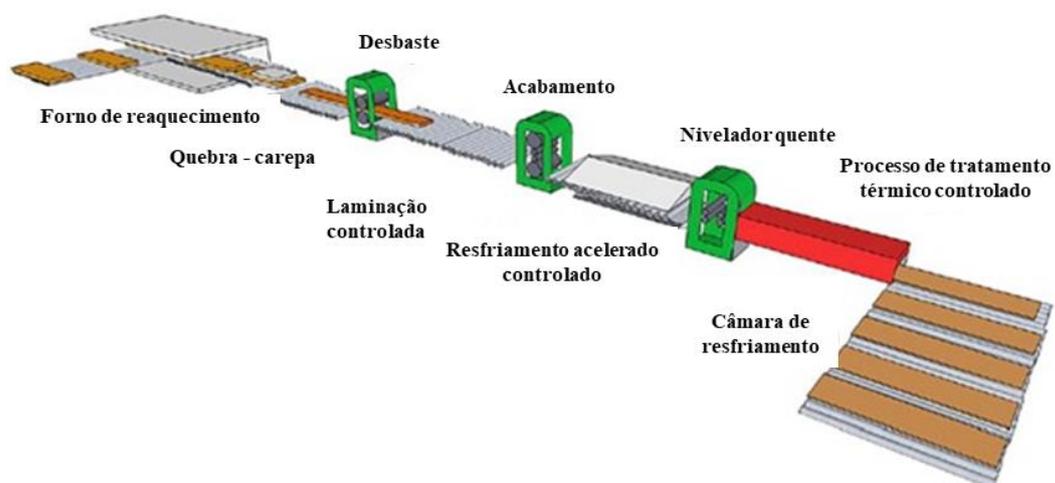


Figura 2.2. Esquema do processo de laminação a quente [3].

Dependendo do tempo entre passes e da taxa de deformação, diferentes tipos de laminadores a quente estão disponíveis de acordo com a Tabela 2.1 seguinte [4].

Tabela 2.1. Tipos de laminadores a quente de acordo com o tempo entre passes e a taxa de deformação [4].

Tipos de laminadores	Tempo entre passes (s)	Taxa de deformação (s⁻¹)
Reverso (Chapas grossas, desbaste)	8 – 20	1 – 30
Tiras a quente	0.4 – 4	10 – 200
Barras de Arame	0.01 – 1	10 – 1000

As propriedades alcançadas na laminação a quente dependem substancialmente das mudanças microestruturais que ocorrem no material, e estas dependem diretamente dos fenômenos de endurecimento e amaciamento que ocorrem durante o processo. Entre os mecanismos de endurecimento que podem ser destacados está o endurecimento por deformação. Para o amaciamento ou restauração, isso geralmente ocorre por mecanismos de recuperação e recristalização.

2.2 Mecanismos de Amaciamento

Durante o processo de deformação a quente de metais, os mecanismos de endurecimento e amaciamento acontecem simultaneamente. Quando o amolecimento ocorre entre os intervalos de deformação ou após ela, os mecanismos de restauração são chamados de estáticos e semidinâmicos. Contudo, o amaciamento também pode ocorrer durante a deformação, nesse caso, os mecanismos de restauração são chamados de dinâmicos. Esses processos de restauração ou amaciamento também têm impacto nas transformações microestruturais durante a deformação, assim como nas propriedades finais do material. Portanto, compreender e controlar esses fenômenos é crucial na elaboração de processos termomecânicos eficazes.

2.2.1 Recuperação dinâmica (DRV)

Esse fenômeno refere-se a mudanças na microestrutura do material que ocorrem antes do início da recristalização e podem ser interrompidas sem a necessidade de um tempo de incubação, uma vez que os eventos de aniquilação ocorrem individualmente. Parte da energia que foi armazenada durante a deformação plástica é liberada pela aniquilação e rearranjo de discordâncias [5]. A força motriz para esse rearranjo é a diminuição da energia armazenada causada pela poligonização. Em materiais com alta energia de falha de empilhamento (SFE), onde as discordâncias parciais estão próximas umas das outras, mecanismos termicamente ativados são mais eficazes, de modo que durante o processo de deformação, a taxa de endurecimento diminui gradualmente devido ao aumento da taxa de aniquilação de discordâncias [6]. Quando um equilíbrio dinâmico entre essas duas taxas é alcançado, um estado estacionário caracterizado por uma tensão de fluxo constante é alcançado, como mostrado na Figura 2.3.

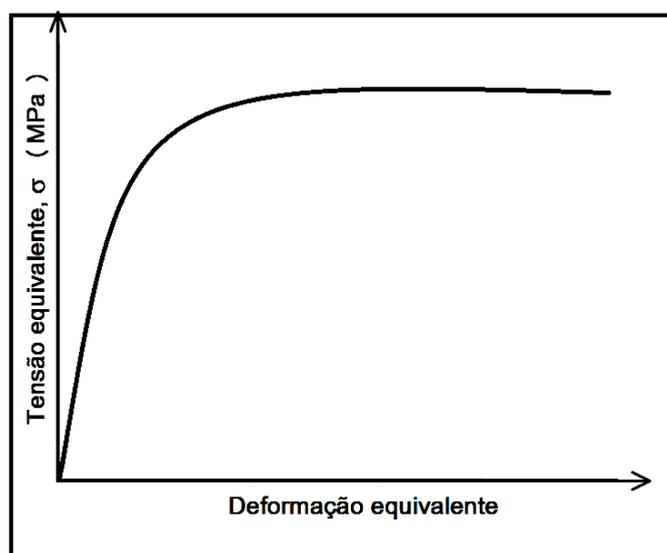


Figura 2.3. Forma aproximada da curva de escoamento plástico de materiais que se recuperam dinamicamente, sem picos de tensão.

2.2.2. Recristalização dinâmica (DRX)

A recristalização é um processo de amaciamento no qual os grãos deformados são substituídos por novos grãos livres de deformação. A nucleação e o crescimento de novos grãos eliminam parte das discordâncias geradas durante o endurecimento por trabalho mecânico [7]. Esse fenômeno ocorre principalmente em metais com médias e baixas energias de falha de empilhamento (SFE), nos quais a recuperação dinâmica é lenta, permitindo que as discordâncias atinjam uma densidade crítica que resulta na nucleação de novos grãos durante a deformação [8]. A recristalização pode ser classificada em três categorias, dependendo das condições de deformação e temperatura: recristalização estática, dinâmica e metadinâmica.

A recristalização dinâmica (DRX) é o processo de amaciamento que ocorre simultaneamente quando um metal está sendo deformado. Uma curva de fluxo característica de um material que recristaliza dinamicamente é mostrada na Figura 2.4. Pode-se observar que a tensão aumenta com a deformação até atingir um máximo e, em seguida, diminui para um valor intermediário entre aquele associado ao início do fluxo plástico e o pico. Quando o teste envolve baixas taxas de deformação, observou-se que a DRX é seguida por endurecimento, resultando em uma curva cíclica de estresse versus deformação, na qual os ciclos diminuem de amplitude com o tempo [9].

Durante o endurecimento por trabalho, a densidade de discordâncias aumenta com a deformação para alcançar a energia crítica necessária para iniciar a DRX (σ_c). É nesse momento que o processo de nucleação de novos grãos começa [10,11]. A rápida aniquilação de discordâncias durante a nucleação e crescimento de novos grãos leva a um pico de tensão (σ_p) na curva de fluxo plástico, seguido por um rápido amaciamento até que o estado estacionário (σ_{ss}) seja alcançado, após o qual a tensão de fluxo permanece constante. Quando a tensão atinge o estado estacionário, os grãos recristalizados são equiaxiais e muito mais finos do que o tamanho inicial.

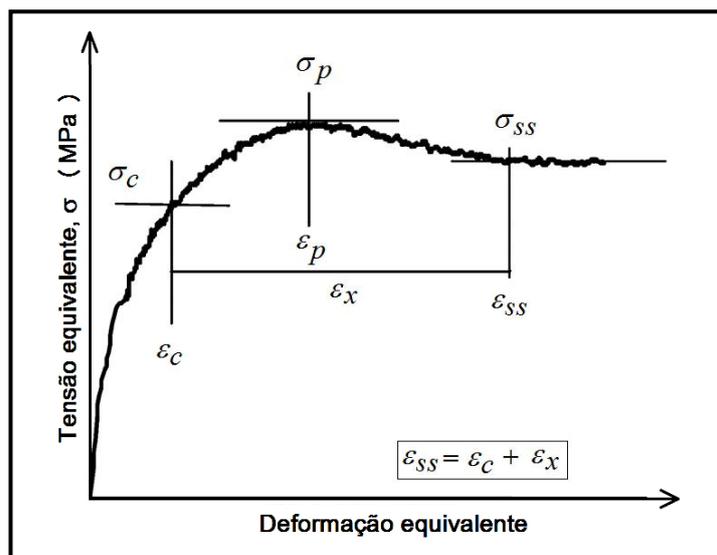


Figura 2.4. Exemplo de uma curva de escoamento plástico de materiais que se recristalizam dinamicamente.

2.3. Diagrama de Fases Ferro-Carbono

Os aços estão presentes em todas as culturas tecnologicamente avançadas e, entre todos os sistemas binários de ligas, o diagrama ferro-carbono é o mais importante. Uma parte do diagrama de fases ferro-carbono é exibida na Figura 2.5, juntamente com as fases que são estáveis em diferentes teores de carbono (0,25%) e temperaturas. No ferro puro, ao resfriar a partir de seu ponto de fusão a 1538 °C, uma fase estável de cúbica de corpo centrado (CCC) conhecida como δ ferrita persiste até 1394 °C, temperatura na qual essa fase sofre transformação polimórfica para uma fase cúbica de face centrada (CFC) chamada austenita ou ferro γ . Essa austenita permanece estável até 912 °C, onde a fase CFC reverte para uma fase CCC chamada ferrita ou ferro α , que permanece estável de 912 °C até a temperatura ambiente e abaixo dela [12].

Como uma impureza intersticial, o carbono desempenha um papel importante na formação dessas fases. Na austenita, à medida que o teor de carbono aumenta, a temperatura de sua estabilização é reduzida de 912 °C para atingir seu mínimo na composição eutetóide, 0,76% em peso de carbono,

a 727 °C. Esta linha de limite é conhecida como Ae_3 . Abaixo desta linha, a ferrita começa a se formar a partir da austenita e, à medida que a temperatura é reduzida, a fração volumétrica de ferrita aumenta até que toda a austenita tenha se transformado em ferrita na linha isoterma Ae_1 a 727 °C. Na ferrita α BCC, apenas pequenas concentrações de carbono são solúveis, alcançando um máximo de 0,022% em peso a 727 °C. Este limite pode ser explicado em termos da forma e tamanho dos sítios intersticiais BCC. É importante notar que esta fase ferro-carbono específica é macia em temperaturas elevadas.

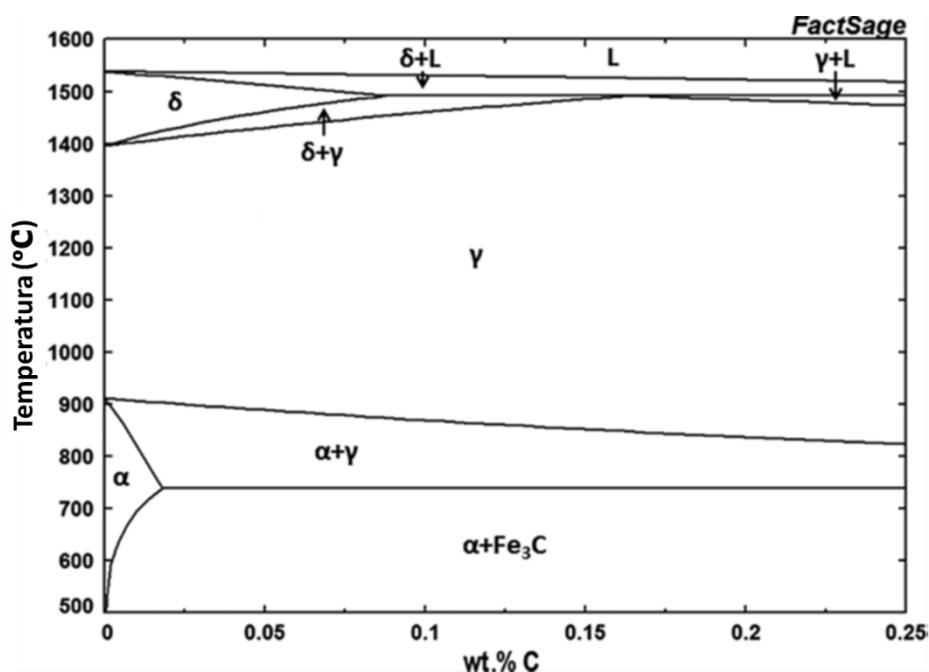


Figura 2.5. Porção do diagrama de fases ferro-carbono [13].

2.4. Alguns tipos de Transformações de Fases da Austenita

Durante o processamento dos aços, as taxas de resfriamento normalmente empregadas são muito rápidas para que as transformações que ocorrem obedeam ao diagrama de equilíbrio proposto anteriormente. Os procedimentos levam, em vez disso, a muitos tipos de fases não equilibradas que são frequentemente desejáveis para certas aplicações. As duas classes possíveis de transformação de fase são conhecidas como transformações difusionais e displacivas [14].

2.4.1. Transformações Difusionais

Para este tipo de transformação, todos os átomos podem participar do processo de difusão. Essas transformações ocorrem em temperaturas próximas à Ae_3 , onde os átomos são móveis o suficiente para uma difusão extensiva. Quando a taxa de resfriamento do campo da austenita para temperaturas abaixo da linha Ae_1 é suficientemente lenta, as fases formadas nessas condições são conhecidas como ferrita alotriomórfica e ferrita idiomórfica de acordo com suas localizações no grão e perlita [15]. Os mecanismos de formação da ferrita alotriomórfica e idiomórfica são ilustrados esquematicamente na Figura 2.6.

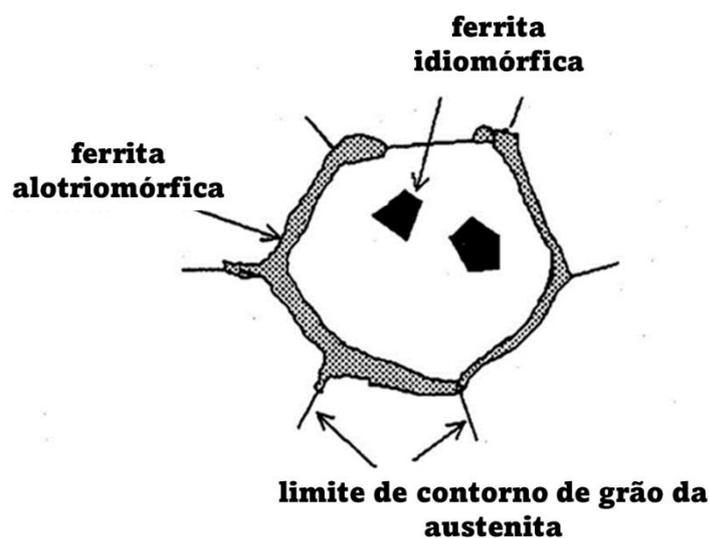


Figura 2.6. Mecanismos de formação da ferrita alotriomórfica e idiomórfica [15].

2.4.2. Transformações Displacivas

Esse tipo de transformação ocorre quando a austenita é resfriada rapidamente, ou temperada, o que resulta em movimentos atômicos coordenados ("militares"). Nessas condições, não há tempo para difusão ocorrer, e as ligações atômicas permanecem inalteradas. Essas transformações afetam apenas a estrutura cristalina, e resultam na formação de três tipos de fases: ferrita de Widmanstätten, bainita e martensita.

2.4.2.1. Ferrita de Widmanstätten

A ferrita de Widmanstätten (α_w) pode ser formada a temperaturas próximas à Ae_3 sob baixas orças motrizes. Após a sua formação o carbono é redistribuído durante o seu crescimento. Geralmente, ela se forma simultaneamente com a ferrita alotriomórfica e a perlita. De acordo com seu mecanismo de nucleação, essa fase pode ser classificada como ferrita de Widmanstätten primária ou secundária. A primária cresce diretamente a partir dos contornos de grão da austenita, enquanto a secundária se desenvolve a partir da ferrita alotriomórfica que pré-existe na microestrutura do aço [15]. Esses dois tipos de ferrita de Widmanstätten são ilustrados na Figura 2.7.

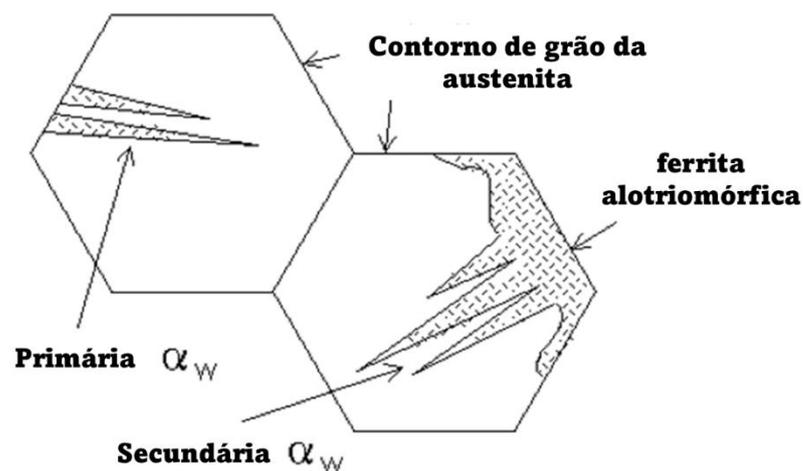


Figura 2.7. Morfologia da ferrita de Widmanstätten [15].

A formação de uma placa de ferrita de Widmanstätten ocorre em três estágios. Primeiro (a), uma única placa cresce por uma deformação invariante de plano onde a força motriz é insuficiente para fornecer a energia necessária. Essa insuficiência leva ao segundo estágio (b), que envolve o crescimento adjacente e simultâneo de duas placas que cancelam grande parte da energia de deformação. Isso ocorre porque elas acomodam mutuamente os campos de deformação uma da outra. Finalmente, no terceiro estágio (c), elas crescem juntas, formando pacotes paralelos que emanam dos contornos de grão ou de qualquer ferrita alotriomórfica pré-existente na microestrutura. Isso é claramente mostrado na Figura 2.8 [15].

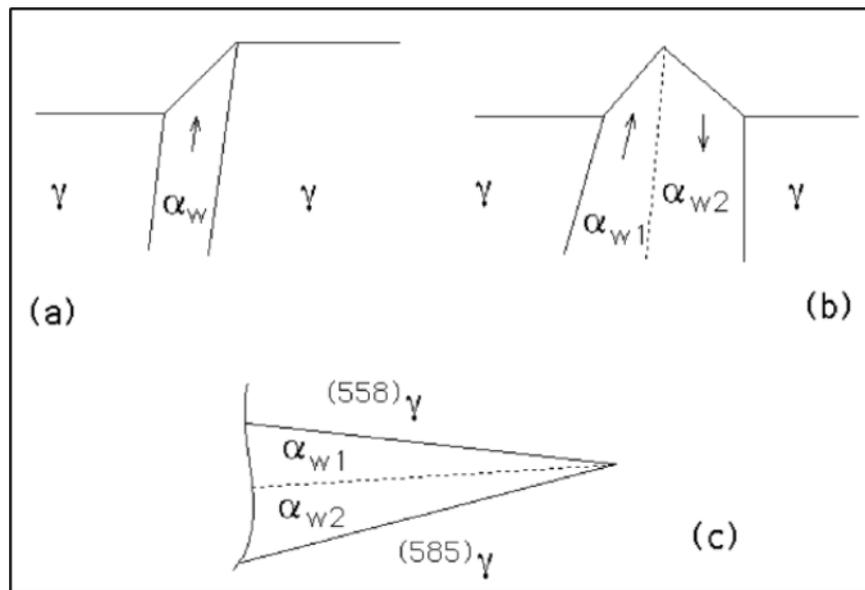


Figura 2.8. Mecanismo de formação da ferrita de Widmanstätten: (a) Deformação em plano invariante único; (b) efeito combinado de duas placas que se acomodam mutuamente e (c) as duas placas crescem juntas no grão [15].

2.4.2.2. Bainita e Martensita

A bainita é um tipo de agregado não-lamelar de ferrita em forma de placas e carbonetos formados a temperaturas abaixo das de formação da ferrita de Widmanstätten. De acordo com a temperatura de formação, essa fase é classificada como bainita superior ou inferior. A primeira consiste em tiras finas de ferrita bainítica separadas por partículas de cementita alongadas. A última é formada a partir de tiras de austenita residual enriquecida em carbono separadas por camadas de cementita mais finas. A Figura 2.9 ilustra um diagrama de Transformação Tempo Temperatura (TTT) para a formação de bainita superior e inferior e que também mostra representações esquemáticas desses dois tipos de estruturas de bainita [16,17].

A martensita é uma estrutura monofásica que resulta da transformação sem difusão da austenita durante o resfriamento rápido para a temperatura ambiente. A transformação martensítica ocorre tão rapidamente que não permite a difusão do carbono. Os grãos de martensita nucleiam e crescem em uma taxa muito rápida, próxima à velocidade do som na matriz de austenita. A martensita tem a mesma composição que a austenita, pois não há partição de carbono. O carbono aprisionado nos interstícios distorce a rede da ferrita, contribuindo para as deformações que endurecem o metal. A martensita tem a aparência de placas ou agulhas [18]. A formação da martensita começa em uma temperatura definida chamada de M_s (início da martensita). Isso ocorre mesmo abaixo da faixa de temperatura bainítica, conforme mostrado na Figura 2.9.

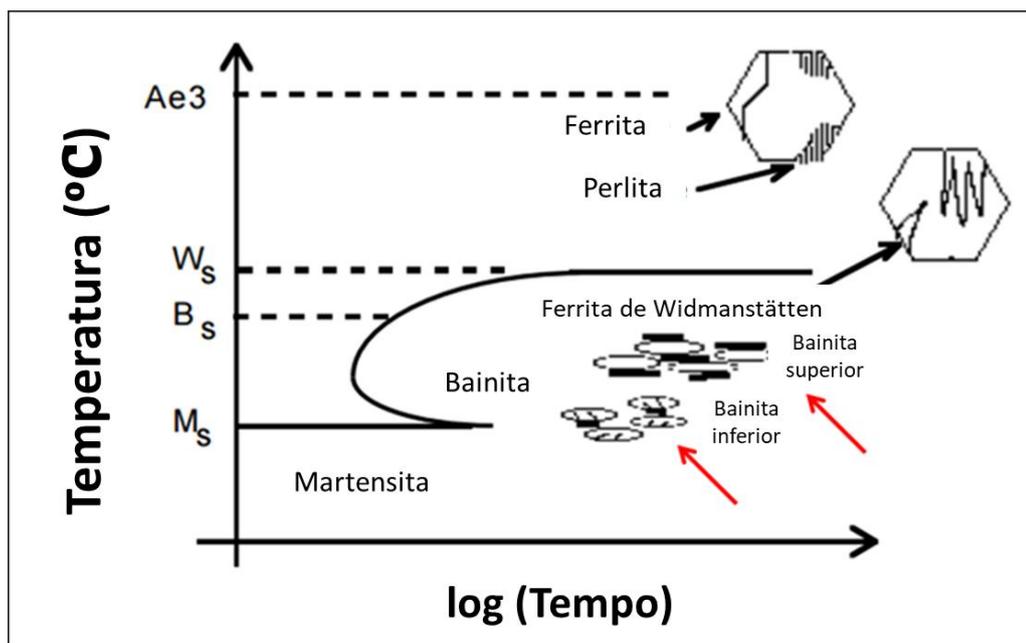


Figura 2.9. Diagrama TTT mostrando os diferentes domínios da transformação da bainita [18].

2.5. Efeito da Deformação na Transformação Dinâmica da austenita

A transformação de fase e a deformação são mecanismos importantes presentes no processamento de materiais. Inicialmente, a deformação e a transformação de fase eram investigadas separadamente. Propriedades e formas desejáveis eram produzidas de formas distintas, com a deformação geralmente seguida por tratamento térmico. A influência da deformação na transformação de fase começou a ser reconhecida no final dos anos 1950, o que contribuiu para o desenvolvimento da tecnologia de refinamento de grãos conhecida como Processamento Controlado Termomecanicamente (TMCP) na década de 1960 [19]. Algumas das características do controle da microestrutura para refinamento do tamanho de grão são conhecidas como "Transformação induzida por deformação" e "Transformação da ferrita induzida por deformação" [19–22].

Esses processos também podem ser referidos como a transformação dinâmica (DT) da austenita em ferrita. Esses fenômenos têm sido estudados e têm recebido considerável atenção desde o trabalho de Yada e colaboradores na década de 1980 [23,24]. Em sua primeira publicação, eles descreveram os resultados de vários testes de compressão em três aços carbono (0,003, 0,11 e 0,14 %C) realizados em várias temperaturas na região da austenita, todas acima da A_{e3} . Em todos os casos, foram produzidos grãos finos de ferrita com tamanhos médios entre 1 a 2 μm . Eles concluíram que a fração de ferrita aumentou com a deformação e diminuiu com a temperatura, e que a deformação crítica para a formação de ferrita foi de cerca de 0,5, com pouco efeito da temperatura e da taxa de deformação [23].

Logo após seus trabalhos sobre a transformação dinâmica da austenita em ferrita, estes autores realizaram simulações de laminação a quente acima da temperatura A_{e3} , nas quais foram aplicados tempos entre passes de 0,2, 1,0 e 5,0 segundos. Também foram realizados experimentos isotérmicos com vários tempos de espera após a deformação. Foi concluído que a fração de ferrita presente acima da temperatura A_{e3} diminuiu com o tempo de espera após a deformação aplicada [24]. Netes experimentos, o

procedimento foi cuidadosamente realizado garantindo que a taxa de resfriamento fosse rápida o suficiente para preservar a microestrutura formada durante a deformação. Isso ocorre devido à baixa estabilidade da ferrita deformada dessa maneira.

Em 2000, Yada e colaboradores voltaram a estudar este tema, mas agora com o objetivo de apresentar evidências diretas da Transformação Dinâmica usando difração de raios X in situ [25]. Três ligas Fe-C com diferentes teores de C e contendo cerca de 6% de Ni para reduzir a temperatura de transformação foram deformadas em torção acima da A_{e3} a uma taxa de deformação de cisalhamento de $0,09 \text{ s}^{-1}$. Ao tempo da aplicação da deformação, difração de raios-X in situ foi empregada para registrar em filme as fases que estavam sendo formadas em tempo real, Figura 10. Em seus resultados, foram encontrados padrões da amostra antes do aquecimento que são ilustrados na Figura 2.10(a), onde a linha de difração correspondente a $(110)\alpha\text{-Fe}$ pode ser vista. Os padrões na amostra aquecida e mantida a uma temperatura acima da A_{e3} após austenitização sem deformação são mostrados na Figura 2.10(b). Aqui, apenas a linha correspondente a $(111)\gamma\text{-Fe}$ pode ser vista. Os padrões produzidos quando o teste de torção foi realizado no sobre a amostra são exibidos na Figura 2.10(c). Aqui, há uma linha correspondente a $(110)\alpha\text{-Fe}$ junto com a linha $(111)\gamma\text{-Fe}$. A partir disso, concluiu-se que a transformação dinâmica (TD) ocorreu durante o processo termomecânico. Resultados semelhantes foram obtidos em outras temperaturas acima da A_{e3} e em taxas de deformação mais elevadas [25].

Foi concluído a partir deste estudo que a carga aplicada contribuiu para a TD a fim de reduzir a energia da barreira total do material deformado para transformar austenita em ferrita. Como o limite de escoamento do ferro- α é consideravelmente menor do que o do ferro- γ , eles consideraram que a energia de deformação estava sendo economizada pela transformação. Eles calcularam que a energia economizada era maior do que a energia química consumida pela transformação [25].

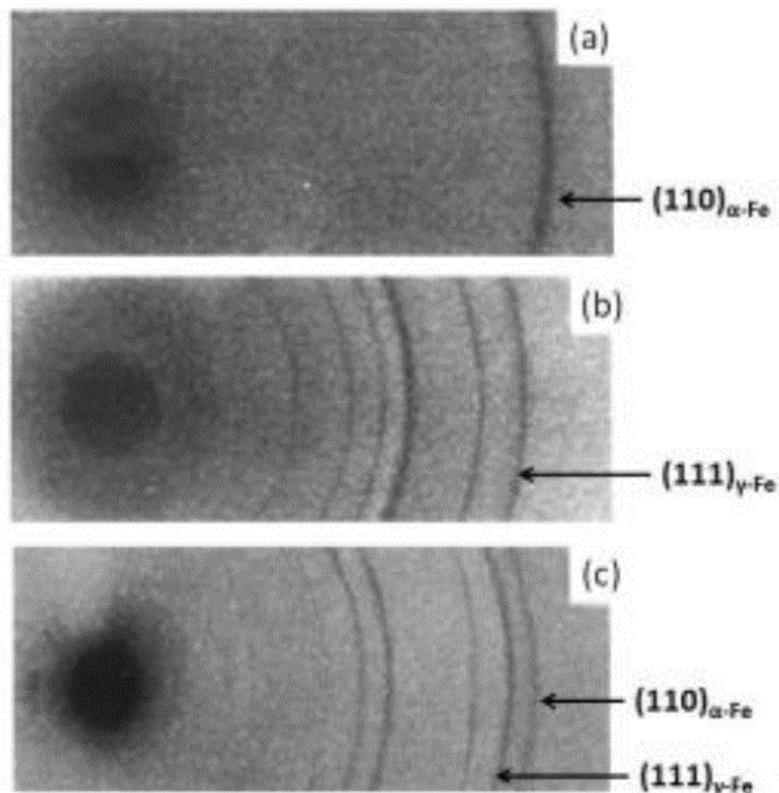


Figura 2.10. Padrões de difração de raios X das amostras (a) antes do aquecimento e retenção na região da ferrita, (b) na temperatura de teste na região da austenita e (c) durante a deformação acima do Ae_3 [25].

Em pesquisa realizada por Chen e Chen, em 2003, a técnica de dilatometria a laser foi empregada e observou-se a transformação reversa, ou seja, da ferrita voltando para a austenita a temperaturas acima da Ae_3 , após aplicação da tensão [26]. Eles realizaram deformações de um e dois passes a uma taxa de deformação de $10,0 \text{ s}^{-1}$. Observou-se a partir deste trabalho que, durante o tempo de espera após ou entre os passes, a amostra diminuiu em volume, provando que a TD reversa estava ocorrendo. Além disso, a $30 \text{ }^\circ\text{C}$ acima da temperatura Ae_3 , eles mostraram que a transformação direta é muito mais rápida do que a TD reversa, que ocorreu em cerca de 45 s.

Em 2007, Liu et al. realizaram testes em um simulador termomecânico Gleeble em um aço de baixo carbono para investigar a transformação reversa da ferrita para austenita acima da Ae_3 [27]. Eles

obtiveram vários resultados metalográficos e concluíram que, ao aumentar o tempo de espera após a deformação, o tamanho de grão da ferrita formada dinamicamente aumentou e sua fração volumétrica diminuiu. Quando o tempo de espera foi aumentado para 7200 s, a ferrita desapareceu totalmente.

Posteriormente, em 2008, Sun et al. também utilizaram um dilatômetro a laser para estudar a TD reversa tanto abaixo quanto acima da Ae_3 [28]. Em temperaturas acima da Ae_3 , eles deformaram um aço carbono com 0,17% de C em um simulador termomecânico Gleeble a uma taxa de deformação de $1,0 \text{ s}^{-1}$. Eles realizaram testes a 950, 860 e 840 °C, ou seja, até 115, 25 e 5 °C acima da Ae_3 , respectivamente. As curvas de dilatação dos corpos de prova mantidos após a deformação nas temperaturas listadas acima são mostradas na Figura 2.11. Na temperatura mais alta, a amostra não sofreu alteração detectável em suas dimensões, mas nas duas temperaturas mais baixas, a amostra sofreu contração durante os primeiros 200 s de espera. Isso indicou que a ferrita estava sendo retransformada em austenita.

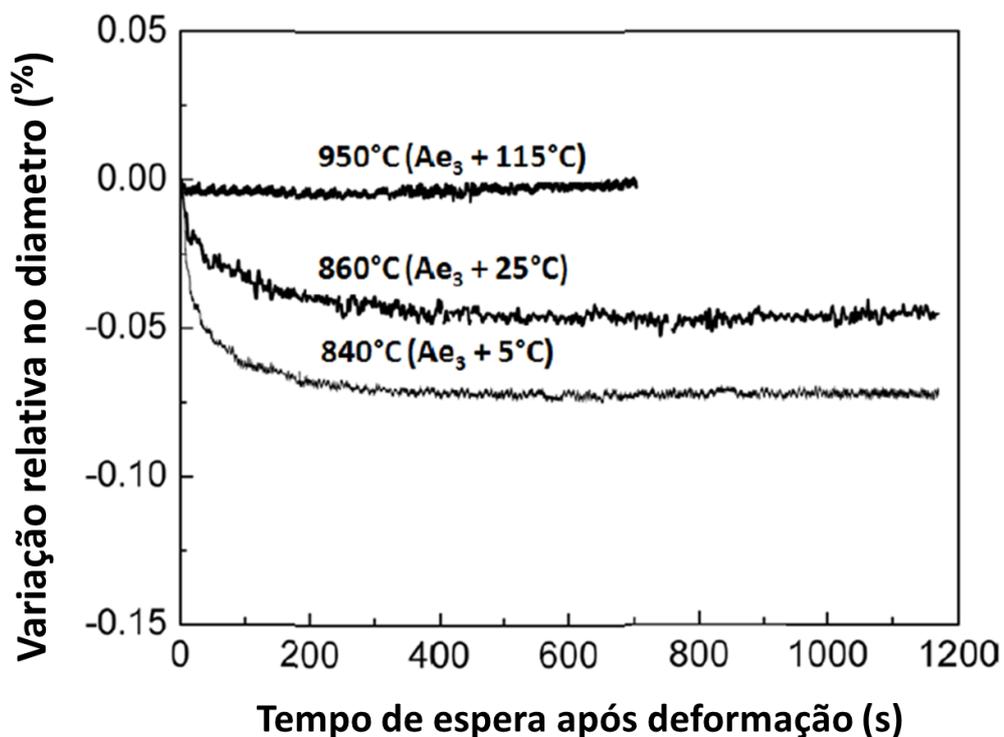


Figura 2.11. Curvas de dilatação de corpos de prova durante tempo de espera isotérmica após deformação em três temperaturas acima de Ae_3 [28].

Nas pesquisa de Basabe e Jonas, foram realizados testes de torção em um aço microligado com 0,036% de Nb com o objetivo de estudar os efeitos da deformação, taxa de deformação e temperatura na formação de ferrita pela transformação dinâmica (TD) [29]. Concluiu-se que a deformação crítica para a TD direta foi de 0,5 e que a fração volumétrica de ferrita aumentou com a deformação e pouco com a taxa de deformação. O principal resultado deste trabalho foi que a transformação dinâmica reversa foi mostrada como sendo consideravelmente retardada pela adição de nióbio em comparação com o comportamento do aço baixo carbono. Eles atribuíram esse fenômeno ao aprisionamento de discordâncias pela precipitação de carbonitretos de nióbio e também à arraste de soluto devido à presença de Nb em solução. Assim, o último elemento pode desempenhar um papel importante na indústria de processamento, prevenindo a transformação reversa durante a laminação de tiras e talvez até mesmo na laminação de chapas grossas em laminadores do tipo Steckel.

Alguns resultados metalográficos típicos obtidos a partir de testes de torção realizados a 856 °C em um aço microligado com 0,036% de Nb são apresentados na Figura 2.12. Os corpos de prova deformados continham duas fases: ferrita e martensita (esta última produzida pela têmpera da austenita após a deformação). A transformação displaciva da austenita em martensita formou placas finas que tinham a aparência de "agulhas", enquanto os grãos de ferrita induzidos por deformação tinham aproximadamente forma equiaxial. A deformação crítica para a formação de ferrita foi deduzida como sendo 0,5 e a fração volumétrica da fase de ferrita aumentou com a deformação. Em uma deformação de 1,0, todos os austenitas haviam sido transformados em ferrita tanto nas taxas de deformação mais baixas quanto nas mais altas [29].

A ocorrência da transformação dinâmica reversa durante a espera é ilustrada na Figura 2.13. Essas amostras foram deformadas na taxa de deformação mais alta de $0,4 \text{ s}^{-1}$ a 856°C; após a deformação, os corpos de prova foram mantidos isotermicamente por 50, 100, 200 e 400 s [29].

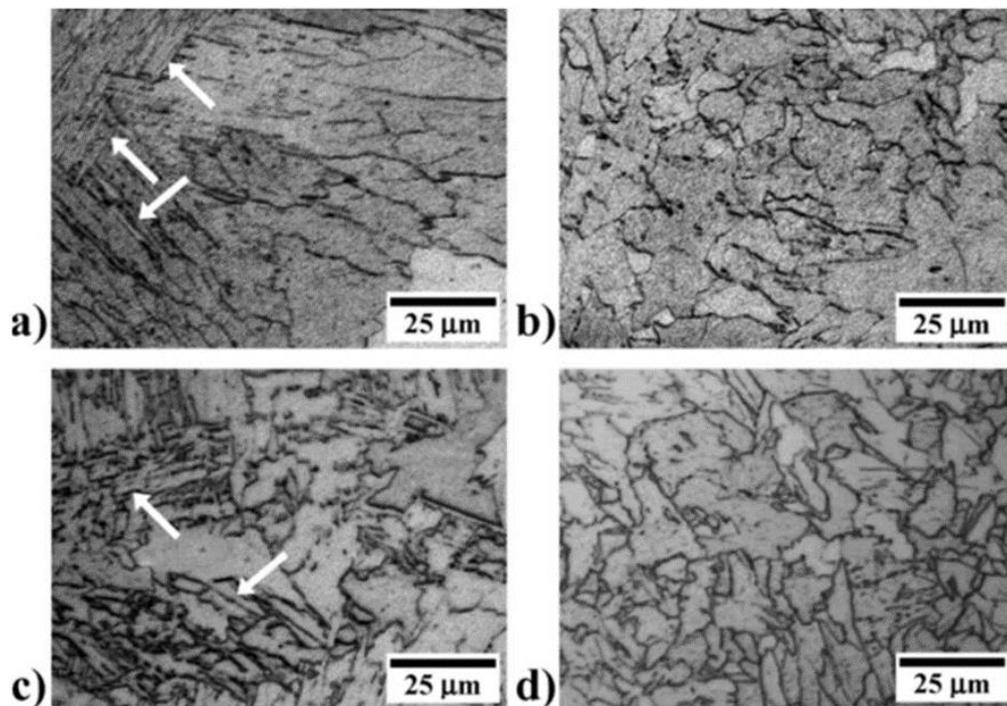


Figura 2.12. Micrografias ópticas mostrando a formação da fase de ferrita por TD em amostras deformados a 856°C ($A_{e3}+20^{\circ}\text{C}$): (a) taxa de deformação 0,04 s^{-1} , deformação 0,5, ferrita e agulhas de martensita (setas), (b) taxa de deformação 0,04 s^{-1} , deformação 1,0, ferrita, (c) taxa de deformação 0,4 s^{-1} , deformação 0,5, ferrita e agulhas de martensita (setas), (d) taxa de deformação 0,4 s^{-1} , deformação 1,0, ferrita [29].

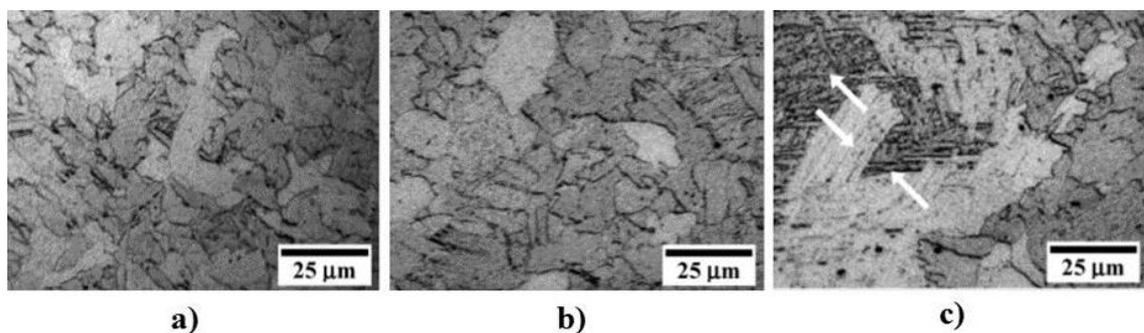


Figura 2.13. Micrografias de espécimes deformados a 856°C ($A_{e3} + 20^{\circ}\text{C}$) a 0,4 s^{-1} e mantidos isotermicamente após a deformação por (a) 0 s, (b) 200 s, (c) 400 s. A transformação reversa começou após 200 s de espera, como revelado pela presença das agulhas de martensita (setas) [29].

Em 2013, Ghosh et al. [30] mostraram que a transformação dinâmica não estava limitada a temperaturas próximas à Ae_3 [30–33]. Eles conseguiram observar a formação de ferrita por TD a temperaturas até 130 °C acima da Ae_3 . Nesta pesquisa, a limitação das temperaturas próximas à Ae_3 foi resolvida ao permitir a distribuição não homogênea de discordâncias, levando a forças motrizes tão altas quanto 197 J/mol quando os materiais foram submetidos a grandes deformações.

Em 2016, Grewal et al. [34], demonstraram que a austenita pode passar por uma transformação dinâmica durante o processo de deformação em até 500 °C acima da Ae_3 , ou seja, ao longo do campo de fase gama e até a temperatura de transição para a ferrita delta. Aranas et al. [35,36] mostraram que a força motriz para esse fenômeno é o amaciamento associado à substituição de grãos específicos de austenita endurecidos pelo trabalho por grãos de ferrita mais macios e não deformados. Este novo conceito foi estendido para o efeito da transformação dinâmica sob condições de laminação [37–39]. Por meio de testes de torção, os esforços médios de deformação desenvolvidos durante simulações de laminação de tiras de 7 passes usando diferentes tempos entre passes revelaram que intervalos mais curtos levaram a uma diminuição mais rápida da carga do que quando intervalos mais longos são usados, ver Figura 2.14 [36].

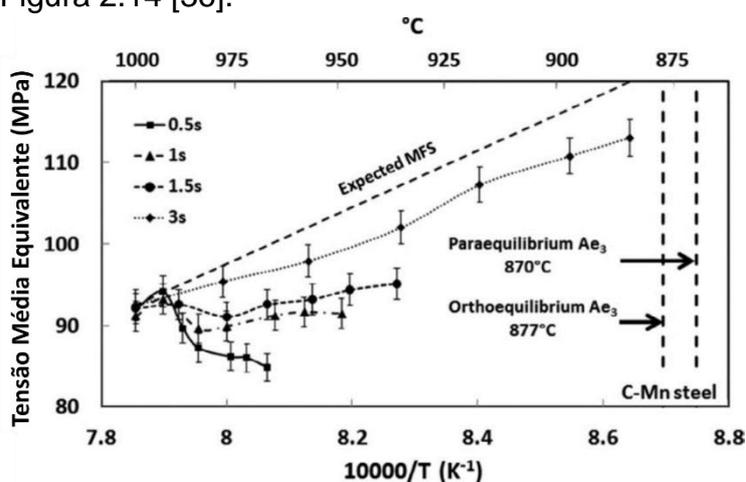


Figura 2.14. Tensão Média Equivalente (TME) em função da temperatura absoluta inversa. A linha tracejada indica o MFS esperado na ausência de

amaciamento. A TME diminui mais rapidamente quando o tempo entre passes é curto [36].

O fenômeno da TD depende de vários parâmetros do processo termomecânico, como deformação, taxa de deformação, número de passes de deformação, tempo e temperatura entre passes, bem como composição química e tamanho de grão da liga [13,40–46]. Foi relatado que a quantidade de deformação leva a mais formação de ferrita acima do Ae_3 , e isso também requer uma deformação crítica mínima para o início do DT [30,35,37–39]. Chadha et al. [47] investigaram o efeito da taxa de deformação em um aço fundido de médio carbono e baixa liga e observaram que o aumento da taxa de deformação levou a uma menor taxa de distância de difusividade do carbono, o que diminuiu a formação de ferrita da fração volumétrica. Rodrigues et al. [41,42,46,48] realizaram simulações de processos de laminação industrial por meio de testes de torção a quente em um aço com alto teor de Nb e observaram que à medida que o número de passes de deformação aumenta, maior acúmulo de deformações favorece a produção de ferrita poligonal. O tempo entre passes durante a simulação tem grande influência na retransformação difusional da ferrita TD em austenita acima da temperatura Ae_3 , uma vez que intervalos mais curtos de deformações promovem restrição de tempo para difusão do carbono na austenita [36,43,49]. Os mesmos autores também mostraram que à medida que a temperatura se aproxima da linha Ae_3 , a fração volumétrica da ferrita tende a aumentar [42,48,49]. Quanto à influência da composição química na TD, Ghosh et al. [33] também investigaram o efeito do teor de carbono e detectaram que a deformação sobre aços hipoeutetóides dentro do campo da fase austenita levou à rápida formação de ferrita de Widmanstätten, enquanto em aços eutetóides promoveu a formação adicional de cementita. A consequência do Mn e do Si na força motriz para a ocorrência de TD, bem como nas barreiras opostas a esta transformação, foi extensivamente estudada por Aranas et al. [35] que concluiu que o primeiro elemento aumentou ambas as energias enquanto o último favoreceu a força motriz e reduziu as barreiras energéticas.

Até o momento, inúmeras pesquisas foram feitas a fim de compreender o efeito do TD no comportamento termomecânico acima da temperatura Ae_3 em aços de alta resistência e baixa liga [41–46]. Cálculos analíticos sobre as curvas de escoamento plástico foram empregados com o objetivo de detectar a deformação crítica para o início da TD e fazer correlações com os parâmetros do processo [49,50]. A quantificação indireta da ferrita TD em corpos de prova temperados por meio de microscopia óptica tem sido a técnica mais utilizada e tem recebido críticas quanto à forma como a ferrita é formada, se é por deformação ou resfriamento. Embora estudos envolvendo cálculo de diagramas CCT tenham comprovado que a taxa de resfriamento aplicada logo após a deformação é rápida o suficiente para evitar a formação de ferrita [48]. A falta de um método direto para explicar o fenômeno de TD acima da Ae_3 durante a deformação continua a ser um desafio. Embora a evidência de difração de nêutrons in-situ da TD tenha sido publicada por Shibata et al. [51], isso foi limitado a temperaturas abaixo e alguns graus acima da linha Ae_3 . Aranas et al. [52] realizaram medições de difração de raios X in situ em um aço HSLA durante e após o teste de compressão a quente a 50 °C acima do Ae_3 . Eles detectaram picos da fase α durante a deformação, e esses sinais desapareceram após 9 segundos de retenção após a deformação aplicada.

Até onde sabemos, a correlação entre os padrões de difração in-situ medidos da ferrita TD, a análise analítica das curvas de fluxo e a caracterização microestrutural tem recebido pouca atenção. Para abordar essas questões, pela primeira vez, a presente pesquisa detalhou a correlação entre as medições de difração de raios X (DRX) in-situ que foram adquiridas durante a simulação termomecânica em um aço API X70 por meio de testes de tração acima da Ae_3 e análise microestrutural. Esta pesquisa inovadora lança luz sobre a correlação anteriormente negligenciada entre medições de difração de raios X in-situ e análise de microestrutura, dissipando dúvidas neste estudo abrangente da ferrita TD em aço API X70.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesta investigação foi uma chapa de aço microligada API X-70 laminada a quente, fornecida com espessura de 12,5 mm. A composição química dos principais elementos, juntamente com as temperaturas Ae_3 correspondentes do metal, são mostradas na Tabela 3.1. As temperaturas Orto e Paraequilíbrio foram calculadas utilizando o software termodinâmico FactSage 7.1 empregando banco de dados FSstel [53]. As placas foram cortadas em corpos de prova retangulares de tração conforme as dimensões mostradas na Figura 3.1.

Tabela 3.1. Composição química (% em massa) e temperaturas de transformação de equilíbrio.

C	Mn	Si	Cr	Nb	N	Ortoequilíbrio Ae_3	Paraequilíbrio Ae_3
0.047	1.56	0.25	0.21	0.092	0.008	845 °C	810 °C

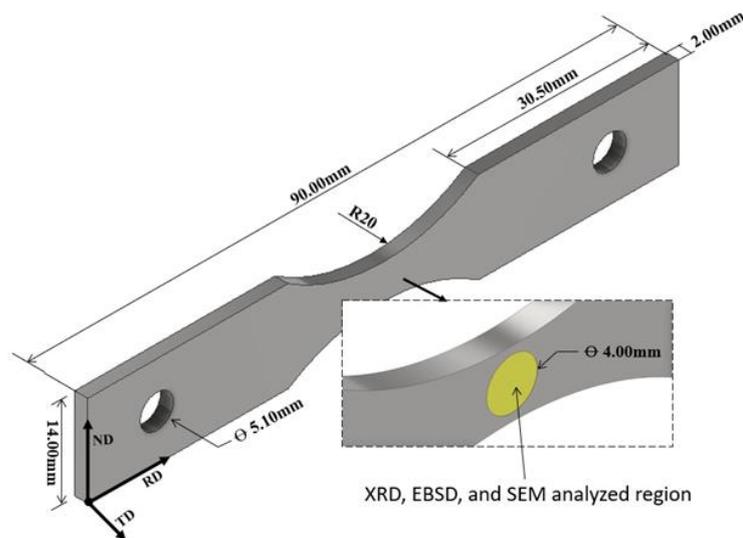


Figura 3.1. Configuração do desenho esquemático da amostra de tração do aço API X70 usado para o experimento de difração de raio-X XRD síncrotron in-situ durante a deformação. A região analisada é destacada com um círculo amarelo no meio da amostra. Todas as dimensões são dadas em milímetros. Para referência, TD é a direção de transversão, ND a direção normal e RD a direção de laminação de acordo com a deformação aplicada durante a simulação termomecânica.

Foi utilizado um simulador termomecânico Gleeble 3800 integrado a um feixe de raios X de luz síncrotron (12 keV) no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) em Campinas-Brasil. Os experimentos foram realizados utilizando raios X com energia de 12 keV ($\lambda=0,10332\text{nm}$). As medições das intensidades difratadas foram capturadas usando dois detectores lineares de estado sólido (MYTHEN™ -1080 pixels cada). A amostra tensionada foi colocada em uma posição fixa inclinada a 15° em relação ao feixe de raios X incidente. O vácuo dentro da câmara foi mantido em cerca de 10^{-1} Pa. A configuração experimental foi devidamente alinhada antes do início da simulação termomecânica e o alargamento instrumental foi determinado usando padrão de pó Y_2O_3 de alta pureza. A Figura 3.2 representa uma configuração esquemática do teste de tração e medições de XRD.

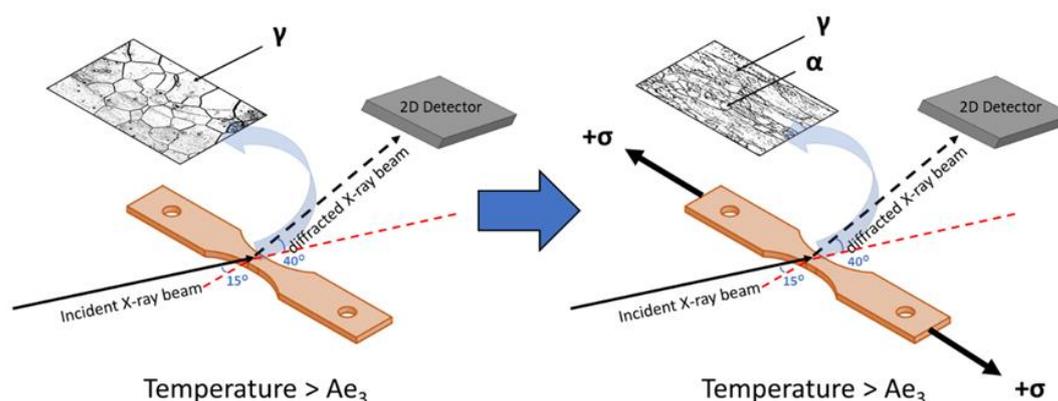


Figura 3.2. Configuração esquemática das medições de XRD logo antes da deformação e durante a aplicação da tensão acima da temperatura Ae_3 .

O plano termomecânico utilizado durante o experimento é apresentado na Figura 3.3. Um sistema de aquecimento por resistência direta foi utilizado para este teste. Para medir as temperaturas, um termopar tipo K foi soldado no meio do lado oposto de onde o feixe de luz de raios X atingia a amostra. As amostras foram aquecidas a $1200\text{ }^\circ\text{C}$ a $30\text{ }^\circ\text{C/s}$ e mantidas por 2 minutos para dissolução dos carbonitretos e austenitização. Eles foram então resfriados a $10\text{ }^\circ\text{C/s}$ até $895\text{ }^\circ\text{C}$ e mantidos nesta temperatura por 60 segundos, após os quais a deformação foi aplicada. Aqui, uma deformação máxima de 0,3

foi aplicada a uma taxa de deformação de $0,01 \text{ s}^{-1}$. Após cessar o carregamento, a amostra permaneceu na temperatura testada por um período de 6 minutos para acompanhar o comportamento de retransformação da ferrita em austenita. Os experimentos de simulação termomecânica foram reproduzidos sem recursos de raios X em outro simulador termomecânico Gleeble 650, a fim de resfriar bruscamente as amostras nas deformações de 0,1, 0,2 e 0,23 e após tempos de espera de 1, 3 e 6 minutos para permitir a quantificação das frações volumétricas de ferrita formada e retransformada após deformação, bem como análises de microestruturas.

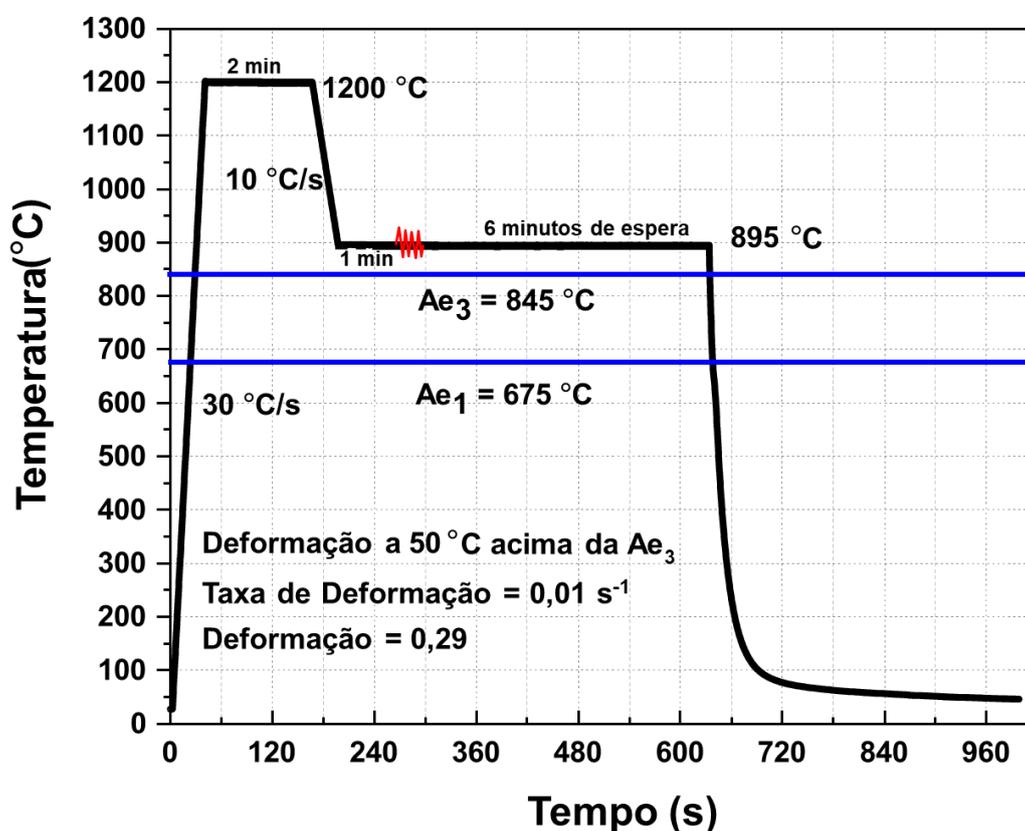


Figura 3.3. Ilustração esquemática do cronograma termomecânico utilizado para todo o experimento, que também incluiu medições de DRX in-situ.

Para análise microestrutural, as amostras de tração foram cortadas transversalmente ao eixo DR. As amostras foram montadas a quente e polidas usando grãos de papel de carboneto de silício de 200 a 1200 mesh. Para o polimento final, uma pasta de diamante de $3 \mu\text{m}$ e $1 \mu\text{m}$ em suspensão foi

usada seguida de suspensão final de sílica coloidal de 0,05 μm para posterior EBSD. As amostras polidas foram então atacadas com nital a 2% por aproximadamente 15 segundos e depois tratadas com solução aquosa de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) a 10% para melhorar o contraste entre ferrita e martensita. A análise microestrutural inicial foi feita por microscopia óptica. Os microscópios FEI Quanta FEG 450 e FEI Quanta FEG 650 FEGSEM operados a 20 kV foram utilizados para imagens SEM e para coletar os dados EBSD. A distância de trabalho foi ajustada em cerca de 17 mm com um ângulo de inclinação de 70°. As análises de microtextura foram realizadas utilizando o pacote de software de processamento de dados Channel 5 e ATEX.

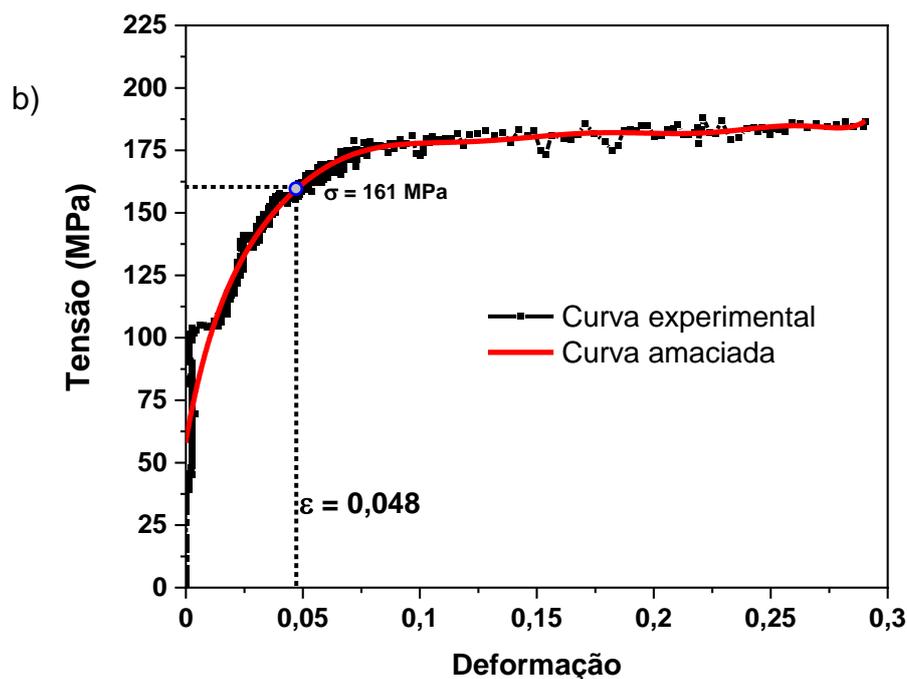
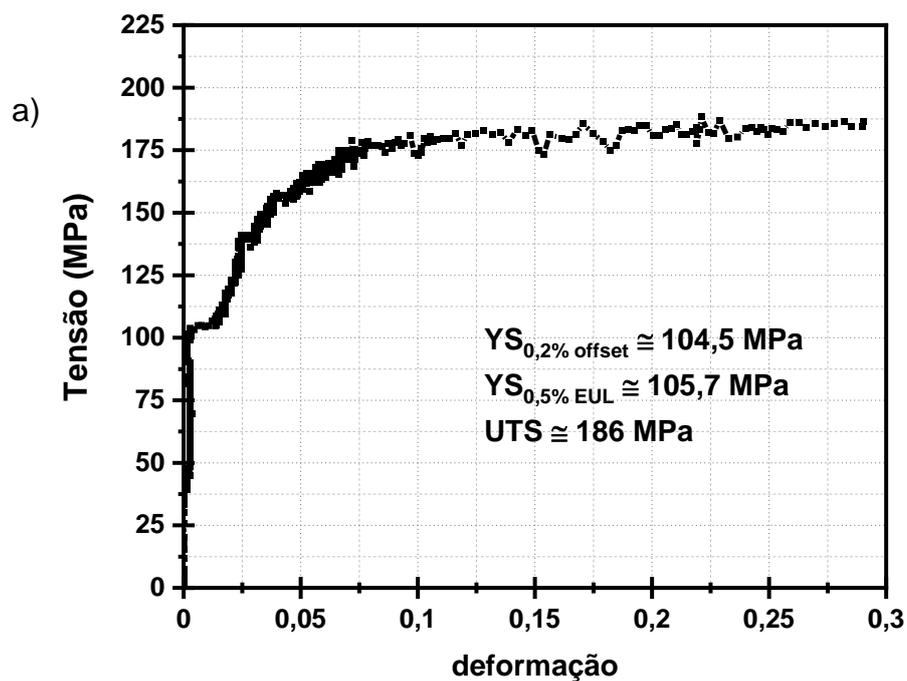
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Curva tensão-deformação do ensaio de tração e análises analíticas

A curva de fluxo tensão-deformação verdadeira obtida após a deformação da amostra é exibida na Figura 4.1a. Observe que a temperatura na qual a deformação foi aplicada é 50 °C acima do Ortoequilíbrio e 85 °C acima da linha Ae_3 do Paraequilíbrio, bem dentro do campo da fase austenita. O resultado mostra que o nível de tensão aumenta rapidamente até 104,5 e 105,7 MPa. Estes foram medidos pelos procedimentos de deslocamento de 0,2% e extensão sob carga (EUL) de 0,5% para serem os limites de escoamento (YS), respectivamente. A carga continua a aumentar na zona plástica inicial até atingir um patamar de estado estacionário ao aumentar a deformação, onde a resistência à tração final (UTS) foi determinada em aproximadamente 186 MPa. O platô de tensão indica a ocorrência de mecanismos de amaciamento dinâmico.

Está bem estabelecido que a recristalização dinâmica (DRX) acompanhada de TD durante a deformação contribui para o comportamento de amaciamento do material acima do Ae_3 onde este último fenômeno apresenta cinética mais rápida [28,54]. A metodologia de dupla diferenciação relatada por Poliak e Jonas [55,56] foi utilizada na curva tensão-deformação. Um script dedicado em MATLAB® foi desenvolvido para analisar as curvas de fluxo usando este procedimento. A curva de amaciamento é primeiro suavizada por um polinômio de ordem 9, que foi usada para permitir a detecção dos mínimos da TD e DRX [32], ver Figura 4.1b. A primeira diferenciação em relação à taxa de endurecimento de trabalho, θ , versus a tensão aplicada é mostrada na Figura 4.1c. Pode-se observar que os pontos de inflexão ocorrem duas vezes na curva e são destacados com círculos de contorno vermelhos e azuis. Para análises posteriores, foi realizado o cálculo da segunda derivada sobre a taxa de endurecimento de trabalho, e o resultado pode ser visto na Figura 4.1d. Observe que os dois pontos de inflexão da curva anterior se transformaram nos dois mínimos esperados, onde apresentam tensões que representam o início da TD e DRX. O valor de tensão onde a ferrita TD começou a se formar foi de

161 MPa. Ao buscar este valor na curva tensão-deformação, é possível encontrar a deformação associada ao início da TD; veja a Figura 4.1b. De acordo com este procedimento analítico, a deformação crítica para iniciar a formação da ferrita TD foi de 0,048. Este valor está de acordo com pesquisas anteriores onde a deformação crítica normalmente cai cerca de 0,05 na primeira deformação após a austenitização acima do Ae_3 [37,38,47].



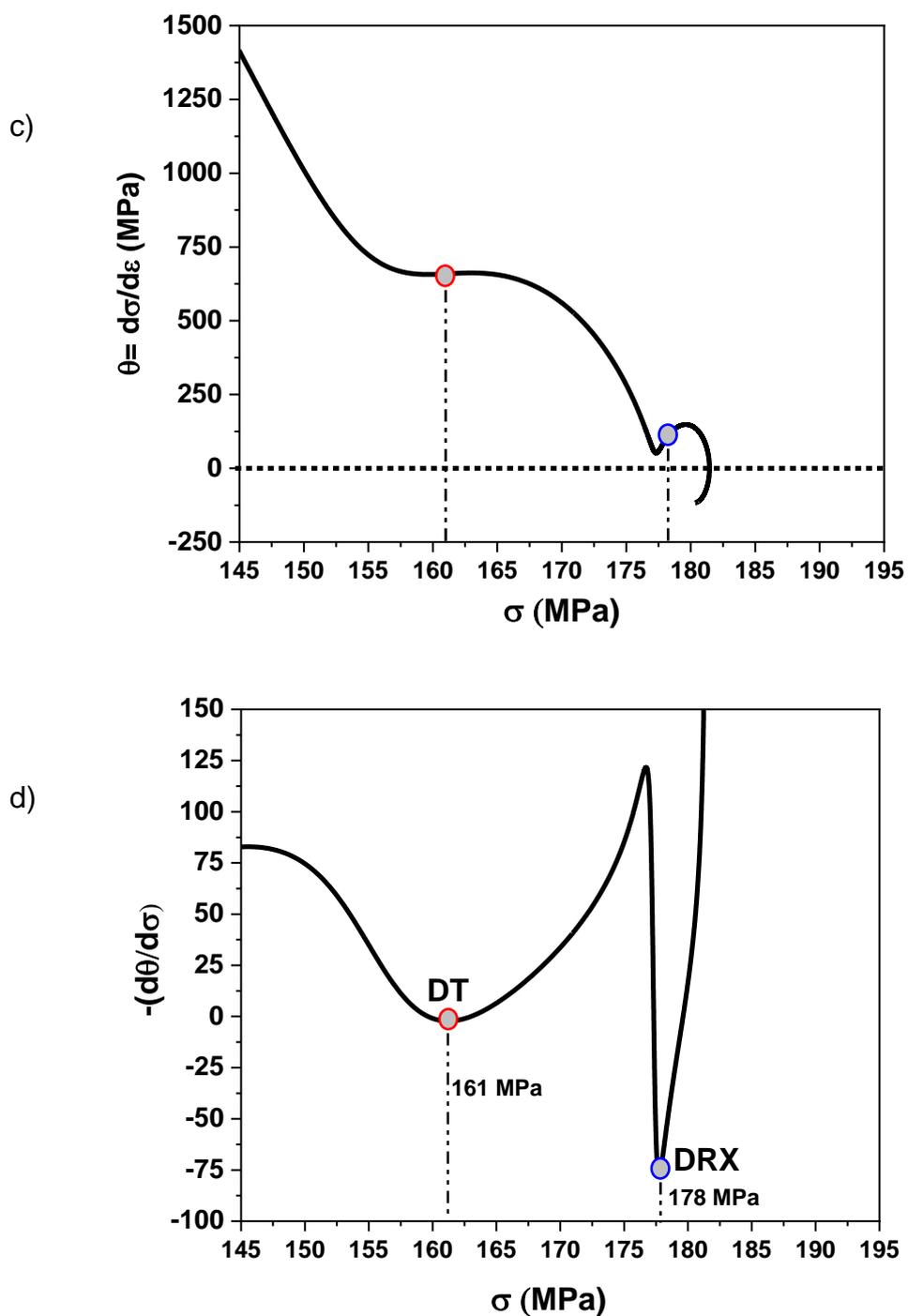


Figura 4.1. a) Curva tensão-deformação do aço microligado ensaiado submetido à deformação por tração. b) A curva polinomial suavizada de 9ª ordem utilizada para aplicar o método de dupla diferenciação. c) O cálculo da primeira derivada sobre a curva de fluxo e c) a segunda diferenciação exibindo os mínimos para o início da TD e XRD. Além disso, a deformação crítica relacionada à tensão na curva tensão-deformação é encontrada.

4.2. Padrões de difração de raios X antes da deformação

As medições de DRX feitas durante as primeiras partes do processamento termomecânico, Figura 3.3, e antes da aplicação da deformação sobre a amostra são exibidas na Figura 4.2. Cada imagem de DRX corresponde a partes específicas do processamento termomecânico, e sua temperatura é rotulados nas figuras. Observe que durante a etapa de aquecimento da simulação, os padrões medidos a 450 °C (abaixo de Ae_1) mostram apenas picos dos planos de ferrita (110) e (211) conforme esperado. A 750 °C (entre Ae_1 e Ae_3) ambos os picos relacionados aos planos de ferrita (110), (211) e austenita (111), (200) coexistem. Próximo à temperatura do Ortoequilíbrio Ae_3 a 843 °C, os picos de ferrita diminuem suas intensidades, confirmando que a amostra estava entrando no campo de austenita. A 1050 e 1200 °C, bem acima da linha Ae_3 , são detectadas altas intensidades de picos indexados nos planos de austenita, (111), (200), (220), (311) e (222). Após o resfriamento do corpo de prova até a temperatura testada, 50 °C acima do Ae_3 , e 10 segundos antes da deformação, apenas um pico intenso do plano da austenita (111) foi observado. Todos os resultados de XRD antes da deformação estão de acordo com as fases previstas sob condições termodinamicamente estáveis e com o diagrama de fases calculado do aço investigado em publicações anteriores [34,37,38,47].

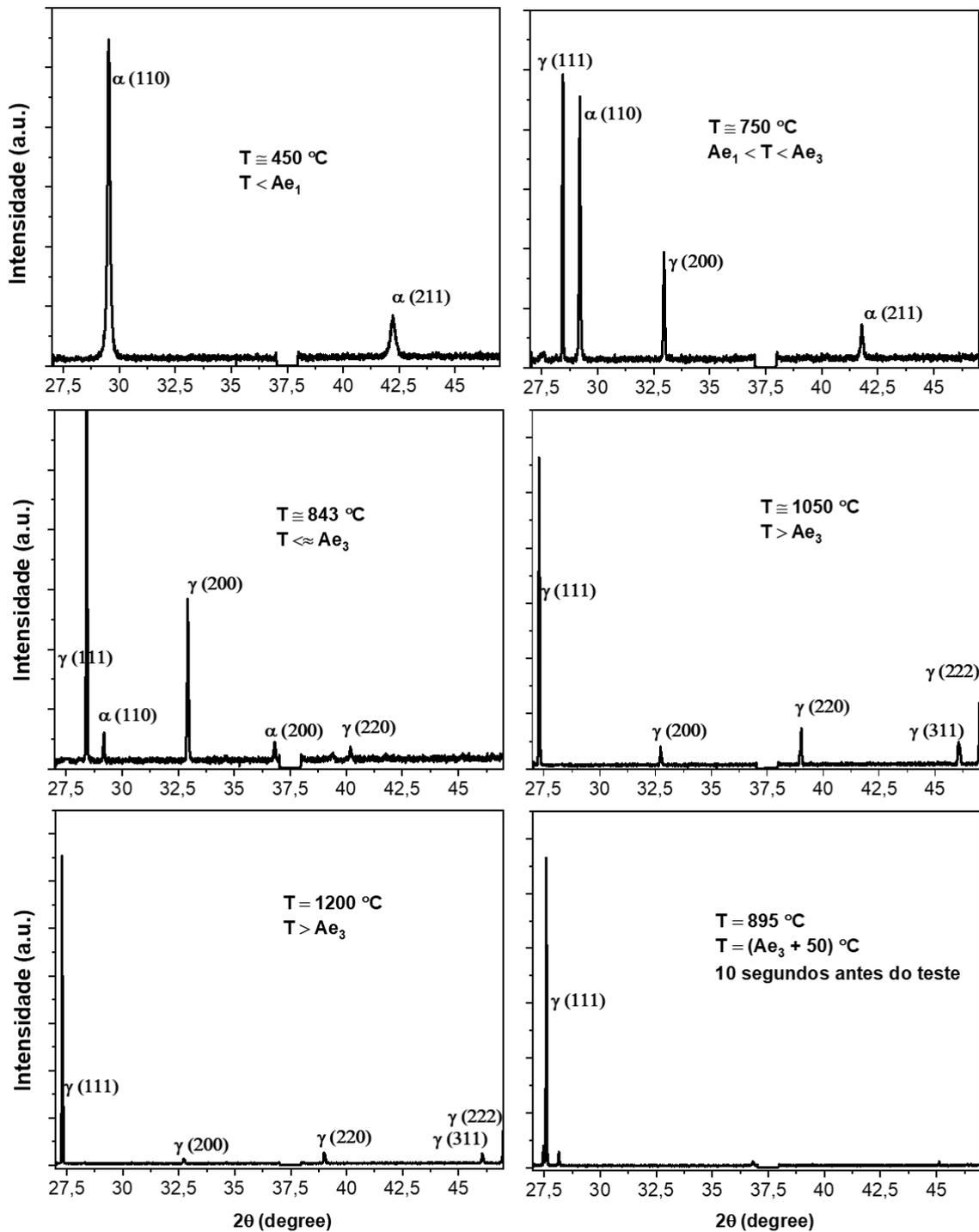


Figura 4.2. Resultados de XRD da amostra durante o aquecimento, passando pelo campo de ferrita simples, região de fase dupla, campo de fase austenita durante a austenitização e antes da deformação acima do Ae_3 .

4.3 Padrões de difração de raios X durante a deformação

Como o feixe de luz era lido a cada 1 segundo durante a deformação, numerosos dados foram gerados e estes foram usados para prosseguir com uma análise qualitativa das mudanças de fase durante o experimento de tração. Os resultados foram então plotados em um mapa mostrando os principais traços dos sinais de difração obtidos de acordo com a intensidade dos picos em função do tempo (em segundos) e sincronizados com o deslocamento da amostra medido pelo extensômetro a laser e a força aplicada, ver Figura 4.3. Aqui, um perfil de difração curto de $2\theta = 27 - 47^\circ$ foi considerado, e as varreduras foram realizadas a cada 0,06 mm de deslocamento transversal. Durante a deformação do material acima da temperatura Ae_3 , foi possível observar a presença de picos de índice de difração relacionados aos índices de 5 planos (hkl): (111), (200) e (220) de γ ; (110) e (211) de α . Na parte inicial do deslocamento, até a deformação equivalente de aproximadamente 0,048, foram detectados apenas picos dos planos da fase austenítica (picos γ), (111), (220). Com o aumento da deformação e com o passar do tempo de deformação, percebe-se o aparecimento inicial do pico relacionado ao plano da ferrita (pico α) (110), que foi considerado o início da TD em torno de uma deformação de 0,05. Ao continuar a aplicação da carga, o pico do padrão α (110) torna-se mais intenso enquanto um dos γ (200) aparece e, posteriormente, o outro α (211) é detectado no estado estacionário da curva de deformação plástica. Estes resultados confirmam diretamente que a deformação para o início da TD foi semelhante àquela encontrada no procedimento analítico apresentado na seção 4.1 e que a TD parcial da austenita em ferrita ocorre nesta temperatura de 50 °C acima do Ae_3 . Foi observado anteriormente que as placas de ferrite de Widmanstätten (com orientações quase idênticas) aparecem durante a deformação inicial da austenita, e essas placas de ferrita coalescem em grãos poligonais após deformação adicional. Pesquisadores anteriores mostraram que esse fenômeno ocorre principalmente pela formação de placas de ferrita de Widmanstätten (com orientações quase idênticas) em uma deformação

crítica sobre a austenita e posteriormente coalescem em ferrita poligonal à medida que a deformação aumenta [30,31,34,35,42,46].

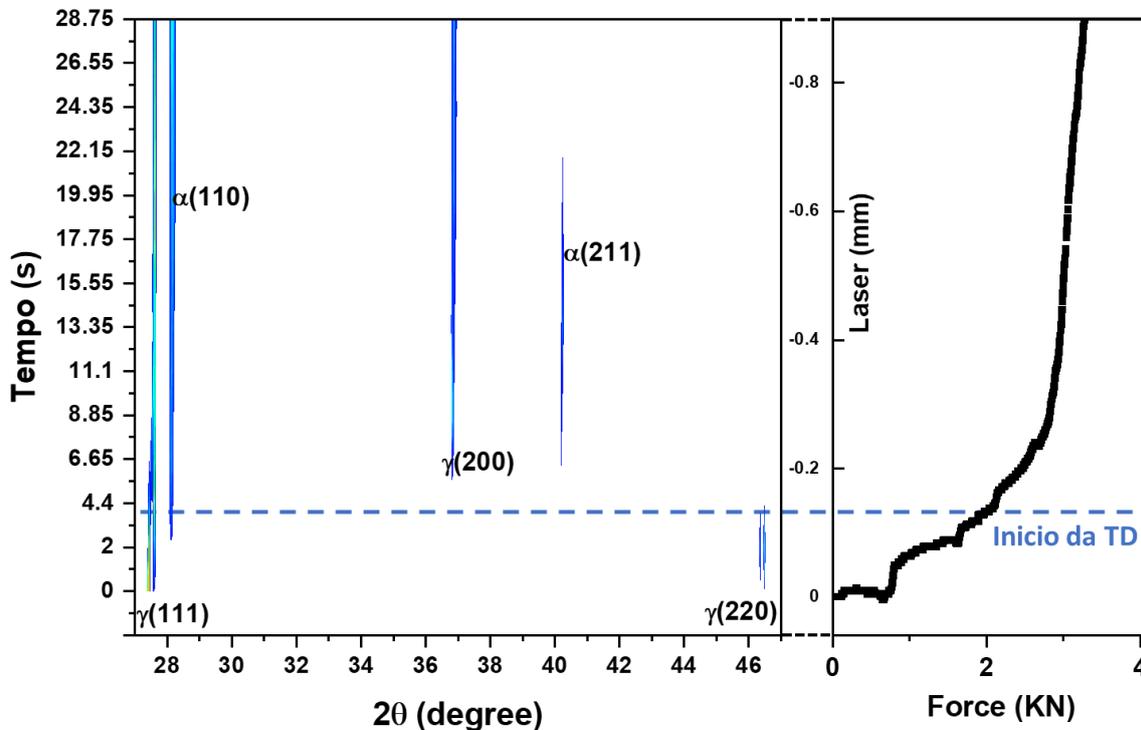


Figura 4.3. Mapa mostrando os traços dos sinais de difração coletados a cada varredura de 1 segundo durante o ensaio de tração acima da temperatura Ae_3 onde os valores de intensidade das fases registradas foram unidos ao longo da aplicação da deformação. Os valores de projeção a laser do deslocamento da amostra e da força aplicada em relação ao tempo (em segundos) também são exibidos. Pode-se ver que à medida que a intensidade dos picos de XRD aumenta, os traços ficam mais espessos e vice-versa.

Os padrões de perfil de difração foram ajustados com uma função pseudo-Voigt para calcular parâmetros de interesse, como intensidade da integral e largura total na meia altura dos valores máximos (FWHM). Como a deformação plástica de um metal produz vários defeitos lineares e planos como deslocamento, falha de empilhamento, maclas etc., e à medida que a deformação aumenta sobre o material, a densidade desses defeitos também aumenta, causando algumas aberrações nos picos de XRD, bem como a largura do pico que é expressa em termos de FWHM [57]. Os resultados

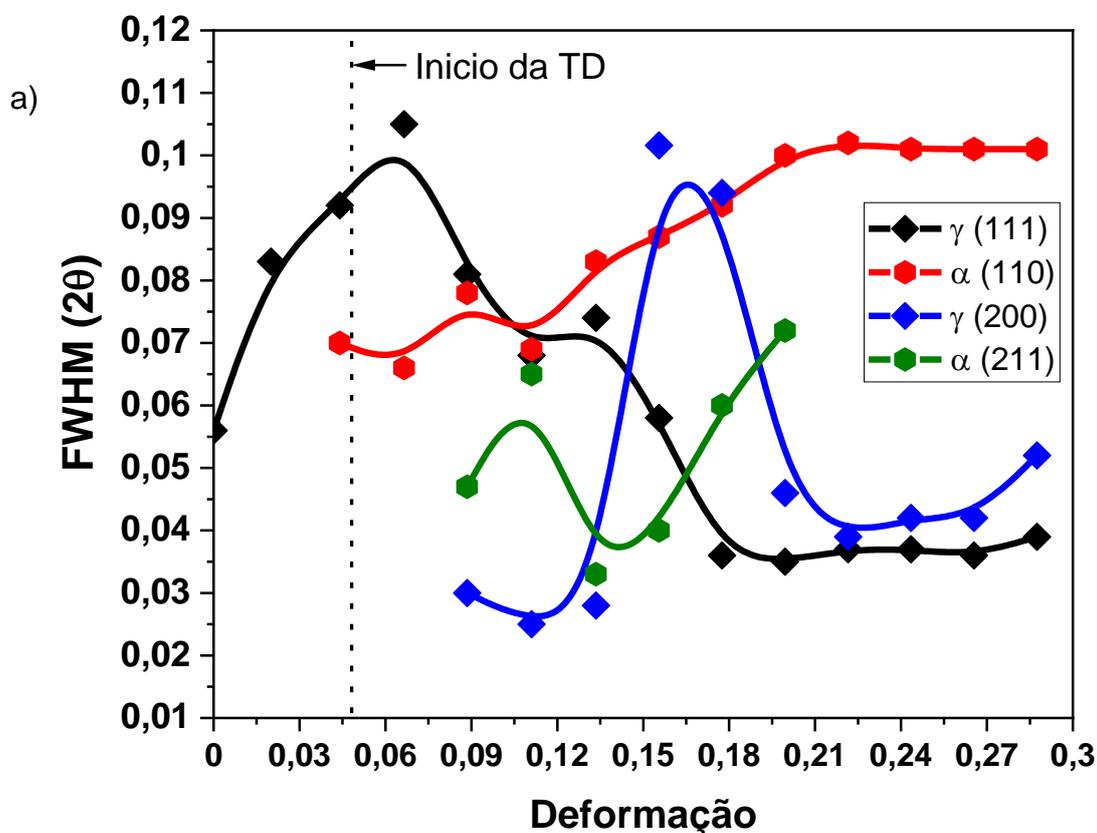
obtidos para FWHM dos planos (hkl) (111) e (200) de γ e (110) e (211) de α foram plotados contra deformação e são apresentados na Figura 4.4a. Antes do início do TD, a austenita γ (111) FWHM aumenta devido ao endurecimento por trabalho até atingir seu valor mais alto e diminui drasticamente após o aparecimento do primeiro plano de ferrita α (110) na deformação de 0,048. Este comportamento está de acordo com a teoria proposta de TD onde é sugerido que a austenita endurecida aumenta a força motriz para o mecanismo de amolecimento que ocorre devido a TD [30,31,34,35,58]. A densidade de defeitos continua a se acumular na ferrita α (110) até atingir um platô na deformação de 0,2 até o final do ensaio de tração. O plano da ferrita α (211) que aparece na deformação 0,09 sofre uma flutuação no valor de FWHM devido ao surgimento do plano da austenita γ (200) que aumenta acentuadamente, atingindo um máximo e diminui rapidamente, dando origem a um aumento no valor do FWHM ao plano de ferrita α (211) até não ser detectado na deformação de 0,19. As consequências deste efeito podem dar uma explicação mais profunda de como a fase de ferrita TD produzida interage com a presença de austenita acima da temperatura Ae_3 .

No presente estudo, foi adotada uma configuração de geometria não convencional (feixe incidente fixo) das medições de XRD. Apenas a análise semi-quantitativa do alargamento do pico de planos únicos (hkl), a fim de avaliar o endurecimento por deformação durante o teste de tração, foi permitida devido a esta limitação intrínseca da configuração experimental. Porém, apesar disso, o comportamento de endurecimento de cada fase foi estimado pela microdeformação $\langle \varepsilon \rangle$ de acordo com a fórmula de Stokes mostrada na Equação 1.

$$\langle \varepsilon \rangle = \frac{\beta^{(hkl)}}{4 \tan \theta} \quad \text{Eq.1}$$

onde β é a largura total de meia altura (FWHM) da amostra em radianos para um determinado plano (hkl) e θ é a posição do ângulo de pico. As microdeformações que correspondem aos planos das fases γ e α estão representadas nas Figuras 4.4b e c, respectivamente. Como a largura do pico

às vezes muda com 2θ , a análise das medições de DRX pela microdeformação pode suprimir o efeito dessas mudanças em vez do FWHM sozinho. Observe que os planos da fase austenita aparecem primeiro mostrando um aumento acentuado na microdeformação, sugerindo que esta fase passa pelo acúmulo de deformação atingindo o valor máximo e começa a amolecer pela presença da ferrita TD e posteriormente pela XRD. Em relação aos planos de fase ferrita, as microdeformações aumentam gradativamente com a deformação. Este aumento lento da microdeformação pode estar associado à característica intrínseca desta fase mais suave, que poderia experimentar o recuperação (DRV) à medida que a deformação aumenta. A análise detalhada do FWHM e das microdeformações reforça que, sem dúvida, a austenita pode sofrer transformação dinâmica em ferrita durante a aplicação de carga acima da temperatura Ae_3 . Isto acontece, uma vez que a força motriz torna-se superior às barreiras totais que estão contra a TD e a deformação crítica é o ponto de deformação onde ocorre esta transformação displaciva [33,35,48].



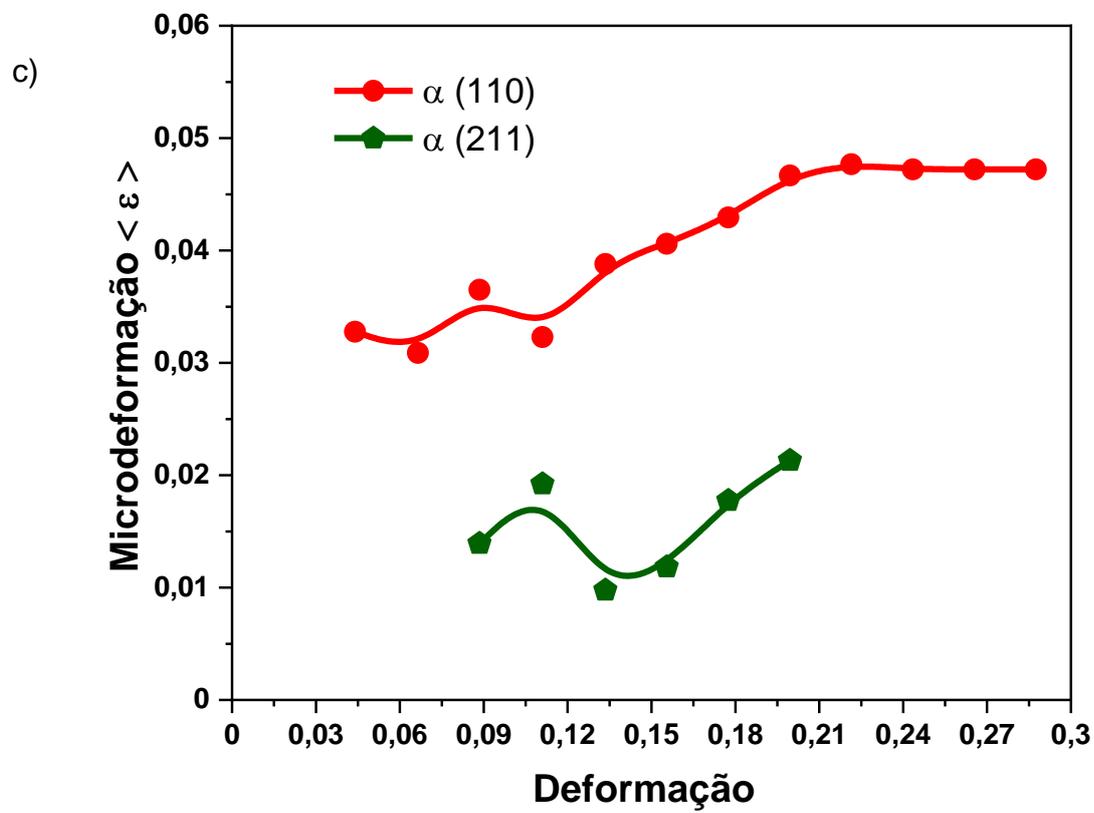
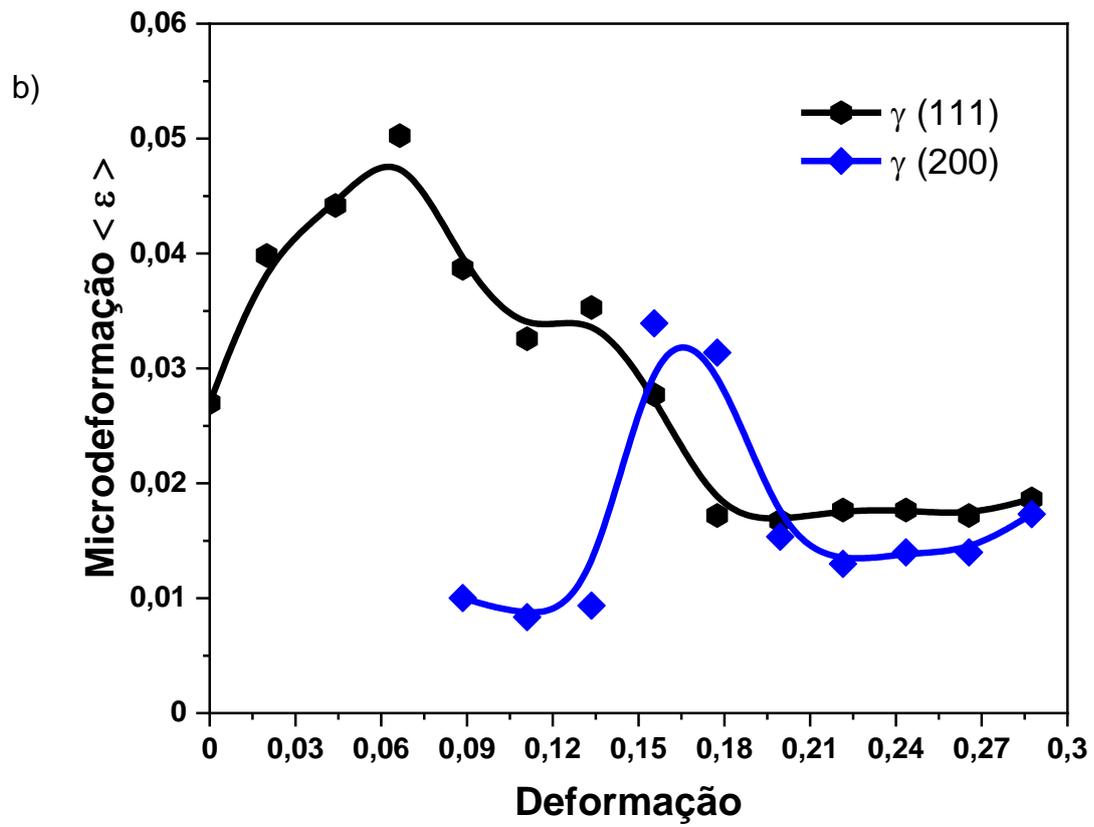


Figura 4.4. a) Evolução do FWHM com deformação nos planos (111), (200) da austenita e (110), (211) planos da ferrita; b) microdeformação da austenita e c) planos da ferrita em relação à deformação aplicada durante o ensaio de tração acima da temperatura Ae_3 .

Para estimar a fração volumétrica das fases ferrita e austenita dos picos de XRD, o princípio da intensidade total integrada de todos os picos para cada fase que foi apresentada na mistura é proporcional à porcentagem dessa fase. Vários pesquisadores utilizaram a metodologia e demonstraram ser uma técnica precisa para quantificar a fração volumétrica de fases detectadas por DRX [59–61]. Os planos (hkl) utilizados para calcular as frações volumétricas das fases foram (111), (200) para γ (austenita) e (110), (211), para α (ferrita). A fração volumétrica da evolução das fases ferrita e austenita com a deformação aplicada é mostrada na Figura 4.5. Observe que a fração volumétrica da ferrita começa a aumentar em torno da deformação de 0,05 e gradualmente continua sendo transformada de austenita até atingir um valor máximo de aproximadamente 45 % no final do teste de tração. Por outro lado, a fração volumétrica da austenita diminui proporcionalmente.

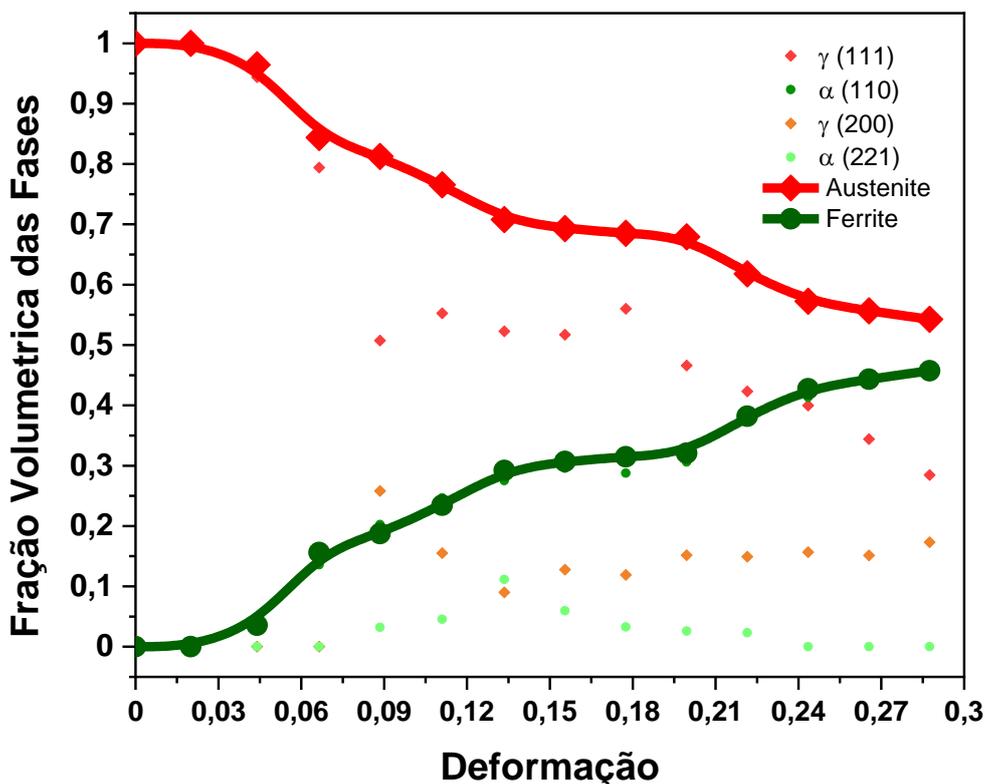


Figura 4.5. Evolução da fração volumétrica de austenita e ferrita calculada a partir dos picos detectados das fases com deformação aplicada acima da temperatura Ae_3 .

4.4 Análises Microestruturais

Embora os resultados da difração de raios X sejam uma evidência inequívoca de que o fenômeno da TD realmente ocorre acima do Ae_3 dentro do campo da fase austenita, nesta investigação, simulações termomecânicas foram extensivamente repetidas a fim de resfriar bruscamente as amostras em quantidades específicas de deformações aplicadas. Aqui, as amostras foram temperadas com água logo após as deformações de 0,1, 0,2 e 0,3 para posterior análise microscópica. Para garantir que nenhuma ferrita foi formada durante o resfriamento a partir da temperatura testada acima do Ae_3 , foi calculado um diagrama de transformação de resfriamento contínuo (TRC) com tamanhos de grão de austenita de 23 μm , veja a Figura 4.6, para uma noção de quão rápido as amostras devem ser temperadas. Este gráfico foi gerado usando o módulo Fe Alloys do software JMatPro 11.2. De acordo com a curva TRC do aço investigado, são necessários aproximadamente 2 segundos de 895°C a aproximadamente 650°C para iniciar a formação de 1,0% de ferrita. No presente estudo, o resfriamento da temperatura testada até a temperatura ambiente demorou menos de 1 s. Isto significa que a fase ferrita observada e medida nesta investigação foi exclusivamente devida à deformação aplicada acima do Ae_3 . Além disso, para a formação de ferrita durante o resfriamento abaixo do Ae_3 , é necessário um mecanismo difusional para permitir a partição do Mn e Si entre as fases austenita e ferrita e requer tempos muito mais longos, de cerca de 8 a 10 s [24,29,46]. Aqui, o tempo de têmpera foi suficientemente rápido para evitar a formação de ferrita por mecanismos difusionais [42,43].

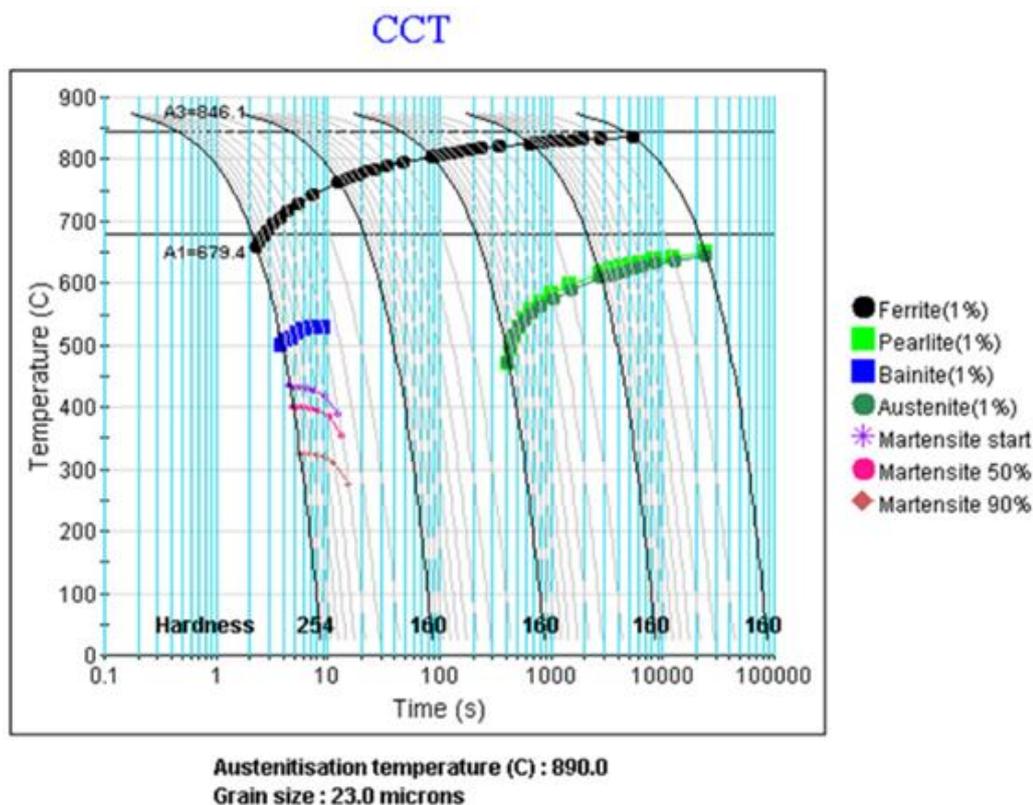


Figura 4.6. Diagrama calculado de transformação de resfriamento contínuo (TRC) do aço investigado temperado de 890 °C até a temperatura ambiente e tamanho de grão proposto de 23 μm .

4.4.1 Microscopia óptica

Os resultados da microestrutura óptica das amostras temperadas logo após a deformação de 0,1, 0,2 e 0,3 são exibidos na Figura 4.7a), b) e c), respectivamente. A fração volumétrica de ferrita calculada a partir das imagens ópticas, utilizando metodologia já utilizada em diversas publicações [35,37,38], está representada na Figura 4.7d). Algumas manchas relacionadas à morfologia da ferrita estão destacadas nas fotos. Pode-se observar que esta fase ferrita tem o formato de blocos amarelos enquanto a martensita ripada ou bainita (pré-austenita) é verde e/ou escura. Pode-se observar que a ferrita já está presente após 0,1 (Fig.4.7a) e isso se torna mais pronunciado à medida que a deformação aumenta para 0,2 (Fig.4.7b) e 0,3 (Fig.4.7c). O gráfico da fração volumétrica (Fig.4.7d) mostra valores semelhantes de quantidade de ferrita quando comparado à fração calculada a partir do XRD, ver Figura 4.5.

Esses resultados confirmam que a fração volumétrica da ferrita TD aumentou progressivamente com a deformação durante o experimento de tração.

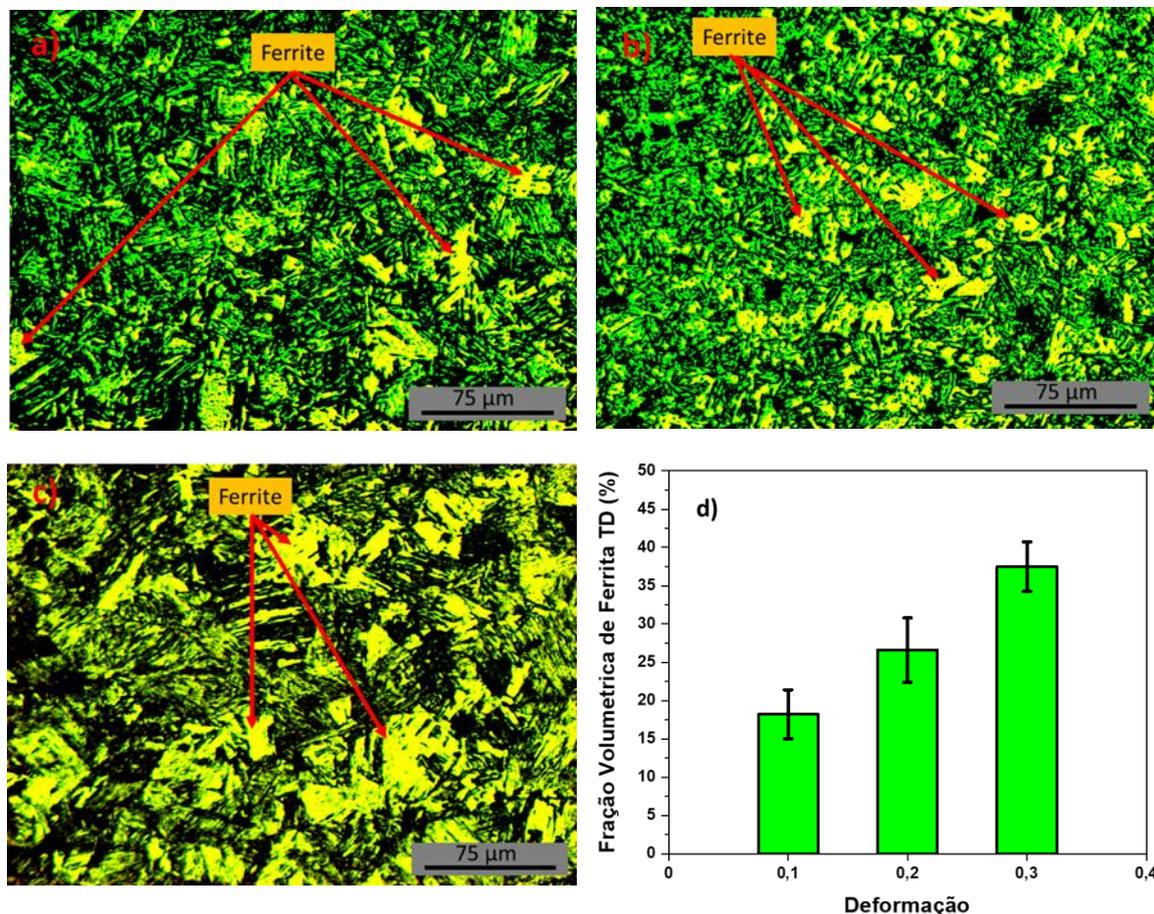


Figura 4.7. Microestruturas ópticas do material testado submetido à deformação e temperado logo após deformação equivalente de a) 0,1, b) 0,2, c) 0,3 e d) cálculo da fração volumétrica a partir das simulações. As regiões amarelas claras são ferrita, enquanto as regiões verdes e/ou escuras são martensita ou bainita (austenita anterior).

4.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microestrutura da microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras de tração realizadas sobre a superfície normal após deformações de 0,1, 0,2 e 0,3 são apresentadas na Figura 4.8a), b) e c), respectivamente. Como mencionado aqui, a ferrita é formada primeiro como placas de ferrita de Widmanstätten na deformação crítica para DT e após a continuação da

deformação, esta coalescência em grãos de ferrita poligonais [29,31,34]. A maior parte da ferrita é representada como uma forma poligonal cercada por austenita anterior que foi transformada em martensita ou bainita durante o resfriamento rápido. Essas características são destacadas por setas nas imagens expandidas de amostras temperadas após deformações 0,1, 0,2 e 0,3 acima da temperatura Ae_3 .

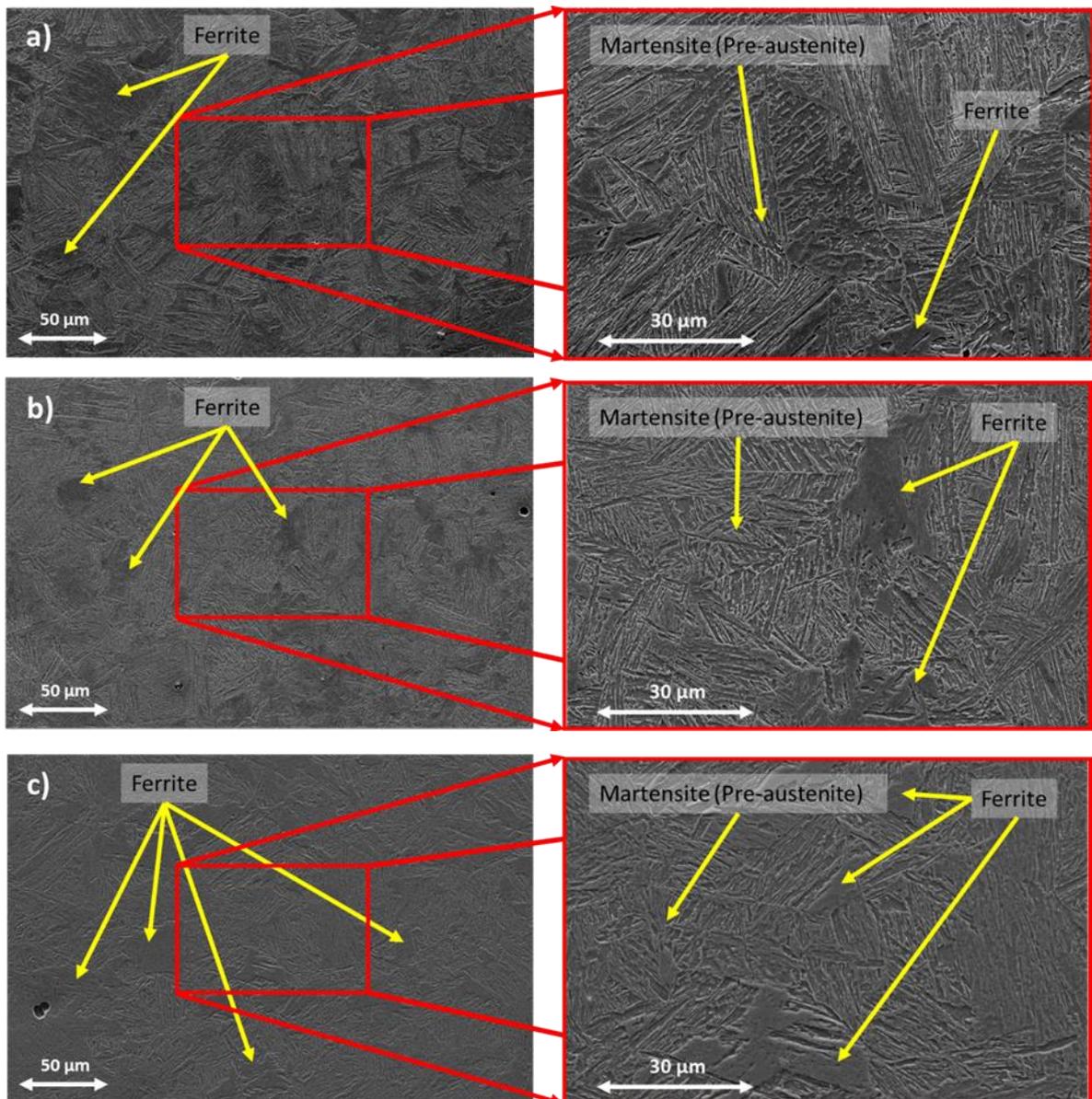


Figura 4.8. Microestrutura dos corpos de prova submetidos a deformações a) 0,1, b) 0,2 e b) 0,3 durante as simulações. As imagens mostram a presença de ferrita (em sua maioria de forma poligonal) e martensita ou bainita (austenita anterior).

4.4.3 Mapas de orientação

Os mapas de orientação dos diferentes corpos de prova ao longo da TD, após os ensaios de tração, são mostrados na Figura 4.9. Estes foram retirados do corpo de prova de tração na região mostrada na Figura 3.1. Aqui, RD representa a direção de laminação do ensaio de tração, enquanto TD e ND são as direções transversal e normal, respectivamente. Os grãos de ferrita aparecem como pequenas formas quase poligonais coalescidas que foram produzidas pelo processo TD. Algumas regiões que representam a martensita (pré-austenita) são representadas na forma de pequenas ripas alinhadas paralelamente dentro da estrutura com blocos irregulares.

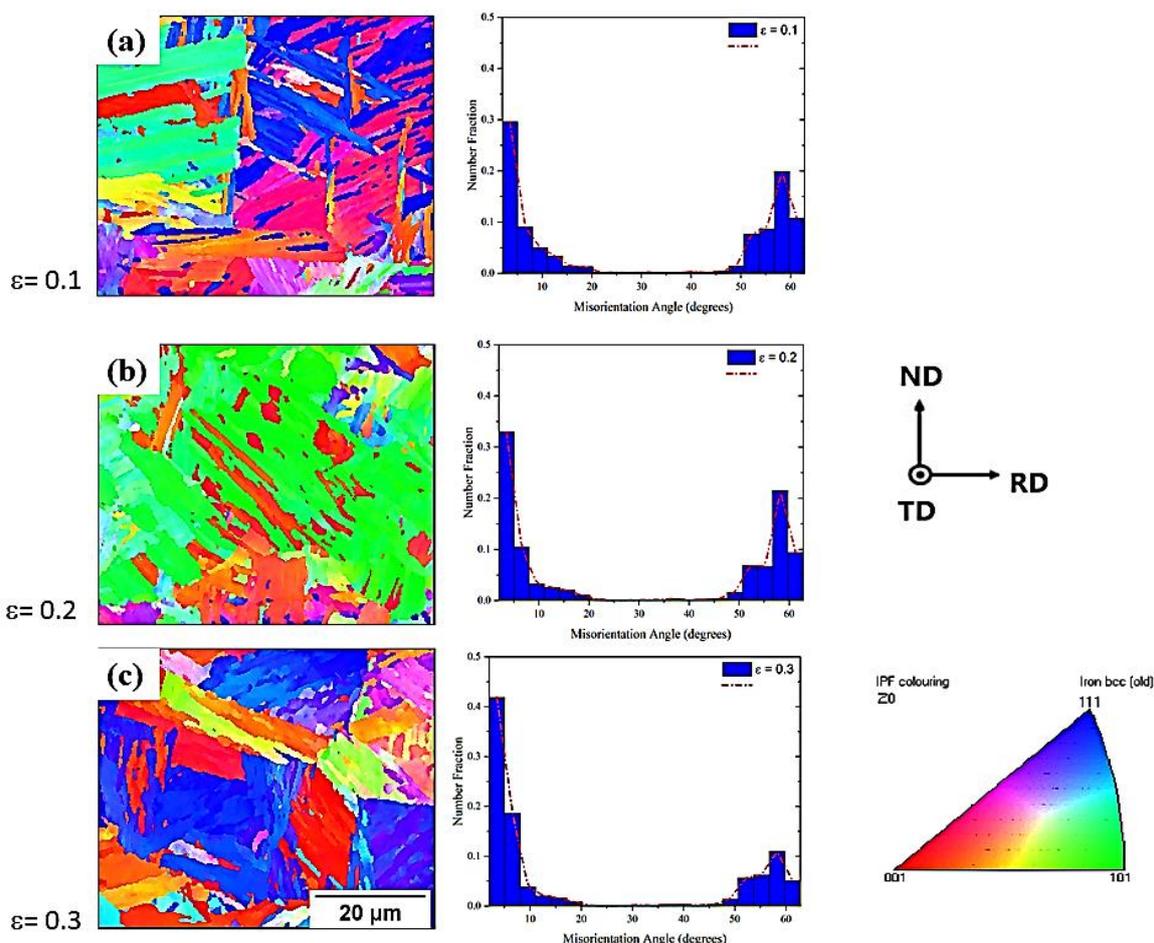


Figura 4.9. Mapas EBSD de figuras polares de orientação colorida inversa (IPF) das amostras temperadas após o ensaio de tração. (a) deformação de 0,1, (b) deformação de 0,2 e (c) deformação de 0,3).

Todos os grãos deformados ficaram paralelos à direção da tensão de tração, e as maiores deformações ocorreram na amostra com $\epsilon = 0,3$. Também é possível observar a mudança na orientação planar dos grãos nas três diferentes condições. À medida que a deformação aumenta, as transformações da ferrita aumentam e, conseqüentemente, a desorientação dos grãos varia entre os planos $\langle 101 \rangle$ a $\langle 111 \rangle$. As distribuições das desorientações dos limites de grão das três amostras também são mostradas. A deformação por tração fez com que a fração dos limites dos baixos ângulos de contornos de grãos (LAGBs) aumentasse. Este aumento nos LAGBs pode ser um indicativo do aumento de novos grãos. Uma característica cristalográfica comum é o desaparecimento de desorientações em uma faixa aproximada de 20° a 47° , ver Figura 4.9, que é consequência da transformação da austenita em ferrita e das diferentes variantes de ferrita formadas a partir da mesma estrutura de austenita [62,63]. Segundo Nafisi et al. [64] somente quando os grãos de ferrita recém-formados de diferentes grãos de austenita parente entram em contato podem apresentar ângulos de desorientação na faixa de 20° a 47° . Com a duração da deformação, os grãos são alongados, e ocorrem deformações compatíveis entre os diferentes grãos, e ambas induzem um aumento na anisotropia dos grãos. Isto significa que as orientações dos grãos estarão ao longo da direção da deformação, indicando uma diminuição nas desorientações entre os grãos. A formação e movimentação das discordâncias nos grãos levam à formação de subgrãos, o que resulta no aumento de LAGBs [63,65].

4.4.4 Mapas de desorientação média do kernel (KAM)

A Figura 4.10 mostra uma representação esquemática da abordagem KAM para as amostras deformadas por ensaios de tração. A desorientação média entre um ponto específico e todos os pontos no núcleo ou no perímetro do núcleo é calculada com a condição de que as desorientações que excedam um determinado valor limitem sejam excluídas [47,54,66,67]. O método KAM é empregado para estabelecer o tamanho do grão, contando com um ângulo específico dos limites dos grãos e uma variedade de tamanhos de passo. Neste estudo, os cálculos dos valores de KAM levaram em

consideração até o terceiro vizinho mais próximo (tamanho do passo), e foi aplicado um ângulo limite de 5° .

Utilizando os critérios acima, foi estudado o processo de recuperação dinâmica das duas fases. Sabe-se que a ferrita possui maior energia de falha de empilhamento (SFE) [68,69] do que a austenita, o que tornaria a recuperação dinâmica mais fácil quando ela fosse ainda mais deformada para uma deformação mais alta ($\varepsilon = 0,3$). Isto leva a uma menor densidade de LAGBs dentro dos grãos de ferrita, o que por sua vez leva a uma menor desorientação dentro do grão, conforme confirmado no mapa KAM mostrado na Figura 4.10. Como mostrado na Figura 4.10(a), a maioria dos grãos tem um KAM entre $1,5^\circ$ – 3° , significando a presença de martensita devido à austenita não transformada. A Figura 4.10 mostra a fração aproximada de ferrita (valores KAM $< 1,5^\circ$) [70].

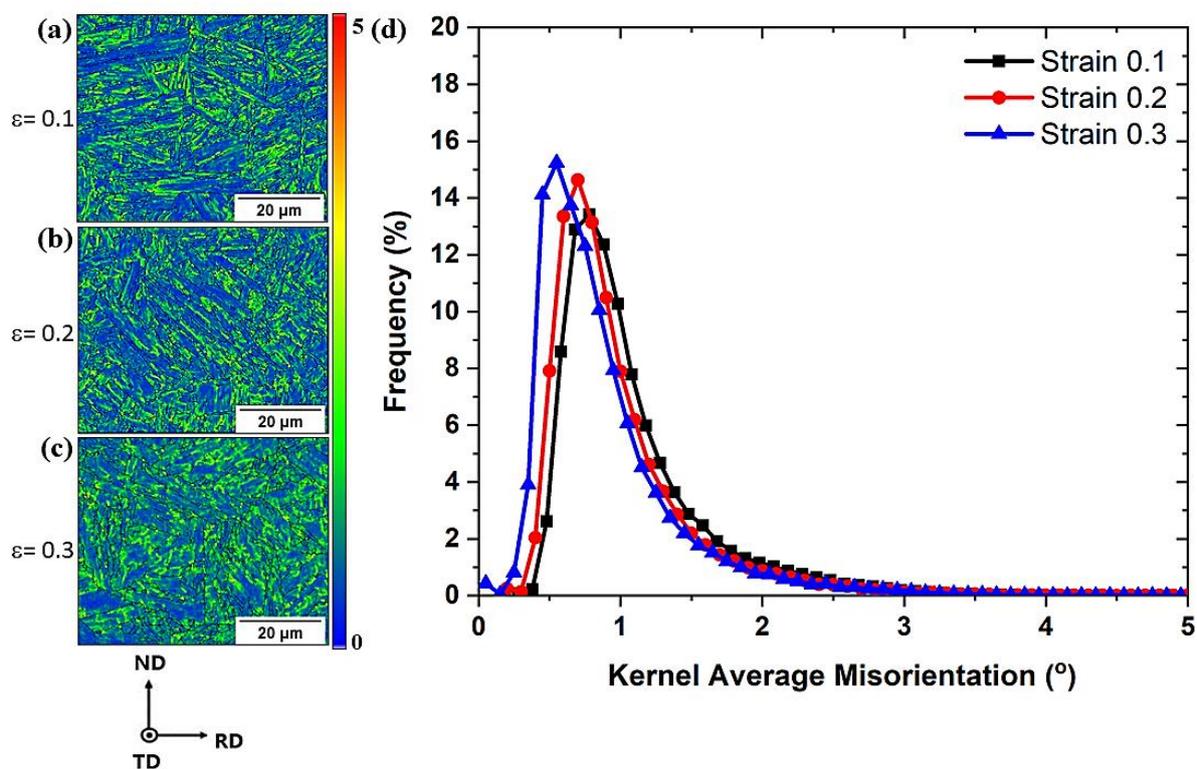


Figura 4.10. Mapa de desorientação média do kernel (KAM) para amostras (a) $\varepsilon = 0,1$, (b) $\varepsilon = 0,2$ e (c) $\varepsilon = 0,3$ amostras.

4.4.5 Mapas de Banda de Contraste (BC)

Os resultados das análises dos mapas de banda de contraste (BC) das amostras deformadas são mostrados na Figura 4.11 (a), (c) e (e), enquanto os gráficos gaussianos dos valores calculados a partir dos mapas BC são mostrados na Figura 4.11 (b), (d) e (f) para deformações de 0,1, 0,2 e 0,3, respectivamente. É bem sabido que a BC é baseado no padrão Kikuchi, onde as intensidades de difração da ferrita e da bainita (ou martensita) são diferentes [71,72]. A fase pré-austenita apresenta maiores imperfeições de rede, que apresentam menor intensidade do padrão de difração e conseqüentemente levam a uma BC menor do que para a ferrita. Aqui, os pontos críticos de referência entre a ferrita e a fase pré-austenita da BC são mostrados na área que se sobrepõe dentro do gráfico, ver Figura 4.11 (b), (d) e (f). A distribuição de bainita (pico vermelho) e ferrita TD (pico verde) é exibida e, à medida que a deformação aumenta, a área sob a fase ferrita aumenta. Isto deve estar associado à recuperação da ferrita TD recém-formada, que leva a um menor grau de imperfeições na rede, refletindo tons mais brilhantes nos mapas de BC, pois possuem valores de BC mais altos [73]. Aqui, esta técnica também é uma ferramenta para prova qualitativa de que a ferrita TD foi formada acima da temperatura Ae_3 sob deformação, o que concorda com a difração de raios X in-situ [74].

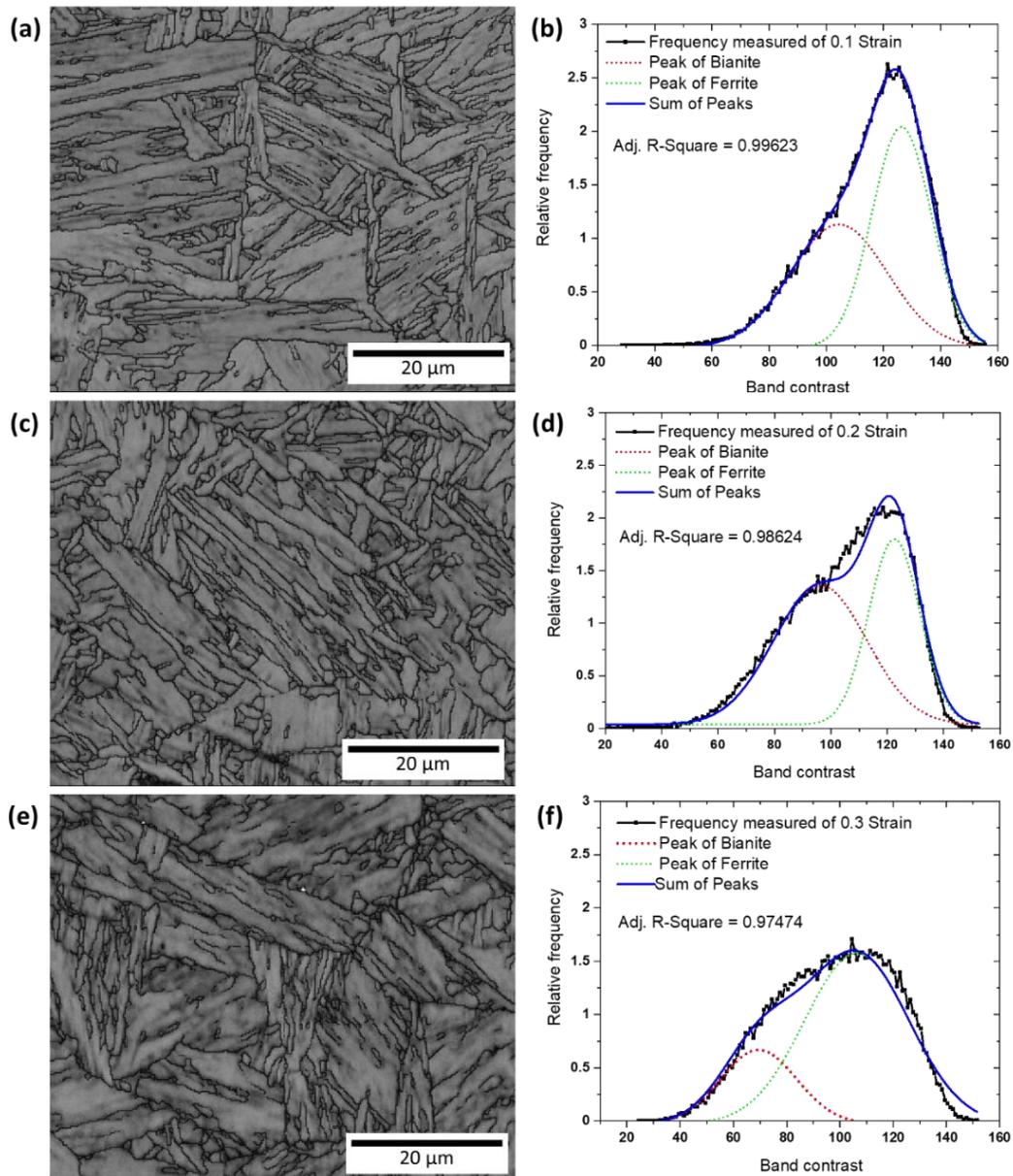


Figura 4.11. Contraste da banda EBSD (BC) das amostras deformadas em (a) $\epsilon = 0,1$, (c) $\epsilon = 0,2$ e (e) $\epsilon = 0,3$ e gráficos gaussianos das respectivas deformações (b), (d) e (f).

4.4.6 Microtextura

A Figura 4.12 mostra as seções constantes $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$ das funções de distribuição de orientação (ODFs) das amostras investigadas neste estudo. Com o aumento da deformação e da tensão de tração, as intensidades texturizadas das fibras Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ e γ $\{111\}\langle uvw\rangle$ aumentam acentuadamente. Os componentes $\{110\}\langle 001\rangle$, a textura inicialmente mais fraca no aço com menor deformação, fortaleceram-se acentuadamente durante os testes de tração. Além disso, a intensidade máxima da textura cúbica na amostra com $\epsilon=0,1$ foi 6 e aumentou para cerca de 12 nas amostras com maiores deformações. Além disso, o reforço da componente $\gamma\{111\}\langle uvw\rangle$ foi obviamente maior à medida que aumentamos a deformação gerando uma maior quantidade de ferrita (o que está de acordo com a Figura 4.7b) durante a deformação por tração. A orientação $\langle 110\rangle$ para ferrita CCC é a orientação final usual seguindo o eixo de tração após alta deformação de tração e, portanto, foi observado o reforço do componente $\{hkl\}\langle 110\rangle$ na ferrita CCC. Masoumi et al. [75] consideraram o efeito da espessura do aço API X70 na heterogeneidade da textura e mostraram que a textura (001) dominou na camada central, enquanto a textura $\{110\}$ e o componente DN foram desenvolvidos na camada superficial.

Deve-se notar que a área transversal central analisada a partir das amostras foi realizada durante a varredura EBSD. Sabe-se que para uma recristalização completa da austenita, a textura do cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ é transformada principalmente em $\{001\}\langle 110\rangle$ cubo fiado em ferrita enquanto a textura contém latão $\{110\}\langle 112\rangle$, cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{255\}\langle 511\rangle$ e S $\{123\}\langle 634\rangle$, juntamente com um Goss $\{110\}\langle 001\rangle$, serão desenvolvidos se a austenita não for capaz de recristalizar completamente durante ou após a deformação [76,77]. Assim, podemos sugerir uma etapa de transição de textura entre os itens (b) a (d) da Figura 14. A amostra com maior deformação apresentou comportamento mais pronunciado que a amostra com $\epsilon=0,2$. Com a modificação da textura no sentido de formação da fibra gama γ $\{111\}\langle UVW\rangle$ e cubo girado $\{001\}\langle 110\rangle$, o que é um forte indício de maior presença de

Ferrita na amostra [78]. Conforme mostrado no ODF e no gráfico, a intensidade do componente do cubo girado $\{001\}\langle 110 \rangle$ é significativamente alta. Isto mostra a presença de alguns grãos cúbicos girados como resultado da recristalização dinâmica após a operação de deformação, indicativo de uma maior formação da fase Ferrita em comparação com corpos de prova com deformação $\varepsilon = 0,2$.

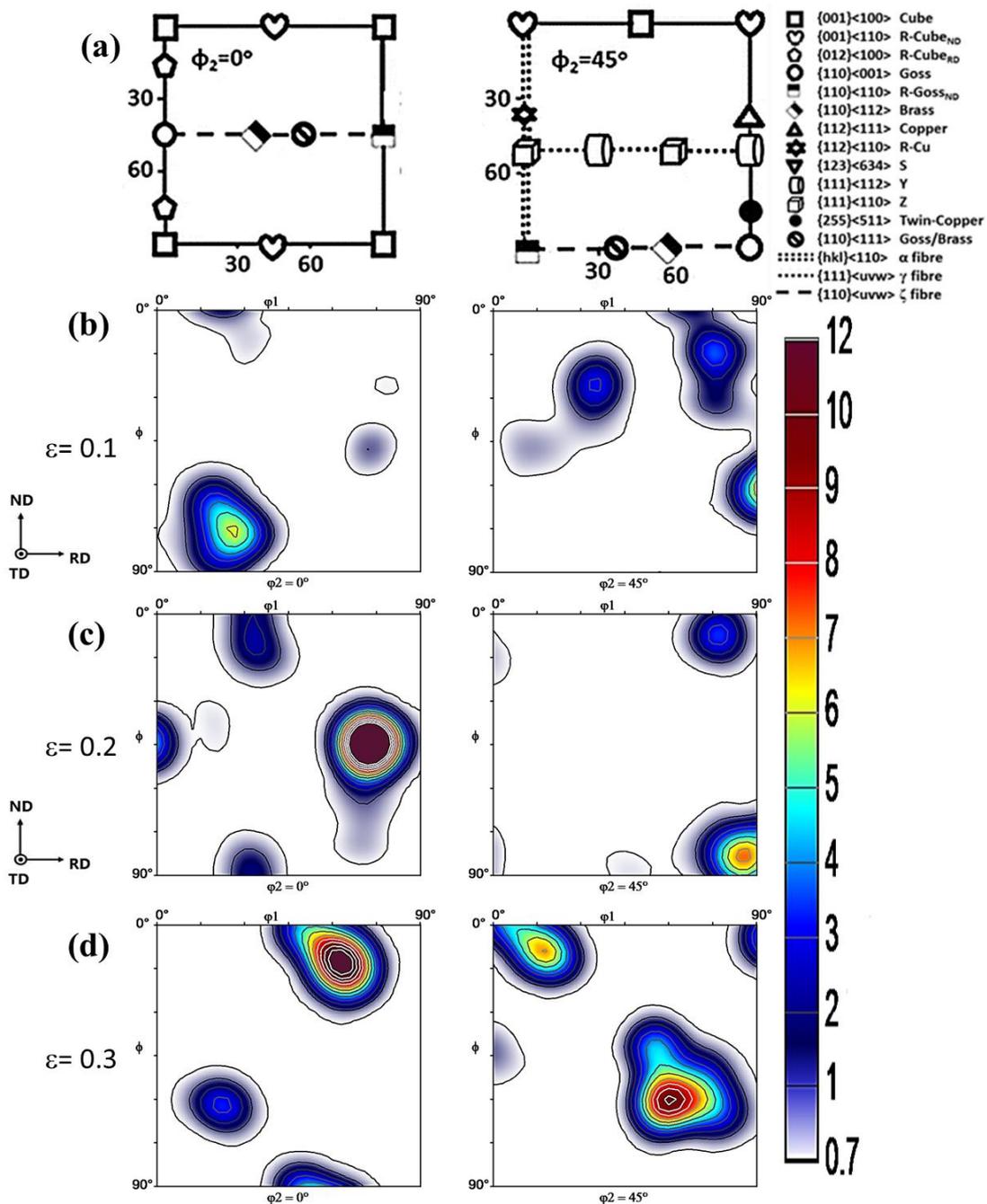


Figura 4.12 - Seções do ODF correspondentes a $\phi_2 = 0$ e 45 graus para o aço X70. (a) legendas para componentes de textura ideais correspondentes à seção ODF selecionada [74], (b) amostra $\epsilon = 0,1$, (c) amostra $\epsilon = 0,2$ (d) amostra $\epsilon = 0,3$.

5 CONCLUSÕES

Na presente investigação, a ocorrência de TD durante simulações de ensaios de tração foi realizada acima da temperatura Ae_3 em um simulador termomecânico Gleeble. Este equipamento foi acoplado a uma luz sincontrol de difração de raios X in situ. Os corpos de prova foram posteriormente analisados por meio de caracterização microestrutural. Isso levou às seguintes conclusões:

1. Os picos de ferrita e austenita dos padrões de difração de raios X apareceram exatamente dentro de seus campos de fase de acordo com o diagrama de fases de equilíbrio do material durante o tratamento térmico da amostra antes da aplicação da deformação sobre a amostra tensionada.

2. As medições de difração de raios X revelaram que a transformação dinâmica ocorre acima do Ae_3 durante o teste de tração a quente, pois os planos de ferrita (110) e (200) foram representados durante a deformação.

3. Imagens ópticas e MEV obtidas de têmpera rápida confirmam a presença de blocos de ferrita poligonal circundados pela microestrutura de pré-austenita transformada em martensita ou bainita.

4. Imagens de EBSD da evolução microestrutural confirmam que ocorreu recristalização parcial dinâmica durante o teste de tensão-deformação. Foi possível distinguir as fases pela análise KAM e Banda de contraste. Maiores valores de ângulo KAM são atribuídos à fase martensítica, por ser uma transformação conhecida por gerar maior tensão residual nas amostras. Para

valores menores que $1,5^\circ$ de ângulo, podemos observar a formação de ferrita por transformação dinâmica.

5. O resultado de microtextura obtido por EBSD mostra que os principais componentes de textura nas amostras investigadas são Cubo, Goss, Latão, S, Cobre, Cubo R e fibra γ $\{111\}\langle uvw \rangle$. Com o aumento da deformação por tração, as intensidades do cubo girado e das texturas da fibra γ aumentam acentuadamente, e o deslizamento do componente (111) é dominante na textura da fibra γ durante a deformação por tração. Os grãos são orientados para o $\{001\}$ ND com uma propagação para o $\{111\}$ ND.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), da Fundação de Amparo à Pesquisa e Amparo do Maranhão (FAPEMA), da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior-Brasil (CAPES), do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) em Campinas-Brasil, Dynamic System Inc. (Gleeble) e PRPGI no IFMA.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] S. Vervynckt, K. Verbeken, B. Lopez, J.J. Jonas, Modern HSLA steels and role of non-recrystallisation temperature, *International Materials Reviews* 57 (2012) 187–207.
<https://doi.org/10.1179/1743280411Y.0000000013>.
- [2] C. Cohen, S. Hansen, On the Fundamentals of HSLA Steels, in: *HSLA Steels. Metallurgy and Applications, Conference Proceeding*, ASM International, Beijing, 1985: pp. 61–71.
- [3] R.H. Petrov, J.J. Jonas, L.A.I. Kestens, J.M. Gray, Microstructure and Texture Development in Pipeline Steels, in: *Oil and Gas Pipelines*, Wiley, 2015: pp. 157–186. <https://doi.org/10.1002/9781119019213.ch10>.
- [4] J.J. Jonas, Effect of Interpass Time on the Hot Rolling Behaviour of Microalloyed Steels, *Materials Science Forum* 284–286 (1998) 3–14.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.284-286.3>.
- [5] R.C. Souza, E.S. Silva, A.M. Jorge, J.M. Cabrera, O. Balancin, Dynamic recovery and dynamic recrystallization competition on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial: Influence of strain rate and temperature, *Materials Science and Engineering: A* 582 (2013) 96–107.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.037>.
- [6] A. Yoshie, T. Fujita, M. Fujioka, K. Okamoto, H. Morikawa, Formulation of Flow Stress of Nb Added Steels by Considering Work-hardening and Dynamic Recovery., *ISIJ International* 36 (1996) 467–473.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.36.467>.
- [7] S.F. Medina, C.A. Hernandez, Modelling of the dynamic recrystallization of austenite in low alloy and microalloyed steels, *Acta Mater* 44 (1996) 165–171. [https://doi.org/10.1016/1359-6454\(95\)00154-6](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00154-6).

- [8] J.J. Jonas, X. Quelennec, L. Jiang, É. Martin, The Avrami kinetics of dynamic recrystallization, *Acta Mater* 57 (2009) 2748–2756.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.02.033>.
- [9] M.-S. Chen, Y.C. Lin, X.-S. Ma, The kinetics of dynamic recrystallization of 42CrMo steel, *Materials Science and Engineering: A* 556 (2012) 260–266. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.084>.
- [10] G.A. de Sousa Sulzbach, M.V. Goncalves Rodrigues, S.F. Rodrigues, G.M.E. Macedo, H.F. Gomes de Abreu, C. Aranas, G.S. Reis, E.S. Silva, Constitutive analysis of stress–strain curves in dynamic softening of high Nb- and N-containing austenitic stainless-steel biomaterial, *Journal of Materials Research and Technology* 19 (2022) 4939–4956.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.07.036>.
- [11] E.R. Sá, S.F. Rodrigues, C. Aranas, F. Siciliano, G.S. Reis, J.-M. Cabrera-Marrero, E.S. Silva, Softening-precipitation interaction in a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel under stress relaxation, *Journal of Materials Research and Technology* 9 (2020) 7807–7816.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.05.066>.
- [12] Iron-Carbon Phase Diagrams, in: *Heat Treating of Irons and Steels*, ASM International, 2014: pp. 543–544.
<https://doi.org/10.31399/asm.hb.v04d.a0005995>.
- [13] C. Aranas, I.-H. Jung, S. Yue, S.F. Rodrigues, J.J. Jonas, A metastable phase diagram for the dynamic transformation of austenite at temperatures above the A_{e3} , *International Journal of Materials Research* 107 (2016) 881–886. <https://doi.org/10.3139/146.111415>.
- [14] R.W.K. Honeycombe, R.F. Mehl, Transformation from austenite in alloy steels, *Metallurgical Transactions A* 7 (1976) 915–936.
<https://doi.org/10.1007/BF02644057>.

- [15] H.K.D.H. Bhadeshia, Diffusional formation of ferrite in iron and its alloys, *Prog Mater Sci* 29 (1985) 321–386. [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(85\)90004-0](https://doi.org/10.1016/0079-6425(85)90004-0).
- [16] H.K.D.H. Bhadeshia, D. V. Edmonds, Bainite in silicon steels: new composition–property approach Part 1, *Metal Science* 17 (1983) 411–419. <https://doi.org/10.1179/030634583790420600>.
- [17] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, P. Brown, Very strong low temperature bainite, *Materials Science and Technology* 18 (2002) 279–284. <https://doi.org/10.1179/026708301225000725>.
- [18] c. H. Young, H.K.D.H. Bhadeshia, Strength of mixtures of bainite and martensite, *Materials Science and Technology* 10 (1994) 209–214. <https://doi.org/10.1179/mst.1994.10.3.209>.
- [19] H. Dong, X. Sun, Deformation induced ferrite transformation in low carbon steels, *Curr Opin Solid State Mater Sci* 9 (2005) 269–276. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2006.02.014>.
- [20] I. Tamura, H. Sekine, T. Tanaka, Thermomechanical processing of high-strength low-alloy steels, Butterworth-Heinemann, 2013.
- [21] R. Priestner, P.D. Hodgson, Ferrite grain coarsening during transformation of thermomechanically processed C–Mn–Nb austenite, *Materials Science and Technology* 8 (1992) 849–854. <https://doi.org/10.1179/mst.1992.8.10.849>.
- [22] P.D. Hodgson, M.R. Hickson, R.K. Gibbs, The Production and Mechanical Properties of Ultrafine Ferrite, *Materials Science Forum* 284–286 (1998) 63–72. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.284-286.63>.
- [23] Y. MATSUMURA, H. YADA, Evolution of ultrafine-grained ferrite in hot successive deformation., *Transactions of the Iron and Steel Institute of*

- Japan 27 (1987) 492–498.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.27.492>.
- [24] H. Yada, Y. Matsumura, T. Senuma, A New Thermomechanical Heat Treatment for Grain Refining in Low Carbon Steels, in: Proceedings of the 1st Conference on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals, ISIJ, THERMEC-88, 1988: pp. 200–207.
- [25] H. Yada, C.-M. Li, H. Yamagata, Dynamic γ - α Transformation during Hot Deformation in Iron-Nickel-Carbon Alloys., ISIJ International 40 (2000) 200–206.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.40.200>.
- [26] Y. Chen, Q. Chen, Dilatometric investigation on isothermal transformation after hot deformation, Journal of Iron and Steel Research International 10 (2003) 46–48.
- [27] Z. Liu, D. Li, S. Lu, G. Qiao, Thermal Stability of High Temperature Deformation Induced Ferrite in a Low Carbon Steel, ISIJ International 47 (2007) 289–293. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.47.289>.
- [28] X. Sun, H. Luo, H. Dong, Q. Liu, Y. Weng, Microstructural Evolution and Kinetics for Post-dynamic Transformation in a Plain Low Carbon Steel, ISIJ International 48 (2008) 994–1000.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.48.994>.
- [29] V. V. Basabe, J.J. Jonas, C. Ghosh, Formation of Widmanstätten Ferrite in a 0.036% Nb Low Carbon Steel at Temperatures Above the Ae_3 , Steel Res Int 85 (2014) 8–15. <https://doi.org/10.1002/srin.201200226>.
- [30] C. Ghosh, V. V. Basabe, J.J. Jonas, Y.-M. Kim, I.-H. Jung, S. Yue, The dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae_3 , Acta Mater 61 (2013) 2348–2362.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.01.006>.

- [31] C. Ghosh, C. Aranas, J.J. Jonas, Dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the A_{e3} , *Prog Mater Sci* 82 (2016) 151–233. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.04.004>.
- [32] J.J. Jonas, C. Ghosh, X. Quelennec, V. V. Basabe, The Critical Strain for Dynamic Transformation in Hot Deformed Austenite, *ISIJ International* 53 (2013) 145–151. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.145>.
- [33] C. Ghosh, V. V. Basabe, J.J. Jonas, Thermodynamics of dynamic transformation of hot deformed austenite in four steels of increasing carbon contents, *Materials Science and Engineering: A* 591 (2014) 173–182. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.077>.
- [34] R. Grewal, C. Aranas, K. Chadha, D. Shahriari, M. Jahazi, J.J. Jonas, Formation of Widmanstätten ferrite at very high temperatures in the austenite phase field, *Acta Mater* 109 (2016) 23–31. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.062>.
- [35] C. Aranas, J.J. Jonas, Effect of Mn and Si on the dynamic transformation of austenite above the A_{e3} temperature, *Acta Mater* 82 (2015) 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.08.060>.
- [36] Jr., C. Aranas, T. Wang, J.J. Jonas, Effect of Interpass Time on the Dynamic Transformation of a Plain C–Mn and a Nb Microalloyed Steel, *ISIJ International* 55 (2015) 647–654. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.647>.
- [37] T.B. Carneiro, S.F. Rodrigues, C. Aranas, F. Siciliano, E.S. Silva, G.S. Reis, E.J.P. Miranda, V.S. Leal, M. Jahazi, J.J. Jonas, Retransformation of dynamically induced ferrite during physical simulation of Steckel mill hot rolling, *Journal of Materials Research and Technology* 9 (2020) 10254–10264. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.07.042>.
- [38] H.B. Palhano, C. Aranas, S.F. Rodrigues, E.S. Silva, G.S. Reis, E.J.P. Miranda, F. Siciliano, J.J. Jonas, Strain-Induced Ferrite Formation During

- Steckel Mill Simulations with Varying Roughing Pass Schedules, *Metals (Basel)* 9 (2019) 814. <https://doi.org/10.3390/met9080814>.
- [39] C. Aranas, F. Siciliano, S.F. Rodrigues, J. Pasco, E.J.P. Miranda, J.J. Jonas, Thermomechanical and thermodynamic behavior of deformed austenite in four different steel grades, *Journal of Materials Research and Technology* 11 (2021) 1911–1916. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.02.034>.
- [40] C. Aranas, S.F. Rodrigues, R. Grewal, J.J. Jonas, Ferrite formation above the A_{e3} temperature during the torsion simulation of strip rolling, *ISIJ International* 55 (2015). <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-320>.
- [41] S.F. Rodrigues, C. Aranas Jr, T. Wang, J.J. Jonas, Dynamic Transformation of an X70 Steel under Plate Rolling Conditions, *ISIJ International* 57 (2017) 162–169. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-439>.
- [42] S.F. Rodrigues, C. Aranas Jr., J.J. Jonas, Retransformation Behavior of Dynamically Transformed Ferrite during the Simulated Plate Rolling of a Low C and an X70 Nb Steel, *ISIJ International* 57 (2017) 929–936. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-692>.
- [43] S.F. Rodrigues, C. Aranas, F. Siciliano, J.J. Jonas, Dynamic Transformation during the Simulation of Plate Rolling in an X70 Steel, *Steel Res Int* 88 (2017) 1600388. <https://doi.org/10.1002/srin.201600388>.
- [44] S.F. Rodrigues, C. Aranas, B. Sun, F. Siciliano, S. Yue, J.J. Jonas, Effect of Grain Size and Residual Strain on the Dynamic Transformation of Austenite under Plate Rolling Conditions, *Steel Res Int* 89 (2018). <https://doi.org/10.1002/srin.201700547>.
- [45] D.N. Hanlon, J. Sietsma, S. van der Zwaag, The Effect of Plastic Deformation of Austenite on the Kinetics of Subsequent Ferrite

- Formation., ISIJ International 41 (2001) 1028–1036.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.1028>.
- [46] S.F. Rodrigues, C. Aranas Jr., J.J. Jonas, Dynamic Transformation during the Simulated Plate Rolling of a 0.09% Nb Steel, ISIJ International 57 (2017) 1102–1111. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-678>.
- [47] K. Chadha, Z. Ahmed, C. Aranas, D. Shahriari, M. Jahazi, Influence of strain rate on dynamic transformation of austenite in an as-cast medium-carbon low-alloy steel, Materialia (Oxf) 1 (2018) 155–167.
<https://doi.org/10.1016/j.mtla.2018.04.006>.
- [48] J.C. Ferreira, F.R. de Sousa Machado, C. Aranas, F. Siciliano, J. Pasco, G.S. Reis, E.J. Pedrosa de Miranda, A.E. Macêdo Paiva, S.F. Rodrigues, Physical Simulation Based on Dynamic Transformation Under Hot Plate Rolling of a Nb-Microalloyed Steel, Front Mater 8 (2021).
<https://doi.org/10.3389/fmats.2021.716967>.
- [49] S. Rodrigues, F. Siciliano, C. Aranas, E. Silva, G. Reis, M. Jahazi, J. Jonas, Dynamic Phase Transformation Behavior of a Nb-microalloyed Steel during Roughing Passes at Temperatures above the Ae3, Metals (Basel) 9 (2019) 334. <https://doi.org/10.3390/met9030334>.
- [50] C. Aranas, S. Rodrigues, A. Fall, M. Jahazi, J. Jonas, Determination of the Critical Stress Associated with Dynamic Phase Transformation in Steels by Means of Free Energy Method, Metals (Basel) 8 (2018) 360.
<https://doi.org/10.3390/met8050360>.
- [51] A. Shibata, Y. Takeda, N. Park, L. Zhao, S. Harjo, T. Kawasaki, W. Gong, N. Tsuji, Nature of dynamic ferrite transformation revealed by in-situ neutron diffraction analysis during thermomechanical processing, Scr Mater 165 (2019) 44–49. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.02.017>.

- [52] C. Aranas, S. Rodrigues, F. Siciliano, J. Jonas, In-situ X-ray diffraction evidence of dynamic transformation of austenite to ferrite during hot compression test in the single austenite phase field, *Scr Mater* 177 (2020) 86–90. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.10.008>.
- [53] C.W. Bale, E. Bélisle, P. Chartrand, S.A. Deckerov, G. Eriksson, K. Hack, I.-H. Jung, Y.-B. Kang, J. Melançon, A.D. Pelton, C. Robelin, S. Petersen, FactSage thermochemical software and databases — recent developments, *Calphad* 33 (2009) 295–311. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2008.09.009>.
- [54] K. Chadha, C. Aranas, D. Shahriari, M. Jahazi, J.G. Spray, The Effect of Retained Work Hardening on the Driving Force for Dynamic Transformation, *Metallurgical and Materials Transactions A* 51 (2020) 5617–5622. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05975-y>.
- [55] E.I. Poliak, J.J. Jonas, Critical Strain for Dynamic Recrystallization in Variable Strain Rate Hot Deformation, *ISIJ International* 43 (2003) 692–700. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.692>.
- [56] E.I. Poliak, J.J. Jonas, A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization, *Acta Mater* 44 (1996) 127–136. [https://doi.org/10.1016/1359-6454\(95\)00146-7](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00146-7).
- [57] T. Ungár, Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening, *Scr Mater* 51 (2004) 777–781. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.05.007>.
- [58] L. Zhao, N. Park, Y. Tian, A. Shibata, N. Tsuji, Dynamic Transformation Mechanism for Producing Ultrafine Grained Steels, *Adv Eng Mater* 20 (2018). <https://doi.org/10.1002/adem.201701016>.
- [59] A.K. De, D.C. Murdock, M.C. Mataya, J.G. Speer, D.K. Matlock, Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304

- stainless steel by X-ray diffraction, *Scr Mater* 50 (2004) 1445–1449.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.03.011>.
- [60] Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang, L. Zuo, Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 552 (2012) 514–522. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.080>.
- [61] R.T. Smith, T. Lolla, D. Gandy, L. Wu, G. Faria, A.J. Ramirez, S.S. Babu, P.M. Anderson, In situ X-ray diffraction analysis of strain-induced transformations in Fe- and Co-base hardfacing alloys, *Scr Mater* 98 (2015) 60–63. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.11.003>.
- [62] X.-L. Yang, Y.-B. Xu, X.-D. Tan, D. Wu, Relationships among crystallographic texture, fracture behavior and Charpy impact toughness in API X100 pipeline steel, *Materials Science and Engineering: A* 641 (2015) 96–106. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.06.029>.
- [63] M. Díaz-Fuentes, A. Iza-Mendia, I. Gutiérrez, Analysis of different acicular ferrite microstructures in low-carbon steels by electron backscattered diffraction. Study of their toughness behavior, *Metallurgical and Materials Transactions A* 34 (2003) 2505–2516. <https://doi.org/10.1007/s11661-003-0010-7>.
- [64] S. Nafisi, M.A. Arafin, L. Collins, J. Szpunar, Texture and mechanical properties of API X100 steel manufactured under various thermomechanical cycles, *Materials Science and Engineering: A* 531 (2012) 2–11. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.09.072>.
- [65] B. Aashranth, G. Shankar, D. Samantaray, S. Suwas, The Role of Hot Deformation Texture on Dynamic Transformation of Austenite to Ferrite in a 9%Cr Alloy Steel, *JOM* 74 (2022) 2377–2385.
<https://doi.org/10.1007/s11837-022-05279-z>.
- [66] S.-S. Rui, Q.-N. Han, X. Wang, S. Li, X. Ma, Y. Su, Z. Cai, D. Du, H.-J. Shi, Correlations between two EBSD-based metrics Kernel Average

- Misorientation and Image Quality on indicating dislocations of near-failure low alloy steels induced by tensile and cyclic deformations, *Mater Today Commun* 27 (2021) 102445.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102445>.
- [67] S. ZAEFFERER, P. ROMANO, F. FRIEDEL, EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels, *J Microsc* 230 (2008) 499–508. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2008.02010.x>.
- [68] A. Das, Revisiting Stacking Fault Energy of Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A* 47 (2016) 748–768.
<https://doi.org/10.1007/s11661-015-3266-9>.
- [69] Y. Li, S. Zhong, H. Luo, C. Xu, X. Jia, Intermediate stacking fault and twinning induced cooperative strain evolution of dual phase in lean duplex stainless steels with excellent cryogenic strength-ductility combinations, *Materials Science and Engineering: A* 831 (2022) 142347.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142347>.
- [70] S. Zaefferer, N.-N. Elhami, P. Konijnenberg, Electron backscatter diffraction (EBSD) techniques for studying phase transformations in steels, in: *Phase Transformations in Steels*, Elsevier, 2012: pp. 557–587.
<https://doi.org/10.1533/9780857096111.4.557>.
- [71] M.-S. Baek, K.-S. Kim, T.-W. Park, J. Ham, K.-A. Lee, Quantitative phase analysis of martensite-bainite steel using EBSD and its microstructure, tensile and high-cycle fatigue behaviors, *Materials Science and Engineering: A* 785 (2020) 139375.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139375>.
- [72] J.-Y. Kang, Qualities of electron backscatter diffraction patterns and image contrast from a ferritic-martensitic steel microstructure, *Mater Charact* 187 (2022) 111826.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111826>.

- [73] T.B. Tavares, F. de S. Costa, M.F. de O. Caizer, Microstructure evaluation of an advanced high strength steel with superior results in terms of strength-ductility trade-off, *Tecnol Metal Mater Min* 19 (2022) e2617. <https://doi.org/10.4322/2176-1523.20222617>.
- [74] A.A. Tihamiyu, V. Tari, J.A. Szpunar, A.G. Odeshi, A.K. Khan, Effects of grain refinement on the quasi-static compressive behavior of AISI 321 austenitic stainless steel: EBSD, TEM, and XRD studies, *Int J Plast* 107 (2018) 79–99. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2018.03.014>.
- [75] M. Masoumi, L.F.G. Herculano, H.F.G. de Abreu, Study of texture and microstructure evaluation of steel API 5L X70 under various thermomechanical cycles, *Materials Science and Engineering: A* 639 (2015) 550–558. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.020>.
- [76] E. Ohaeri, J. Omale, U. Eduok, J. Szpunar, M. Arafin, F. Fazeli, Effect of Microstructure and Texture Evolution on the Electrochemical Corrosion Behavior of Warm-Rolled API 5L X70 Pipeline Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A* 51 (2020) 2255–2275. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05659-7>.
- [77] Q. Gao, C. Lu, H. Li, J. Li, J. Han, L. Chen, Anisotropy and microstructural evolutions of X70 pipeline steel during tensile deformation, *J Mater Res* 33 (2018) 3512–3520. <https://doi.org/10.1557/jmr.2018.190>.
- [78] J.I. Omale, E.G. Ohaeri, A.A. Tihamiyu, M. Eskandari, K.M. Mostafijur, J.A. Szpunar, Microstructure, texture evolution and mechanical properties of X70 pipeline steel after different thermomechanical treatments, *Materials Science and Engineering: A* 703 (2017) 477–485. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.086>.