

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

LEANDRA CARLA APARECIDA CORDEIRO

**EVOLUÇÃO ESTRUTURAL NO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO
PARA REVERSÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ASTM 201LN
COM EFEITO TRIP**

**RIO DE JANEIRO: INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
2022**

LEANDRA CARLA APARECIDA CORDEIRO

EVOLUÇÃO ESTRUTURAL NO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO
PARA REVERSÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ASTM 201LN
COM EFEITO TRIP

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula, D.Sc.
Talita Gama de Sousa, D.Sc.

Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia

2022

©2022

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Aparecida Cordeiro, Leandra Carla.

Evolução estrutural no processamento termomecânico para reversão de um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN com efeito TRIP / Leandra Carla Aparecida Cordeiro. – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2022.

176 f.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula e Talita Gama de Sousa.

Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2022.

1. Efeito TRIP. 2. Transformação martensítica. 3. Laminação a frio. 4. Recozimento para reversão. 5. Aço Inoxidável Austenítico . 6. ASTM 201LN.
i. dos Santos Paula, Andersan (orient.) ii. Gama de Sousa, Talita (orient.) iii.
Título

LEANDRA CARLA APARECIDA CORDEIRO

**EVOLUÇÃO ESTRUTURAL NO PROCESSAMENTO
TERMOMECÂNICO PARA REVERSÃO DE UM AÇO
INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ASTM 201LN COM
EFEITO TRIP**


Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula e Talita Gama de Sousa.

Aprovada em 14 de Julho de 2022, pela seguinte banca examinadora:



Profa. **Andersan dos Santos Paula** - D.Sc. do IME - Presidente



Pesquisadora **Talita Gama de Sousa** - D.Sc. do IME



Prof. **Alaelson Vieira Gomes** - D.Sc. do IME



Prof. **Sergio Neves Monteiro** - PhD do IME



Prof. **Glaucio Soares da Fonseca** - D.Sc. da UFF



Prof. **Tarcísio Reis de Oliveira** - D.Sc. da UniLeste e da APERAM

Rio de Janeiro
2022

Este trabalho é dedicado às crianças adultas que, quando pequenas, sonharam em se tornar cientistas.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, em toda sua infinita bondade, por me guiar, orientar e me fortalecer nesta jornada. Por me amparar nos momentos difíceis, me mantendo na fé de que no final tudo daria certo!

Aos meus pais, Renê e Marlene, por todo esforço dedicado a me apoiar em meus estudos desde pequena. Gratidão!

Ao Leandro, meu marido, por todo apoio e incentivo oferecido ao longo destes anos de doutorado. Gratidão!

Aos meus irmãos pelo apoio, em especial ao meu irmão Carlos e minha cunhada Carine por me acolher todas as vezes em Volta Redonda para realização dos ensaios na UFF. Gratidão!

A minha orientadora, Professora Andersan dos Santos Paula, pela maravilhosa orientação não somente acadêmica e profissional, mas também de vida. Pela grande dedicação, esforço, conselhos, apoio e ensinamentos sempre em prol de tornar seus alunos grandes profissionais. Muito obrigada pela confiança e pela oportunidade de me orientar. Gratidão por tudo!

A minha co-orientadora, Pesquisadora Talita Gama de Sousa, pela maravilhosa orientação e tempo dispensado a me ajudar sempre no desenvolvimento deste estudo, com seus ensinamentos, apoio e preocupação. Por sempre estar disposta a me atender e na realização das análises de DRX, fazendo e refazendo às vezes muitas amostras. Gratidão por tudo!

Ao laboratório de DRX do IME pelas medidas de DRX.

Ao laboratório de metalografia do IME.

Ao laboratório de microscopia do IME e aos técnicos Leandro e Danilo.

Aos professores da pós-graduação do IME em Ciência dos Materiais, pelos conhecimentos passados e pela grande contribuição na minha formação.

Aos membros dessa banca, os professores: Alaelson, Sérgio Neves, Glaúcio e Tarcísio pelo aceite em me avaliar e contrinuir para o desenvolvimento e melhorias da presente tese.

Aos amigos presentes ao longo do doutorado, pela ajuda e momentos compartilhados: Andrey, Ângelo, Bruna, Camila Souza, Clara, Eustáquio, Gabriel Onofre, Hiron, Isabella, Juliana Diniz, Julianna, Larissa, Michelle, Mônica, Náhrima, Naiara, Rodolfo, Renato, Pedro, Suzana, Thaíssa e Yuri. Muito obrigada por tudo!

Ao Gabriel Onofre por toda ajuda, sugestões, contribuições durante as análises e

discussões para essa Tese e produção de artigos .

A APERAM South America - Timóteo/MG, citando os nomes do Dr. Tarcísio Reis de Oliveira, gerente do executivo do centro de pesquisa da APERAM, e Claudio Moreira de Alcantara, pela doação do aço em estudo e seu processamento de laminação a frio em escala piloto.

Ao professor Rodrigo Felix de Araujo Cardoso e sua equipe da oficina do CBPF (Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas) que viabilizaram os cortes das amostras.

Ao professor André Rocha Pimenta do IF (Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia) de Paracambi/RJ, pelo empréstimo do ferritoscópio.

Ao professor Rogério Itabohary Tavares e ao técnico Gabriel da EEIMVR (Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda) da UFF (Universidade Federal Fluminense) de Volta Redonda/RJ, pela disponibilização do macrodurômetro Vickers.

Ao professores Ladário da Silva e Jose Augusto Oliveira Huguenin do laboratório multiusuário de caracterização de materiais do ICEx (Instituto de Ciências Exatas) da UFF (Universidade Federal Fluminense) de Volta Redonda/RJ, pela disponibilização do ultramicrodurômetro instrumentado.

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) pelo suporte pelo suporte financeiro na compra de materiais de consumo para preparação de amostras, advindo da bolsa de produtividade em Pesquisa PQ-2 da orientadora, Profa Andersan dos Santos Paula - (Processo 312313/2018-7).

Ao PROEX/Capes pelo suporte financeiro na compra de materiais de consumo laboratorial e participação nos congressos e pagamento do serviço de corte dos corpos de prova de tração por eletroerosão.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela bolsa de estudo concedida na primeira metade do curso de doutorado e à FAPERJ (Fundação de Amparo a Pesquisa do Rio de Janeiro) pela bolsa de doutorado nota 10 para a metade final.

Por fim, a todos aqueles que também me apoiaram com orações e por emarem boas energias, para que eu conseguisse superar as dificuldades encontradas e ter forças para finalizar este ciclo.

Gratidão eterna!

*“Não vos amoldeis às estruturas deste mundo,
mas transformai-vos pela renovação da mente,
a fim de distinguir qual é a vontade de Deus:
o que é bom, o que Lhe é agradável, o que é perfeito.
(Bíblia Sagrada, Romanos 12, 2)*

RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos (ASS's) são conhecidos por possuírem propriedades como boa resistência mecânica, ductilidade e resistência à corrosão. Entre os ASS's mais utilizados se encontra os da série 300. No entanto, os aços desta série apresentam um custo mais elevado devido ao alto teor de Ni que este possuem. Diante disso, os ASS's da série 200 ganham destaque, uma vez que este possuem um teor de Ni inferior apresentando um custo menor. Outra vantagem destes materiais é que eles são passíveis de exibir o efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), no qual a austenita metaestável é transformada em martensita durante o processo de deformação a frio. Esse fenômeno contribui no aumento da capacidade de endurecimento pelo aumento da resistência mecânica em detrimento da ductilidade do material. Outra forma de promover incremento na resistência mecânica, mas com manutenção da ductilidade, destes aços é através do refinamento de grão que é obtido por meio de um processamento termomecânico, que consiste em submeter o material a deformação a frio e, posteriormente, a um tratamento térmico de recozimento para reversão martensítica. Diante disso, esta tese de doutorado teve como objetivo realizar um estudo da evolução estrutural do aço ASTM 201LN ao longo o processamento termomecânico composto por laminação a frio, em que se obteve uma redução da espessura superior a 60%, seguido de um tratamento térmico de recozimento a 900 °C entre 15 e 180 segundos. Os resultados obtidos mostraram que a laminação a frio foi promissora em promover o efeito TRIP neste material, em que foi obtido um percentual em torno de 40% de martensita para uma redução da espessura de 66%. Também foi verificado que as condições adotadas no recozimento foram suficientes para promover uma reversão quase completa da martensita induzida na laminação a frio em austenita. Foi observado na amostra com redução da espessura de 66% recozida a 180 segundos um percentual de martensita residual inferior a 2%. Os resultados obtidos na caracterização microestrutural mostraram que as amostras mais deformadas apresentaram uma martensita bastante fragmentada promovendo mais sítios para a nucleação da austenita revertida, o que proporcionou a final do tratamento de recozimento, com processo de reversão da martensita em conjunto com a recristalização da austenita encruada, a obtenção de uma microestrutura austenítica mais refinada que contribuiu para um significativo incremento da resistência mecânica, em comparação a condição como recebida.

Palavras-chave: Efeito TRIP, Transformação martensítica, Laminação a frio, Recozimento para reversão, Aço Inoxidável Austenítico, ASTM 201LN.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels (ASS's) are known to have properties such as good mechanical strength, ductility and corrosion resistance. Among the most used ASS's is the 300 series. However, the steels of this series have a higher cost due to the high Ni content it has. Therefore, the ASS's of the 200 series gain prominence, since this has a lower Ni content and a lower cost. Another advantage of these materials is that they are able to exhibit the TRIP effect (Transformation Induced Plasticity), in which metastable austenite is transformed into martensite during the cold deformation process. This phenomenon contributes to the increase in hardening capacity due to the increase in mechanical strength with a reduction in the material's ductility. Another way to promote improvements in the mechanical properties of these steels is through grain refinement, but with maintenance of ductility, which is through a thermomechanical processing, which consists of subjecting the material to cold deformation and, subsequently, to an annealing heat treatment for martensitic reversion. Therefore, this doctoral thesis aimed to carry out a study of the structural evolution of ASTM 201LN steel throughout the thermomechanical processing consisting of cold rolling, in which a thickness reduction greater than 60% was obtained, followed by a heat treatment annealing at 900 °C for between 15 and 180 seconds. The results obtained induced that cold rolling was promising in promoting the TRIP effect in this material, in which a percentage around 40% was added for a thickness reduction of 66%. It was also verified that the conditions adopted in the annealing were sufficient to promote an almost complete reversion of the martensite induced in the cold rolling into austenite. In the sample with a thickness reduction of 66% annealed at 180 seconds, a percentage of residual martensite below 2% was observed. The results obtained in the microstructural characterization defined that the more nucleation sites for reversed austenite, which provided the final annealing treatment, with the martensite reversal process together with the recrystallization of the hardened austenite, obtaining a more refined austenitic microstructure that contributed to a significant increase in mechanical strength, compared to as-received condition.

Keywords: TRIP effect, Martensitic transformation, Cold rolling, Annealing to reversal, Austenitic Stainless Steel, ASTM 201LN.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – a) Crescimento da produção dos Aços Inoxidáveis de 1950 a 2020, b) Principais produtores no mundo de Aços Inoxidáveis em 2020 (adaptado de adaptado de ISSF (3)).	28
Figura 2 – Crescimento da produção dos Aços Inoxidáveis de 2010 a 2020 (adaptado de ISSF (3)).	38
Figura 3 – Esquema do cisalhamento na transformação martensítica (adaptado de BHADESHIA (26)).	40
Figura 4 – Lamela de martensita formada através dos dois tipos de deformação do reticulado: escorregamento e maclação ((adaptado de KELLY e NUTTING (28)).	41
Figura 5 – Energia livre em função da temperatura para as fases mãe e martensita (adaptado de WAYMAN et al. (29)).	42
Figura 6 – Gráfico tensão versus temperatura e influência da tensão elástica e deformação plástica no efeito TRIP (Adaptado de COHEN e WAYMAN (33)).	45
Figura 7 – Gráfico da energia livre versus temperatura, para o efeito TRIP (Adaptado de ANDRADE-CAMPOS et al. (37)).	47
Figura 8 – (a) Características típicas de microestruturas deformadas do aço 304SS em vários níveis de deformação, e (b) frações de maclas e martensita obtida por MET em função da deformação verdadeira resultante (Adaptado de SHEN et al. (23)).	50
Figura 9 – Relação da EFE de algumas ligas Fe-Cr-Ni com a formação da martensita induzida por deformação (PINTO (45)).	52
Figura 10 – Fração volumétrica das fases presentes em função da temperatura no aço KO36 (Fe-19%Cr-10%Ni) (Adaptado de NAGY et al. (46)).	53
Figura 11 – Curvas tensão verdadeira versus deformação verdadeira nas temperaturas e taxas de deformação dos AIAs 201: (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) 10^{-2} s^{-1} e 201L: (c) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (d) 10^{-2} (adaptado de HAMADA et al (43)).	54
Figura 12 – Fração de martensita- α' em função da temperatura e taxa de deformação dos aços 201 e 201L (adaptado de HAMADA et al. (43)).	55
Figura 13 – Evolução da transformação martensítica induzida por deformação do aço AISI 304 com deformação de 10^{-3} s^{-1} (Adaptado de ANGEL (35)).	55
Figura 14 – Curva tensão versus deformação de um ASS 18%Cr-12%Ni-2%Mo deformado em diferentes taxas de deformação a 20 °C (adaptado de KHATAK e RAJ (48)).	56

Figura 15 – Frações de martensita em uma função da taxa de deformação aplicada e deformação resultante a temperatura ambiente para o aço 304SS (Adaptado de SHEN et al. (23)).	57
Figura 16 – Resultados de DRX do aço AISI 304L laminado a frio a 0 °C (adaptado de HEDAYATI, et al. (44)).	58
Figura 17 – Microestruturas ópticas evidenciando os tamanhos de grãos austeníticos no aço 204Cu a) 0,5 μm , b) 1,5 μm , c) 4 μm e d) 18 μm (Adaptado de KISKO et al. (52)).	60
Figura 18 – Mapas de fases oriundos de análises EBSD a partir de microestruturas de deformação típicas desenvolvidas em aços inoxidáveis 316L (a) e 304L (b) por laminação a frio até uma deformação total de 4 mm/mm (Adaptado de BELYAKOV, et al. (63)).	64
Figura 19 – Resultados obtidos na análise da fração de martensita (a), do tamanho de grão austenítico (b) e da densidade de discordâncias (c), durante a deformação a frio para os aços 304L e 316L (Adaptado de BELYAKOV, et al. (63)).	65
Figura 20 – Análise de EBSD das fases de martensita e austenita em função da deformação a uma taxa de deformação de $3 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$. Em (a), (c) e (e) mostrando a morfologia da microestrutura a partir de mapas de imagem de orientação e (b), (d) e (f) indicando a fração volumétrica de fases para a amostra deformada com uma deformação de 20%, 40% e 67%, respectivamente (em vermelho martensita e azul austenita) (Adaptado de SHEN, et al. (23)).	66
Figura 21 – Mapeamentos de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em (a) 0%, (b) 20%, (c) 40% e (d) 60% de redução em espessura. (Adaptado de FILHO (7)).	67
Figura 22 – Evolução da dureza no aço AISI 201 em função da laminação a frio (Adaptado de FILHO (7)).	69
Figura 23 – Ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIs 201 (Adaptado de MOALLEMI et al. (76)).	70
Figura 24 – Esquema proposto por TOMIMURA et al. (66) acerca dos mecanismos de difusão e por cisalhamento da reversão de martensita para austenita (adaptado de TOMIMURA, TAKAKI e TOKUNAGA (66)).	71
Figura 25 – Evolução da reversão da martensita durante o recozimento em diferentes condições (Adaptado de SHIRDEL e MIRZADEH (9)).	72
Figura 26 – Histogramas de distribuição de tamanho de grão e micrografia de MEV das microestruturas recozidas (Adaptado de SHIRDEL e MIRZADEH (9)).	73

Figura 27 – Micrografias obtidas via MEV do ASS AISI 201 deformado (60%) e recozido em várias temperaturas ((a) 400 °C, (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C e (e) 800 °C) por 180 min (Adaptado de FILHO (7)).	74
Figura 28 – Análise de DRX da formação de martensita durante a laminação a frio (a e b) e da reversão de martensita na amostra laminada a 90% (c,d,e,f) (Adaptado de SOHRABI, MIRZADEH e DEHGHANIAN (66)).	76
Figura 29 – Micrografias do AIA ASTM 201LN no estado como recebido (a) e recozido em 750 °C por 4 minutos (b), após redução de 53,2% na laminação a frio (Adaptado de SOUZA 13)).	77
Figura 30 – Informações obtidas pelo software Esprit: Mapa de orientação de grão (a) e tamanho de grão (b) da amostra do AIA ASTM 201LN recozido em 750 °C por 4 minutos após redução de 53,2% na laminação a frio com resfriamento prévio em salmoura (Adaptado de SOUZA (13)).	78
Figura 31 – Micrografias obtidas por EBSD do ASS 316L laminado a frio e recozido por 30 min nas temperaturas: (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 800 °C (Adaptado de ODNOBOKOVA e YANUSHKEVICH (11)).	79
Figura 32 – Gráficos de carga-deslocamento em taxas de deformação constantes para (a) CG (grãos grosseiros) e (b) NG/UFG (grãos refinados) do ASS' 301LN obtidos usando experimentos de nanoindentação. (Adaptado MISRA e ZHANG (68))	80
Figura 33 – Esquema representativo de todo o procedimento experimental realizado nessa tese de doutorado.	82
Figura 34 – Taxa de transformação de martensita α' induzida por deformação dos aços 304L e ASTM 201LN (DA SILVA (15)).	84
Figura 35 – Esquema representativo de todo o processo de caracterização utilizado nesta tese de doutorado.	86
Figura 36 – Esquema representativo da preparação das amostras para cada técnica de caracterização.	87
Figura 37 – Figura esquemática do princípio de funcionamento do ferritoscópio (Adaptado de HELMUT (72)).	88
Figura 38 – Esquema representativo do funcionamento do ensaio de ultramicr dureza instrumentada, onde h « d_1 e d_2 (adaptado de SHIMADZU Instruction Manuals (72)).	91
Figura 39 – Indentador deformando o material e respectivas áreas de contato (A_s) e projeção (A_p) associadas à profundidade de contato (h_c) para uma força máxima ($F_{m\acute{a}x}$) que resulta numa profundidade máxima ($h_{m\acute{a}x}$) de indentação (Adaptado de TAYLOR e FRANCIS (74)).	92

Figura 40 – Curvas obtidas no ensaio cíclico de carga-descarga através da técnica de ultramicrodureza instrumentada (adaptado de TAYLOR e FRANCIS (74)).	92
Figura 41 – Difratoograma, obtido com radiação de $\text{CoK}\alpha$, da amostra do aço ASTM 201LN na condição como recebido.	95
Figura 42 – Micrografia do aço ASTM 201LN na condição como recebido, obtida com uso do detector de elétrons retroespalhados/MEV, com um aumento de 500x (A) e com um aumento de 1000x (B).	97
Figura 43 – Resultados da análise de EBSD para a amostra CR do aço ASTM 201LN ,com um aumento de 500x: (a) Mapa de fases com destaque dos contornos de grão e maclas, (b) Mapa de Orientação associada a seu padrão cores para figura de polo inversa da fase CFC, (c) Mapa de misorientação, (d) Histograma de distribuição de tamanho de grão da austenita.	98
Figura 44 – Evolução das propriedades mecânicas calculadas em função das medidas nas posições relativas da espessura (1/4, 1/2 e 3/4): DHT115-1 (a), DHT115-2 (b), Hit (c) e Eit (d) para a amostra CR.	100
Figura 45 – Evolução dos trabalhos elástico (a), plástico (b) e total (c) para a amostra CR.	102
Figura 46 – Curvas de Força (mN) versus Profundidade (μm) (carga máxima 20 gf/196,2 mN - carregamento e descarregamento) para a amostra CR, respectivamente: (a, b) 1/2 da espessura, (c, d) 1/4 da espessura e (e, f) 3/4 da espessura.	103
Figura 47 – Detalhamento do processo de laminação a frio e as técnicas de caracterização conduzidas nesta etapa.	104
Figura 48 – Difratoogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra: (a)LF_6; (b)LF_12; (c)LF_18; (d)LF_24; (e)LF_32; (f)LF_35	105
Figura 49 – Difratoogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra: (a)LF_39; (b)LF_45; (c)LF_56; (d)LF_58; (e)LF_62; (f)LF_66.	106
Figura 50 – Análise da evolução da fração volumétrica de martensita, realizada por ferritoscopia e Rietveld em função da percentual de redução, para as amostras laminadas a frio.	108
Figura 51 – Taxa de transformação de martensita induzida por deformação do aço ASTM 201LN.	110
Figura 52 – Evolução da densidade de discordâncias em função da deformação para as amostras laminadas a frio.	111

Figura 53 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição laminada com 35% de redução (LN_35), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X e (c)5000X.	114
Figura 54 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição laminada com 56% de redução (LN_56), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X e (c)5000X.	115
Figura 55 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição laminada com 66% de redução (LN_66), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X e (c)5000X.	116
Figura 56 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (LF_35) com 35% de redução do aço ASTM 201LN ,com um aumento de 2000x: (a,d) Mapa de fases, (b,e) Mapa de Orientação, (c,f) Mapa de misorientação.	118
Figura 57 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (LF_56) com 56% de redução do aço ASTM 201LN ,com um aumento de 2000x: (a,d) Mapa de fases, (b,e) Mapa de Orientação, (c,f) Mapa de misorientação.	119
Figura 58 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (LF_66) com 66% de redução do aço ASTM 201LN ,com um aumento de 2000x: (a,d) Mapa de fases, (b,e) Mapa de Orientação, (c,f) Mapa de misorientação.	120
Figura 59 – Evolução da macrodureza Vickers em função da deformação verdadeira para as amostras do aço ASTM 201LN laminadas a frio.	123
Figura 60 – Evolução das propriedades mecânicas de: DHT115-1 (a), DHT115-2 (b), Hit (c) e Eit (d) para as amostras laminadas a frio.	125
Figura 61 – Evolução dos trabalhos elástico (a), plástico (b) e total (c) para as amostras laminadas a frio.	126
Figura 62 – Curvas de Força (mN) versus Profundidade (m) (carga máxima 20 gf/196,2 mN - carregamento e descarregamento) para as amostras laminadas a frio, respectivamente: (a, b) LF_35, (c, d) LF_56 e (e, f) LF_66.	127
Figura 63 – Detalhamento do tratamento térmico de recozimento e as técnicas de caracterização conduzidas.	128
Figura 64 – Difractogramas obtidos com radiação de $CoK\alpha$ da amostra com 35% de redução recozida a 900 °C por : (a)15 s; (b)30 s; (c)45 s; (d)60 s; (e)75 s; (f) 90 s.	129

Figura 65 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 35% de redução recozida a 900 °C por : (a)105 s; (b)120 s; (c)135 s; (d)150 s; (e)165 s; (f) 180 s.	130
Figura 66 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 56% de redução recozida a 900 °C por : (a)15 s; (b)30 s; (c)45 s; (d)60 s; (e)75 s; (f) 90 s.	132
Figura 67 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 56% de redução recozida a 900°C por : (a)105 s; (b)120 s; (c)135 s; (d)150 s; (e)165 s; (f)180 s.	133
Figura 68 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 66% de redução recozida a 900 °C por : (a)15 s; (b)30 s; (c)45 s; (d)60 s; (e)75 s; (f) 90 s.	135
Figura 69 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 66% de redução recozida a 900 °C por : (a)105 s; (b)120 s; (c)135 s; (d)150 s; (e)165 s; (f) 180 s.	136
Figura 70 – Análise da evolução da fração volumétrica de martensita, realizada por ferritoscopia e Rietveld em função do tempo de recozimento, para as amostras recozidas a 900 °C em função do tempo de recozimento a partir de (a) 35%, (b) 56% e (c) 66% de redução.	138
Figura 71 – Evolução da densidade de discordâncias para as amostras recozidas a 900 °C em função do tempo de recozimento para as reduções: (a) 35%, (b) 56% e (c) 66%.	140
Figura 72 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição recozida a 900 °C por 180 segundos com 35% de redução (TT_35_180), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X, (c)5000X e (d) 10000X.	142
Figura 73 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição recozida a 900 °C por 180 segundos com 56% de redução (TT_56_180), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X, (c)5000X e (d) 10000X.	143
Figura 74 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição recozida a 900 °C por 180 segundos com 66% de redução (TT_66_180), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X, (c)5000X e (d) 10000X.	144
Figura 75 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_35_180) com 35% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 180 segundos, com um aumento de 2000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos.	146

Figura 76 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_56_180) com 56% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 180 segundos, com um aumento de 2000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos.	147
Figura 77 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_66_165) com 66% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 165 segundos, com um aumento de 5000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos.	148
Figura 78 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_66_180) com 66% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 180 segundos, com um aumento de 5000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos	149
Figura 79 – Evolução da macrodureza Vickers em função do tempo de recozimento para as amostras do aço ASTM 201LN para as amostras recozidas a 900 °C com (a) 35%, (b) 56% e (c) 66% de redução.	154
Figura 80 – Evolução da macrodureza Vickers em função do tempo de recozimento para as amostras do aço ASTM 201LN para as amostras recozidas nas três reduções avaliadas.	155
Figura 81 – Evolução das propriedades mecânicas de: DHT115-1 (a), DHT115-2 (b), Hit (c) e Eit (d) para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos.	157
Figura 82 – Evolução dos trabalhos elástico (a), plástico (b) e total (c) para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos.	158
Figura 83 – Curvas de Força (mN) versus Profundidade (m) (carga máxima 20 gf/196,2 mN - carregamento e descarregamento) para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos, respectivamente: (a) TT_35_180, (b) TT_56_180 e (c) TT_66_180.	159
Figura 84 – Nomenclatura adotada para as amostras estudadas nessa tese de doutorado.	169

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composições químicas de diferentes ASS's da série 200 e 300 (10, 22, 23, 13, 1, 9).	39
Tabela 2 – Composição química (% em peso) do aço ASTM 201LN fornecido pela APERAM South America.	81
Tabela 3 – Valores das espessuras, reduções acumuladas e deformações verdadeiras alcançadas a cada passe da laminação a frio.	83
Tabela 4 – Parâmetros utilizados para a realização do polimento eletrolítico em função da condição de processamento da amostra e técnica de caracterização.	87
Tabela 5 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para a amostra CR.	96
Tabela 6 – Valores de Mi e Md30 obtidos para o aço ASTM 201LN objeto de estudo desta proposta de tese, fornecido pela APERAM South América.109	
Tabela 7 – Valor de EFE obtido para o aço ASTM 201LN.	112
Tabela 8 – Percentuais de martensita obtidos na quantificação de fases por ferritoscopia com os respectivos erros e pelo refinamento de Rietveld com os valores do ajuste GOF (Goodness of fit) que resultaram no gráfico da Figura 50.	170
Tabela 9 – Valores obtidos da quantificação de fases por ferritoscopia com os respectivos erros para as amostras recozidas 900 °C com distintos tempos de encharque (a partir das reduções de 35, 56 e 66%) que resultaram no gráfico da Figura 70.	170
Tabela 10 – Valores obtidas da quantificação de fases pelo refinamento de Rietveld com os respectivos valores de GOF para as amostras recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque (a partir das reduções de 35, 56 e 66%) que resultaram no gráfico da Figura 70.	171
Tabela 11 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras laminadas a frio que resultaram no gráfico da Figura 52.	172
Tabela 12 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras com 35% de redução recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque a partir da redução de 35% que resultaram no gráfico da Figura 71.	172
Tabela 13 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras com 56% de redução recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque a partir da redução de 56% que resultaram no gráfico da Figura 71.	173

Tabela 14 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras com 66% de redução recozidas a recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque a partir da redução de 66% que resultaram no gráfico da Figura 71.	173
Tabela 15 – Resultados de macrodureza Vickers obtido para as amostras laminadas a frio do aço ASTM 201LN que resultaram no gráfico da Figura 59. . .	174
Tabela 16 – Resultados de macrodureza Vickers obtido para as amostras recozidas a 900 °C, com distintos tempos de encharque (a partir das reduções de 35, 56 e 66%), do aço ASTM 201LN que resultaram no gráfico da Figura 79.	174
Tabela 17 – Valores das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Eit, Hit obtidos para a amostra CR que resultaram nos gráficos da Figura 44.	175
Tabela 18 – Valores dos trabalhos total (Wt), elástico (We) e trabalho plástico (Wp), obtidos para a amostra CR que resultaram nos gráficos da Figura 45.	175
Tabela 19 – Valores das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Eit, Hit obtidos para as amostras laminadas a frio que resultaram nos gráficos da Figura 60.	175
Tabela 20 – Valores dos trabalhos total (Wt), elástico (We) e trabalho plástico (Wp), obtidos para as amostras laminadas a frio que resultaram nos gráficos da Figura 61.	175
Tabela 21 – Valores das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Eit, Hit obtidos para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos.	176
Tabela 22 – Valores dos trabalhos total (Wt), elástico (We) e trabalho plástico (Wp), obtidos para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos que resultaram nos gráficos da Figura 82.	176

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> ((Instituto Americano do Ferro e do Aço))
ASS	<i>Austenitic Stainless Steel</i> (Aço Inoxidável Austenítico)
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i> (Sociedade Americana para Ensaios e Materiais)
BSED	<i>Back scattered Electron Detector</i> (Detector de elétrons retroespalhados)
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
CMWP	<i>Convolutional Multiple Whole Profile</i> (Ajuste Múltiplo Convolutacional de Perfil Completo)
CR	Como Recebido
DL	Direção de Laminação
DN	Direção Normal
DRX	Difração de Raios X
DT	Direção Transversal
EBSD	<i>Back scattered electron diffraction</i> (Difração de elétrons retroespalhados)
EFE	Energia de Falha de Empilhamento
GOF	<i>Goodness of Fit</i> (Qualidade de Ajuste)
HC	Hexagonal Compacta
ICEx	Instituto de Ciências Exatas
IME	Instituto Militar de Engenharia
ISSF	<i>International Stainless Steel Forum</i> (Fórum Internacional do Aço Inoxidável)
LE	Limite de Escoamento

LF	Laminado a Frio
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
PPGCM	<i>Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais</i>
SE	<i>Secondary electrons</i> (Elétrons secundários)
SS	<i>Stainless Steels</i> (Aço Inoxidável)
TG	Tamanho de Grão
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i> (Transformação induzida por plasticidade)
TT	Tratamento Térmico
UFF	Universidade Federal Fluminense
WD	Working Distance (Distância de Trabalho)

LISTA DE SÍMBOLOS

ΔG	Força Motriz
α'	Martensita alfa-linha de estrutura cúbica de corpo centrado
δ	Ferrita delta
ϵ	Martensita épsilon de estrutura hexagonal de compacto
ϵ	Deformação verdadeira
ϵ_i	Deformação inicial
ϵ_f	Deformação final
γ	Austenita de estrutura cúbica de face centrada
σ_0	Atrito intrínseco do reticulado
μm	Micrômetro
ν	Coefficiente de Poisson do material ensaiado
ν_i	é o coeficiente de Poisson do indentador
ρ	Densidade de discordâncias
σ_e	Limite de escoamento
°	Grau (ângulo)
°C	Grau Celsius
A_p	Area de projeção associada a superfície de contato do indentador com a superfície da cavidade de indentação
A_s	Area da superfície de contato do indentador com a superfície da cavidade de indentação
d_1	Diagonal 2 da indentação gerada com o indentador Vickers
d_2	Diagonal 2 da indentação gerada com o indentador Vickers
DH	Dureza dinâmica
DHT-1	Dureza dinâmica elasto-plástica

DHT115-2	Dureza dinâmica plástica obtida com indentador triangular de 115° (Berkovich)
DHT-2	Dureza dinâmica plástica DHT115-1 - dureza dinâmica elasto-plástica obtida com indentador triangular de 115° (Berkovich)
E_i	Modulo de elasticidade do indentador
E_{it}	Módulo da indentação
E_r	Módulo de elasticidade do conjunto
F	Força
Fmax	Força máxima
h	Profundidade de indentação
h_c	Profundidade de contato
H_{it}	Dureza da indentação
hmax	Profundidade de indentação máxima
hp	Profundidade de indentação permanente
h_r	Carga máxima
HV	Dureza Vickers
K	Kelvin
m	Metro
M_d	Temperatura limite para ocorrência da transformação martensítica induzida por deformação
M_{d30}	Temperatura na qual 50% de martensita é produzida após 30% de deformação
M_i	Temperatura de início de transformação martensítica
min	Minuto
mJ	Mili Joule
mm	Milímetro
M_i^α	Temperatura limite da transformação martensítica induzida por tensão

s	Segundo
t	Tonelada
T_0	Temperatura de equilíbrio
V	Volts
$W_{elástico}$	Trabalho elástico
$W_{plástico}$	Trabalho plástico
W_{total}	Trabalho total

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	27
1.1	POSICIONAMENTO DA TESE	27
1.2	MOTIVAÇÃO DO ESTUDO	32
2	OBJETIVOS	33
2.1	OBJETIVO GERAL	33
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	33
3	REVISÃO DA LITERATURA	35
3.1	AÇOS INOXIDÁVEIS	35
3.2	AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS (ASS'S)	37
3.3	TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS	39
3.4	EFEITO TRIP	44
3.5	FATORES QUE INFLUENCIAM NA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NO EFEITO TRIP	48
3.5.1	EFEITOS CAUSADOS PELA ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO	48
3.5.2	EFEITOS CAUSADOS PELA TEMPERATURA	52
3.5.3	EFEITOS CAUSADOS PELA TAXA, MODO E GRAU DE DEFORMAÇÃO	56
3.5.4	EFEITOS CAUSADOS PELO TAMANHO DE GRÃO	59
3.6	MOVIMENTAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS	61
3.7	EFEITO TRIP NOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS (ASS'S)	63
3.8	REVERSÃO MARTENSÍTICA NO RECOZIMENTO	69
4	MATERIAL E MÉTODOS	81
4.1	MATERIAL DE ESTUDO	81
4.2	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	81
4.3	PROCESSAMENTO	82
4.3.1	LAMINAÇÃO A FRIO	82
4.3.2	RECOZIMENTO	84
4.4	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	85
4.4.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	86
4.4.2	FERRITOSCOPIA	87
4.4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	89
4.4.4	ANÁLISE DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS PELO MÉTODO CMWP	89
4.4.5	MACRODUREZA VICKERS	90
4.4.6	ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA	90

4.4.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	93
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	95
5.1	MATERIAL NA CONDIÇÃO COMO RECEBIDO (CR)	95
5.1.1	IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DAS FASES	95
5.1.2	ANÁLISE DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	96
5.1.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	97
5.1.4	ASPECTO MORFOLÓGICA DA MICROESTRUTURA (MEV/BSED)	97
5.1.5	MICROTEXTURA (MEV/EBSD)	98
5.1.6	PROPRIEDADES MECÂNICAS	99
5.1.7	DUREZA VICKERS	99
5.1.8	ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA	99
5.2	MATERIAL LAMINADO A FRIO	104
5.2.1	IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DAS FASES	104
5.2.2	ANÁLISE DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	111
5.2.3	ANÁLISE MICROESTRUTURAL E MICROTEXTURAL	113
5.2.4	ASPECTO MICROESTRUTURAL	113
5.2.5	CARACTERÍSTICA MICROTEXTURAL	117
5.2.6	PROPRIEDADES MECÂNICAS	122
5.2.7	MACRODUREZA VICKERS	122
5.2.8	ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA	124
5.3	MATERIAL RECOZIDO	127
5.3.1	IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DAS FASES	128
5.3.2	ANÁLISE DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	139
5.3.3	MICROESTRUTURA E MICROTEXTURA	141
5.3.4	ASPECTO MICROESTRUTURAL	141
5.3.5	MICROTEXTURA (MEV/EBSD)	146
5.3.6	PROPRIEDADES MECÂNICAS	153
5.3.7	DUREZA VICKERS	153
5.3.8	ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA	156
6	CONCLUSÃO	161
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	163
	REFERÊNCIAS	164
	ANEXO A – NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS	169
	ANEXO B – VALORES REFERENTES A QUANTIFICAÇÃO DE FASES	170

ANEXO C – VALORES REFERENTES A DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	172
ANEXO D – VALORES REFERENTES A A MACRODUREZA VICKERS	174
ANEXO E – VALORES REFERENTES A ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA	175

1 INTRODUÇÃO

1.1 POSICIONAMENTO DA TESE

Impulsionada pela contínua evolução tecnológica dos bens de consumo duráveis e pela necessidade de se implantar uma infraestrutura adequada para atender às necessidades vitais da humanidade, a indústria siderúrgica investe cada vez mais no desenvolvimento de materiais de baixo custo, mas com desempenho que atenda aos requisitos mecânicos, químicos e físicos necessários às mais variadas aplicações. Diante deste cenário, os aços avançados de alta resistência se apresentam como uma boa solução para atender a todos estes requisitos, uma vez que as chapas obtidas com estes materiais possuem um ampla aplicação graças à capacidade que têm de se obter diferentes perfis de propriedades a partir da escolha criteriosa de elementos de liga e, dependendo da aplicação, de tratamentos termomecânicos ou térmicos específicos (1, 2).

Diversos setores industriais que incluem automóveis, transportes, energia, processamento químico, alimentos e bebidas, utensílios domésticos, linha branca, arquitetura e construção civil, aquecimento e climatização, agronegócio em geral e principalmente usinas de açúcar e álcool, necessitam de produtos inovadores, eficazes e sustentáveis. Para atender a demanda destes setores, as siderúrgicas se empenham para produzir uma gama de produtos que abragem bobinas, chapas, tubos, discos, barras planas, tiras de precisão e chapas grossas. Nesse sentido, os aços inoxidáveis (SS's) se apresentam como uma excelente opção para atender a diversas necessidades industriais, graças a suas características que permitem produzir peças que possuem alta resistência mecânica, sem que haja a redução da conformabilidade do material, o que afetaria a liberdade de design (2).

Os aços inoxidáveis (SS's) foram desenvolvidos no início do século XX com o objetivo de resistir à corrosão e a sua produção nos últimos anos cresceu significativamente, isso graças ao vasto uso destes materiais em diversas áreas. Na Figura 1 estão expostos alguns dados obtidos pelo Fórum Internacional do Aço Inoxidável (ISSF)(3) que demonstram essa crescente, sendo que na Figura 1 (a) contém o gráfico indica que no final do ano de 2020, 50,9 Milhões de toneladas foram produzidas de aços inox no mundo, obtendo uma taxa de crescimento anual de 5,68%. Entre os maiores produtores mundiais de aços inoxidáveis a China lidera, sendo responsável por quase 60% da produção mundial (Figura 1 (b)) e, de acordo com a ISSF, Brasil se enquadra na categoria “outros”, sendo esta categoria responsável por 11,5% da produção mundial destes materiais (3). Diante deste rápido aumento de consumo dos SS's, tornou-se necessário obter um conhecimento mais aprofundado a cerca das propriedades de cada uma das classes existentes destes materiais (4). Os aços inoxidáveis podem ser divididos em ferríticos, martensíticos, austeníticos,

dúplex (ferrítico-austeníticos) e endurecíveis por precipitação com distintas matrizes metálicas (austeníticos, semiausteníticos e martensíticos).

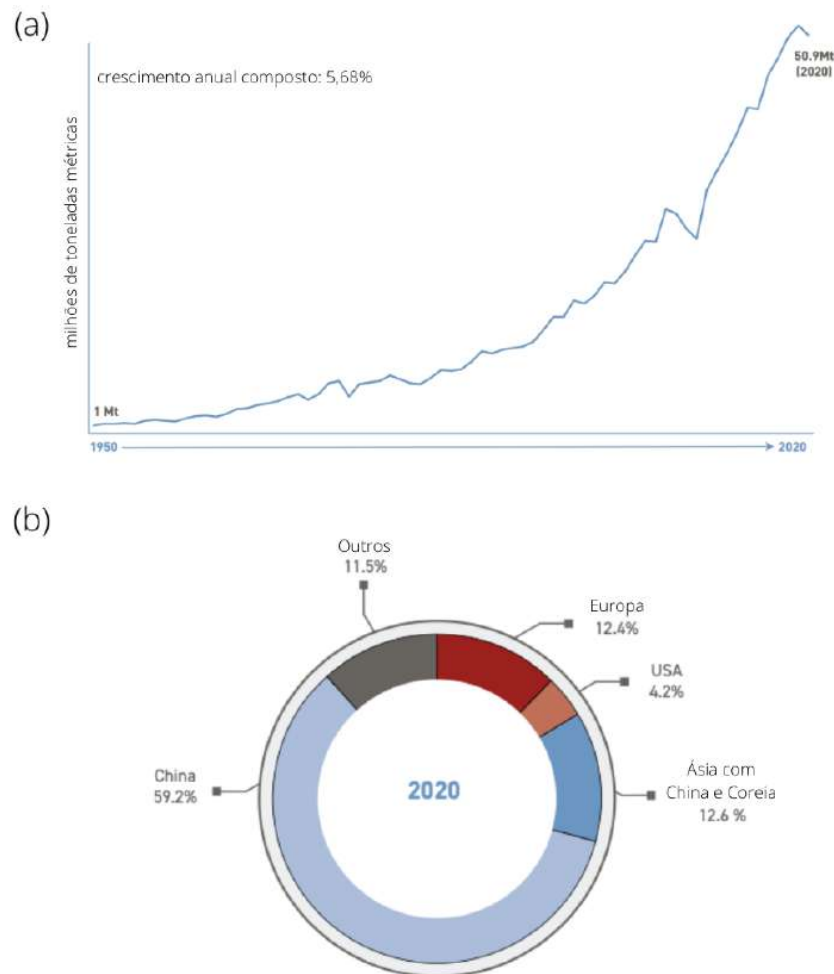


Figura 1 – a) Crescimento da produção dos Aços Inoxidáveis de 1950 a 2020, b) Principais produtores no mundo de Aços Inoxidáveis em 2020 (adaptado de adaptado de ISSF (3)).

Os aços inoxidáveis austeníticos (ASS's - *Austenitic stainless steel*) possuem diversas aplicações industriais devido às suas propriedades como a resistência à corrosão, alto desempenho quando submetido a altas temperaturas, excelente ductilidade e soldabilidade. Essas propriedades são atribuídas à presença de níquel que atua como estabilizador da estrutura austenítica, possibilitando a obtenção de um material com características distintas e também a presença de cromo que é o principal elemento responsável pela resistência à corrosão (5). Entre os ASS's, os aços da série 300 são os mais populares no mercado, sendo utilizados em válvulas e em outras peças de tubulações, trocadores de calor, equipamentos para indústria química e vasos de pressão em refinarias de petróleo. Entretanto, devido

ao alto de Ni os aços da série 300 apresentam um custo mais elevado. Neste sentido os ASS's da série 200 são como uma boa solução como alternativa de substituição aos aços da série 300 graças ao teor de Ni ser inferior, sendo este elemento substituído, total ou parcialmente, por uma combinação de Mn e N para a estabilização da austenita (5).

Entre os ASS's da série 200, pode-se citar o 201LN entre os demais materiais da classe dos aços inoxidáveis austeníticos ligados ao nitrogênio, que apresentam propriedades mecânicas, como alta resistência mecânica e ductilidade, ótima tenacidade em baixas temperaturas, boa capacidade de endurecimento por trabalho mecânico, resistência à corrosão em meios moderadamente agressivos com uma baixa tendência a sensitização (6, 7). Outra vantagem que os aços da série 200 apresentam é a susceptibilidade ao efeito TRIP (Transformation Induced Plasticity), que se traduz na transformação da austenita metaestável em martensita durante o processo de deformação a temperatura ambiente. Essa transformação de fase ocorre no estado sólido, com ausência de difusão, resultante do movimento coordenado entre os átomos da fase matriz assistido por cisalhamento, mantendo assim uma estreita correspondência de reticulado entre a fase mãe (austenita) e a fase produto (martensita), que é resultante da transformação com nova estrutura cristalina e sem alteração da composição química (8), tanto de forma espontânea abaixo de M_i (temperatura de início da transformação martensítica) como induzida por tensões elástica ou deformação plástica em intervalo de temperatura acima de M_i .

Estudos mostraram que uma das formas de incrementar consideravelmente a resistência mecânica com manutenção da ductilidade dos ASS's, em especial os da série 200 (6, 7), é por meio de refinamento de grão que pode ser obtido através de um tratamento termomecânico, que ocorre através da deformação a frio seguida de um tratamento térmico de recozimento, a uma temperatura inferior à da completa recristalização do material. Assim, preferencialmente a martensita induzida por tensão elástica ou deformação plástica, em função do efeito TRIP, quando submetida a temperatura abaixo da completa recristalização se reverte em austenita, resultando em um decréscimo significativo no tamanho de grão austenítico relacionado a austenita vinculada em parte a reversão e o restante da recristalização parcial da matriz austenítica que simplesmente encruou. Entre estes estudos pode-se citar o realizado por SHIRDEL e MIRZADEH (9) em que avaliaram o tamanho grão austenítico em amostras recozidas do ASS 304L em uma faixa de temperatura de 600 °C a 850 °C e tempo de encharque de 1 a 240 min. Os resultados obtidos pelos autores mostraram que todas as condições de recozimento adotadas levaram a obtenção de uma microestrutura ultrafina. Outro estudo feito neste sentido foi o conduzido por HAMADA e KISKO (10), que consistiu em realizar a laminação a frio do ASS 201 com uma redução de 60% da espessura inicial, seguido de um tratamento térmico de recozimento para reversão com temperatura entre 700 e 1000 °C. Os resultados obtidos pelos autores indicaram que o processo termomecânico adotado foi eficaz para a obtenção de uma estrutura austenítica refinada, que acarretou um aumento significativo no limite de escoamento, limite de

resistência e alongamento do material. ODNOBOKOVA e YANUSHKEVICH (11) realizou um estudo com o aço 316 L que foi laminado a frio e posteriormente recozido entre 600 °C e 800 °C com o objetivo de se obter uma microestrutura ultra-fina para este material. Os resultados obtidos pela autora mostraram que o tratamento termomecânico foi capaz de obter uma microestrutura final com grãos equiaxiais com tamanho inferior a 1 μm com presença de maclas de recozimento.

Nos últimos anos diversos estudos foram realizados com ASS's que tinham como objetivo em promover o efeito TRIP através do processo de laminação a frio e, assim, a obtenção de ASS's de alta resistência. Nestes estudos a martensita foi induzida durante a laminação a frio, em que foram obtidas amostras com reduções de espessura controladas na ordem de 25 a 95%, e foi observado um aumento significativo da dureza deste materiais. Também foi observado que a reversão martensítica durante o recozimento, em faixa de temperatura e tempo adequados, promoveu a formação de grãos ultrafinos chegando a valores inferiores a 1 μm . Também observa-se nos últimos anos um número significativo de estudos (11, 12, 13, 14, 15, 16) realizados com com ASS's da série 200 visando uma substituição aos ASS's da série 300. Nestes estudos, os autores observaram melhoras significativas nas propriedades mecânicas nestes ASS's da série 200, como aumento da dureza e resistência à tração conjugada a apreciável ductilidade.

Diante deste contexto o estudo realizado nesta Tese de Doutorado se justifica, tanto no sentido acadêmico, que buscou avaliar no ponto de vista microestrutural os fenômenos relacionados a formação da martensita e sua reversão, quanto no sentido industrial, pois visou obter melhorias significativas nas propriedades mecânicas no aço ASTM 201LN por meio do processo termomecânico adotado.

No Instituto Militar de Engenharia muitas pesquisas foram feitas com o aço ASTM 201LN e os resultados obtidos através de dissertações e teses mostram uma grande evolução na avaliação deste material e o aprimoramento de suas propriedades. Entre esses estudos pode-se citar o realizado por DA SILVA (15) que buscou avaliar a formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN. Para isso a autora submeteu estes materiais a um processo de laminação a frio que conseguiu obter uma redução de 56% da espessura das chapas. Posteriormente, para promover a reversão martensítica, estes materiais foram recozidos a 750 °C por 5 minutos e 800 °C por 1 minuto. Os resultados obtidos pela autora mostraram que a dureza dos materiais aumentou com a deformação imposta e que tratamento térmico de reversão empregado a 750 °C por 5 min foi mais eficiente em reverter a austenita que o tratamento à 800 °C por 1 min, sendo que para a amostra mais deformada, ou seja, com 56% de redução em espessura acumulada mostrou ligeiramente mais favorável à transformação de reversão que as outras duas condições analisadas mais deformadas.

Posteriormente, SOUZA (13) realizou um estudo que fez uma análise da evolução

estrutural da reversão no aço ASTM 201LN. Neste estudo a autora submeteu este material a uma sequência de laminação a frio em que obteve uma redução da espessura em torno de 50% e, posteriormente, foi realizado um recozimento a 750 °C entre 5 e 15 minutos e a 800 °C entre 1 e 5 minutos. Os resultados obtidos nesse estudo mostraram uma redução significativa do tamanho de grão, quando comparado com o TG da amostra como recebida. Entretanto, os resultados obtidos pela autora da caracterização microestrutural mostraram que ainda havia a existência de grãos de austenita encruados, evidenciando a necessidade realizar uma evolução para esta rota de processamento, com o objetivo de se obter grãos mais refinados adotando valores de temperaturas maiores e tempos menores do que os adotados pela autora.

Diante deste contexto, ALVES (12) realizou um estudo que visou estabelecer uma nova rota de processamento para reversão da transformação martensítica em aço inoxidável austenítico ASTM 201LN laminado a frio. Neste trabalho o material passou pela mesmo processo de laminação a frio empregado no estudo desta Tese, que alcançou uma redução de até 66% de espessura da chapa. Em seguida o autor fez um recozimento para reversão a 850 °C entre 15 e 180 segundos. Os resultados obtidos pelo autor mostraram que o recozimento na temperatura de encharque de 850 °C não foi suficiente para reverter por completo a martensita formada durante o processo de laminação em austenita. No entanto, o autor verificou que houve uma reversão significativa ao usar a condição laminada com 66% de redução acumulada com o tempo de encharque de 180 s. Para esta condição observou-se um significativo refinamento nos grãos da austenita, seja pela reversão martensítica como da recristalização da austenita encruada, em conjunto com 6,97% de martensita retida com algum vestígio de austenita não recristalizada. Isso acarretou em um incremento de 36% no LE, mas sem alterações significativas nos valores de LRT e alongamento uniforme em comparação a condição como recebida.

Nesse sentido, com o intuito de dar continuidade as pesquisas já feitas com o aço ASTM 201LN no IME, o estudo desenvolvido nesta Tese de Doutorado foi feito com a premissa de avaliar a evolução estrutural deste material ao longo do processamento termomecânico que consiste na laminação a frio seguida por recozimento. No entanto, ao invés de trabalhar com a temperatura de 850 °C como ALVES (12) fez em seu estudo, optou-se adotar a temperatura de 900 °C como o objetivo de obter um percentual de martensita residual inferior a obtida pelo autor no tempo final do recozimento (180 s). A partir dos resultados obtidos na laminação a frio foram selecionadas três reduções de espessura para dar continuidade a pesquisa, sendo que estas amostras foram recozidas entre 15 e 180 s, obtendo uma amostra a cada 15 s. Em posse dos resultados obtidos a partir das caracterizações feitas em todas as etapas do processamento espera-se compreender os fenômenos associados a restauração da estrutura deformada a frio em função de diferentes reduções de espessura, destacando o ineditismo deste estudo. Além disso, buscou-se avaliar a microestrutura final obtida após os 180 s de recozimento em relação ao tamanho de grão

austenítico e a presença de estrutura ainda encruada e relacionando estas observações as melhorias na dureza obtidas para o aço ASTM 201LN.

1.2 MOTIVAÇÃO DO ESTUDO

Atualmente existe um grande interesse tanto acadêmico quanto industrial em realizar estudos que promovam melhorias significativas das propriedades mecânicas dos ASS's, em especial o ASTM 201LN. Embora a maioria destes estudos foram realizados com ASS's da série 300, uma vez que este ainda é o aço mais comercializado desta classe, verifica-se um grande potencial dos aços da série 200 em assumir essa parcela do mercado devido ao seu baixo custo, que é associado ao menor teor de Ni que estes possuem, que por sua vez é substituído total ou parcialmente pelo Mn, Cu ou N. Desta forma, torna-se importante avaliar a evolução estrutural e compreender os fenômenos que ocorrem durante o tratamento termomecânico para a reversão da martensita em austenita, concomitante a restauração da austenita encruada no aço ASTM 201LN previamente deformado a frio. Em vista disso, muitos estudos realizados com ASS's indicam que é possível obter uma estrutura mais refinada após um tratamento térmico de recozimento para reversão, que promove uma melhora significativa nas propriedades mecânicas destes materiais.

Diante deste cenário, esta Tese de Doutorado buscou estudar e compreender os fenômenos associados a restauração da microestrutura, que podem ocorrer durante o processamento termomecânico do aço ASTM 201LN, visando obter um bom refinamento de grão e, conseqüentemente, uma otimização das propriedades mecânicas deste material. Desta forma, espera-se que o estudo realizado nesta tese permita dar mais visibilidade para este material, mostrando seu potencial a frente dos atuais aços dominantes deste setor.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O estudo desta tese de Doutorado tem como objetivo geral avaliar a evolução estrutural dos fenômenos associados a transformação martensítica do aço ASTM 201LN, induzida no processo de laminação a frio e a posterior reversão em austenita e da restauração da austenita encruada, durante o recozimento. Esse processo termomecânico foi aplicado com o intuito de proporcionar o refinamento de grão austenítico e, conseqüentemente, no incremento da resistência mecânica.

2.2 Objetivos Específicos

Para atender o objetivo geral deste estudo foram realizadas algumas etapas de processamento deste aço que envolveu a laminação a frio, em diversos percentuais de redução, seguida de um tratamento térmico de recozimento para reversão.

Desta forma, com o intuito de realizar um estudo mais detalhado da evolução microestrutural do material em todas as etapas de processamento, foram realizadas análises com uso das seguintes técnicas de caracterização:

- *Ferritoscopia*: para quantificar o percentual de fase ferromagnética que se forma na laminação a frio, ou seja, a martensita alfa linha (CCC) que se distingue da ferrita delta residual presente na condição como recebida. Além disso, foi também observado o percentual desta martensita alfa linha que se reverte em austenita ao longo do encharque com tempos distintos no recozimento aplicado, assim como o percentual desta mesma fase revertida em austenita nos distintos tempos de encharque no recozimento;

- *Difração de Raios X (DRX)*: para identificar e quantificar as fases (austenita e martensita) pelo método de Rietveld, assim como calcular a partir do perfil dos picos de cada fase (austenita e martensita alfa linha) em separado a densidade de discordâncias pelo método de CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile);

- *Macro dureza Vickers*: para avaliar a resistência mecânica do material na condição como recebido, laminado a frio e recozido. Esta técnica permitiu avaliar a capacidade de incrementar a dureza do material obtida durante o tratamento termomecânico adotado;

- *Ultramicrodureza instrumentada*: para avaliar as propriedades mecânicas, como também da ocorrência do efeito TRIP, na microestrutura bifásica (austenita e martensita) formada em função da deformação imposta na laminação a frio e da reversão e recupe-

ração/recristalização resultantes dos distintos tempos de encharque no recozimento em comparação com as microestruturas monofásicas austeníticas das condições como recebida e após completa a reversão;

- *Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)*: para análise microestrutural com o auxílio do detector de elétrons retroespalhados (BSED). Por meio desta análise foi possível observar os aspectos microestruturais das amostras na condição CR, laminadas a frio nas reduções de espessura selecionadas e recozidas nos tempos selecionados;

- *Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)*: para análise microtextural das amostras na condição CR, laminadas a frio nas reduções de espessura selecionadas e recozidas nos tempos selecionados. Por meio desta técnica foram obtidos os mapas de fases, orientação e misorientação que permitiram avaliar os aspectos estruturais presentes nas amostras, assim como também avaliar o tamanho de grão.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Aços inoxidáveis

Os aços em geral são muito utilizados em diversas aplicações. No entanto, analisando alguns destes materiais quanto a resistência à corrosão, estes podem se apresentarem baixa resistência nesse sentido. Isso se deve ao fato destes aços sofrerem corrosão tanto em ambiente atmosférico quanto em meios ácidos e, além disso, formarem óxidos de ferro quando expostos a temperaturas altas. De contrapartida, existe um grupo de ligas a base de ferro, cromo e/ou níquel conhecidos como aços inoxidáveis que não apresentam o fenômeno corrosivo com extensiva perda de massa. Muitas destas ligas não sofrem corrosão em ambientes contendo ácidos concentrados e não se oxidam de forma a perder massa metálica expressiva em temperaturas de até 1100 °C (4).

Os aços inoxidáveis são ligas, tendo como base o sistema Fe-C-Cr, que possuem um percentual mínimo de 10,5% de Cr em sua composição, sendo esta a quantidade necessária para que o material não apresente corrosão na forma de óxidos de ferro na superfície, quando exposto à ambiente atmosférico. Isso acontece devido ao fato destes materiais formarem uma película muito fina e aderente de óxido de cromo na superfície, sendo que esta camada de óxido tem a capacidade de se regenerar sempre na presença de oxigênio, conferindo assim alta a resistência à corrosão destes materiais (17). Outros elementos químicos são adicionados em solução para que estas ligas adquiram outras características particulares e únicas na tecnologia de fabricação destes materiais. Entre estes elementos pode-se citar então o níquel, molibdênio, cobre, titânio, nióbio, alumínio, silício, nitrogênio, enxofre e selênio. Em relação ao carbono, este está presente em uma quantidade que varia de 0,03% em massa, valor limite inferior, a valores de mais de 1% (em massa), em ligas inoxidáveis martensíticas como os aços AISI 440A, AISI 440B e AISI 440C (AISI - American and Iron Steel Institute), muito utilizados em aplicações onde a resistência à abrasão e ao desgaste é objetivo a ser atendido (17, 18).

A microestrutura dos aços inoxidáveis pode ser influenciada diretamente pela composição química, dando origem a três microestruturas, em termos de matriz metálica: Ferrítica, Austenítica e Martensítica. Além disso, os aços inoxidáveis podem ser classificados em cinco classes (19):

- *Aços inoxidáveis ferríticos*: São ligas de ferro baseadas no elemento cromo onde a presença do elemento níquel é nula ou muito pequena. Este materiais possuem uma matriz com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) e tem como principal elemento de liga o cromo, com teor entre 11 e 30%. Visando à melhora na resistência à corrosão, o molibdênio

pode ser adicionado em algumas destas ligas e os elementos titânio e nióbio podem ser adicionados quando o objetivo é obter uma melhora na soldabilidade. Estes materiais são ferromagnéticos e pertence à série 400, tendo como exemplos os aços AISI (*American Iron and Steel Institute*) 405, 409, 430, 446 e 502. Também são relativamente baratos, quando comparados com outros aços inoxidáveis, pois não contêm níquel em sua composição (19).

- *Aços inoxidáveis martensíticos*: Estes materiais possuem matriz com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) e possuem teor de cromo entre 11 e 18%. Além disso, possuem um teor de carbono acima de 0,1% para a manutenção da microestrutura martensítica. O nitrogênio em algumas ligas é adicionado com o objetivo de também obter um aumento na resistência mecânica. Estes aços se tornam muito necessários quando a aplicação requer propriedades como boa resistência à tração, fluência e resistência à fadiga combinadas com resistência à corrosão. Em algumas ligas uma pequena quantidade de níquel pode ser adicionada em conjunto com uma redução de carbono com o intuito de obter uma melhora na soldabilidade, uma vez que estes materiais são considerados limitados nesse sentido. Algumas vezes o elemento enxofre é adicionado com o intuito de obter uma melhora da usinabilidade. Estes aços são ferromagnéticos e endurecíveis por meio de tratamento térmico. Também pertencem a série 400, podendo citar como exemplos os aços AISI 403, 410, 416, 420 e 422 (19).

- *Aços inoxidáveis austeníticos*: Caracterizam-se por ser o maior grupo dos inoxidáveis e são ligas que tem como base o sistema Fe-Cr-Ni. O teor de carbono nestes materiais é, em geral, inferior a 0,08%. Estes materiais possuem uma matriz de estrutura cúbica de face centrada (CFC) e são não magnéticos. Estes aços possuem a capacidade de resistirem à corrosão em diversos meios, possuindo também características favoráveis de conformação mecânica e soldabilidade. Também apresentam capacidade de resistir ao impacto em baixas temperaturas, sendo frequentemente utilizados em aplicações criogênicas. São materiais paramagnéticos quando devidamente solubilizados por meio de recozimento devido à microestrutura austenítica. São divididos entre as séries 200 e 300, sendo que os mais conhecidos são os da série 300, como por exemplo, os aços AISI 301, 304, 308 e 316. No entanto, devido à presença de níquel, os ASS's da série 300 possuem um elevado custo. Porém, parte do níquel pode ser substituído por manganês e/ou nitrogênio formando a série 200, o que os torna mais baratos em comparação com os da série 300. Os principais aços desta série são: AISI 201, 202 e 204 (19).

- *Aços inoxidáveis duplex*: São ligas compostas pelas fases ferrita e austenita constituindo a microestrutura da matriz, sendo que procura-se manter um balanço proporcional entre estas duas fases. Nesse sentido, estas ligas combinam muito das propriedades dos inoxidáveis ferríticos assim como dos austeníticos. Estes aços apresentam uma composição do tipo Fe-Cr-Ni-Mo, com teores de 18 a 27% de Cr, 4 a 7% de Ni e 1 a 4% de Mo. Os aços pertencentes a esta família são: AISI 329, UNS S32304 e UNS S31803. Estes materiais

possuem menor teor de níquel quando comparado aos aços inoxidáveis austeníticos, porém apresentam propriedades mecânicas e de resistência a corrosão similares ou superiores aos austeníticos. Nestas ligas o carbono se apresenta em solução com valores baixos, atingindo 0,03% em massa em sua grande maioria (19).

- *Aços inoxidáveis endurecidos por precipitação*: estes materiais têm composição do tipo Fe-Cr (12 - 17%) - Ni (4 - 8%) - Mo (0 - 2%), em que a adição de elementos de ligas promovem o endurecimento da martensita por meio da precipitação de compostos intermetálicos à base de Al, Cu, Nb e Ti. Estes materiais podem ser classificados como austeníticos, semi-austeníticos e martensíticos. Um novo tipo destes inoxidáveis endurecíveis por precipitação existe atualmente, chamados de duplex. Nos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação é possível obter uma alta resistência mecânica, sem que haja perda de resistência à corrosão e da ductilidade. Os mecanismos de aumento da resistência estão principalmente associados com a transformação martensítica e o endurecimento por precipitação, sendo este último o mecanismo de endurecimento principal (19).

3.2 Aços inoxidáveis Austeníticos (ASS's)

Diante da importância dentro do cenário mundial dos aços inoxidáveis, entre todos os aços austeníticos mencionados no tópico anterior, os aços inoxidáveis austeníticos abragiram aproximadamente 80% da produção mundial de aços inoxidáveis durante o ano de 2020 (Figura 2). Estes materiais são apreciados pela equilíbrio entre a resistência à corrosão, boa soldabilidade aliada a elevada tenacidade. Devido ao fato de possuírem uma matriz austenítica não magnética, estes aços são considerados não magnéticos e por isso são ideais em aplicações criogênicas, pois não apresentam fratura na transição dúctil-frágil. Além disso, estes materiais apresentam ainda uma boa combinação das propriedades de resistência mecânica e corrosão em altas temperaturas, o que permite serem utilizados em quase todos os tipos de aplicações industriais. As aplicações destes materiais incluem sistemas de tubulação, trocadores de calor, tanques e vasos de processo para a indústria alimentícia, química, farmacêutica e de celulose.

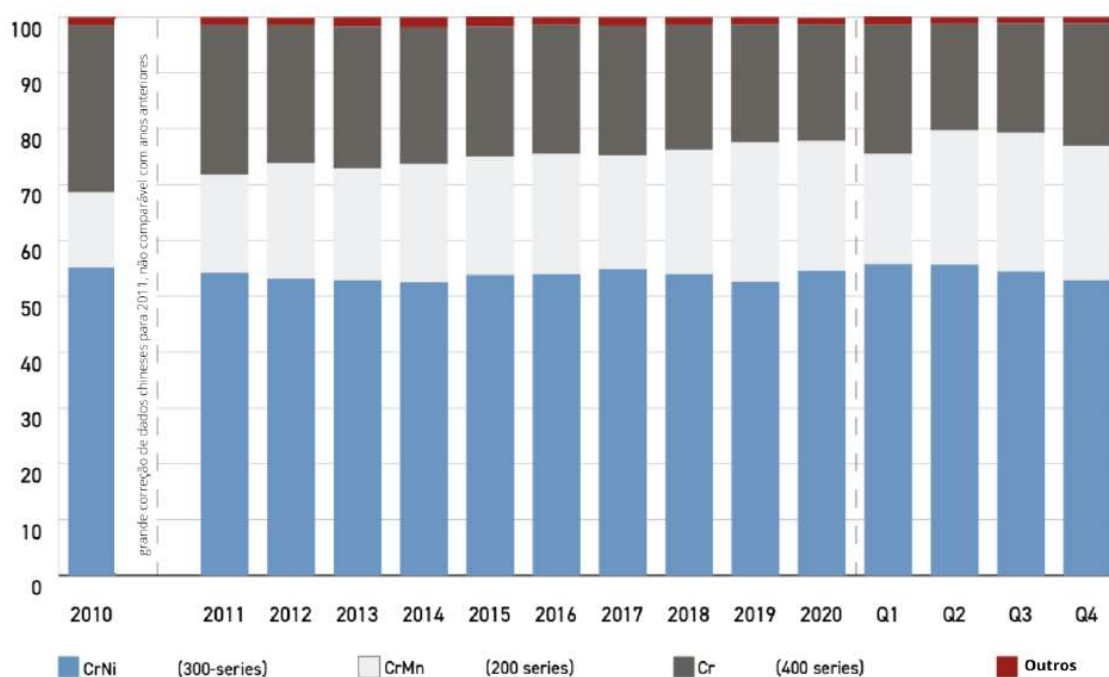


Figura 2 – Crescimento da produção dos Aços Inoxidáveis de 2010 a 2020 (adaptado de ISSF (3)).

Os aços inoxidáveis austeníticos (ASS's) têm como base o sistema Fe-Cr-Ni, com baixo teor de carbono, possuindo uma matriz predominantemente austenítica, sendo o níquel o principal estabilizador da austenita (19). Devido a presença destes elementos de ligas de cunho autenitizantes, independente da taxa de resfriamento que se aplica nos ASS's, em temperatura ambiente a austenita sempre estará presente de forma metaestável. No entanto, através de um processo de deformação a frio pode-se induzir a transformação da fase austenita na martensita (20, 21, 19). Este fenômeno é conhecido como plasticidade induzida por transformação (*TRIP - transformation induced plasticity*), que aumenta a resistência mecânica do material sem gerar prejuízos a ductilidade. Desta forma, a melhora destas propriedades conferem aos aços com efeito TRIP uma excelente capacidade de absorção de energia, essencial para muitas aplicações (19).

Entre os ASS's mais utilizados no mundo estão os da série 300, por apresentarem teores de Ni que satisfazem as propriedades desejáveis de boa resistência mecânica e a corrosão. Entretanto, estes também possuem maior valor agregado devido ao custo do teor de níquel que estes aços contêm. No entanto, nos últimos anos a demanda por estudos com aços da série 200 vem crescendo, pois devido ao alto valor do níquel este material se torna um grande promissor a substituir os da série 300 (20, 2). Inclusive esse é uma das motivações deste estudo de tese de doutorado, em que se estudou a evolução estrutural que ocorre durante o tratamento termomecânico que envolve laminação a frio e recozimento para reversão martensítica, que visou o aumento da resistência mecânica

através do refinamento de grão em um aço da série 200, o ASTM 201LN. O “L” presente na nomenclatura indica que a liga possui os menores teores de carbono e “N” indica teores superiores de nitrogênio. Na Tabela 1 são apresentados valores associados às composições químicas de diferentes ASS's das séries 200 e 300 (10, 22, 23, 13, 1, 9). Observando as composições dos aços exemplificados, nota-se que o percentual de Ni para os aços da série 300 é em média quase o dobro do apresentado pelos da série 200. Isso comprova o fato dos aços da série 200 serem mais baratos que os da da série 300, mostrando o potencial desses materiais para várias aplicações.

Tabela 1 – Composições químicas de diferentes ASS's da série 200 e 300 (10, 22, 23, 13, 1, 9).

Aço	%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%N	Cu
201	0,15	5,5 a 7,5	1	0,06	0,03	16 a 18	3,5 a 5,5	–	0,025	–
201L	0,03	7,4	0,28	–	–	17	3,7	0,01	0,2	0,05
201L	0,022	6,8	0,42	0,04	0,002	17,04	4,06	0,027	0,15	0,05
201LN	0,03	6,9078	0,3088	0,0381	0,0009	17,0043	4,0093	0,0188	0,2000	0,0239
304	0,05 a 0,015	2	1	0,045	0,015	16 a 18	6 a 8	–	0,1	–
304L	0,03	2	0,75	0,045	0,015	17,5 a 19,5	8 a 10,5	–	0,1	–
301LN	0,19	6,1	4,8	0,28	0,02	17	6	1,4	0,94	2,2
304SS	0,027	1,93	0,36	0,014	–	14,35	8,71	–	0,79	–

3.3 Transformações Martensíticas

No início dos anos de 1900, o alemão e metalurgista Adolf Martens foi o primeiro a observar o ocorrência das transformações martensíticas ao após expor um determinado aço em temperaturas dentro do campo austenítico e, posterior resfriamento brusco em água. Martens constatou nesse experimento que a dureza do material era elevada significativamente. Posteriormente, após um exame minucioso das amostras por meio da tecnologia disposta na época, bem como do prévio lixamento e polimento mecânico seguido de ataque químico para contrastar a microestrutura, ele observou em microscópio óptico que microestrutura obtida após esse experimento era extremamente fina e escura. Nesse sentido, essa fase foi batizada por "martensite", devido a transformação denominada de martensítica, em sua própria homenagem(2, 24).

Anos depois foi constatado que a transformação martensítica se traduz na transformação de uma fase-mãe, sendo a austenita (γ) em aços, em martensita via cisalhamento de estrutura cristalina. Essa transformação ocorre de forma espontânea devido a redução da temperatura e, em alguns casos, devido a aplicação de tensão externa. Por exemplo, na maioria dos aços com percentual de carbono acima da solubilidade na ferrita, a fase "mãe" de estrutura cúbica de face centrada (CFC) da austenita transforma-se em regiões de placas e/ou agulhas com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) em função da deformação da estrutura gerada pelo excesso de carbono, conhecido como deformação

de Bain (25). Por outro lado, se o teor de carbono for inferior ao limite de solubilidade na ferrita o que se observa é uma martensita de estrutura final cúbica de corpo centrado (CCC). Nos ASS's podem ser formadas a martensita α' (cúbica de corpo centrado, CCC) e a martensita ϵ (hexagonal compacta, HC). Para a formação da martensita CCC nestes aços é necessário que o teor de carbono presente na liga seja inferior ao limite de solubilidade na estrutura CCC em temperatura ambiente. Enquanto a formação da martensita HC se dá em função de quando a energia de falha de empilhamento (EFE) na fase austenítica (CFC) se colocar em faixa de valores que favorece a estabilização destas falhas quando a estrutura está sob ação de tensões cisalhantes nos estágios iniciais da transformação (25). As fases α' e ϵ são metaestáveis podendo ser revertidas em austenita quando aquecidas abaixo da temperatura de recristalização.

Na transformação martensítica observa-se a manutenção da correspondência atômica entre os vizinhos mais próximos na região transformada (fase produto) com a sua condição anterior não transformada (fase mãe), isto se dá pelo fato a transformação ocorrer sem difusão, ou seja, o novo arranjo da estrutura cristalina se dá por cisalhamento da mesma (26), conforme demonstrada na Figura 3.

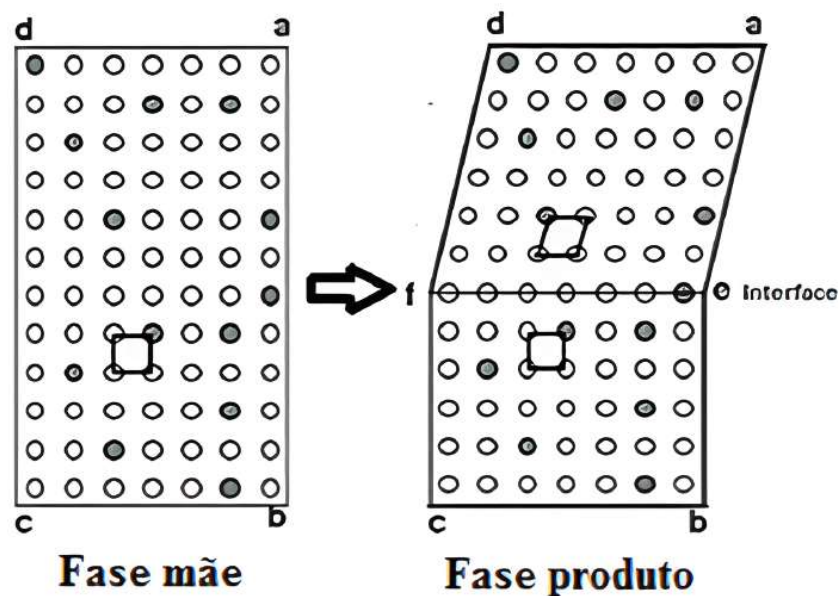


Figura 3 – Esquema do cisalhamento na transformação martensítica (adaptado de BHADESHIA (26)).

Observa-se na Figura 3 a existência de uma linha imaginária que separa a fase mãe e a fase produto, ou seja, nada mais é a representação da interface entre as duas fases que se retrata como um plano de arranjo em comum entre as duas estruturas cristalinas. Essa linha é conhecida como “plano de hábito” e devido a natureza da transformação ela pode ser coerente ou semi coerente, ou seja, em função da diferença de volume entre as estruturas

cristalinas da fase mãe a interface pode vir simplesmente acolher deformações elásticas (representada por um plano em comum entre as duas estruturas de volume próximos) ou também acolher deformação plástica pela acomodação de discordâncias (representada por discordâncias acomodadas gerando um desajuste onde deveria existir simplesmente um plano em comum). Nas ligas que apresentam transformação martensítica com a formação de interface semi coerente entre a fase mãe e produto, normalmente observada nas ligas ferrosas, torna-se difícil monitorar o processo de crescimento dos cristais de martensita, pois a cada núcleo de martensita formado este cresce rapidamente, em uma velocidade de aproximadamente $1/3$ da velocidade da propagação das ondas elásticas nos sólidos. Quando é cessado o crescimento pelo encontro de barreira (contorno de grão ou de fase / precipitado ou inclusão) no grão da fase mãe que originou este cristal de martensita observa-se que a interface entre as fases permanece inalterada (26, 25, 27).

Na transformação martensítica observa-se que uma deformação homogênea combinada em escala atômica com uma deformação não homogênea é capaz de obter uma interface não distorcida com um bom ajuste atômico. A deformação homogênea do reticulado é resultado da movimentação de discordâncias associado com a deformação por escorregamento ou maclação. Estes processos permitem acomodar o desajuste atômico que ocorreria na interface austenita/martensita (plano de hábito), que acarretaria em uma alteração de forma macroscópica. Na Figura 4 estão exemplificados os dois tipos de distorção no reticulado (28). Nota-se que a ripa de martensita provoca um relevo na superfície promovendo uma manutenção do plano de hábito pela acomodação obtida por escorregamento ou maclação. Isso resulta em uma superfície plana do ponto de vista macroscópico, com irregularidades em escala microscópica (26).

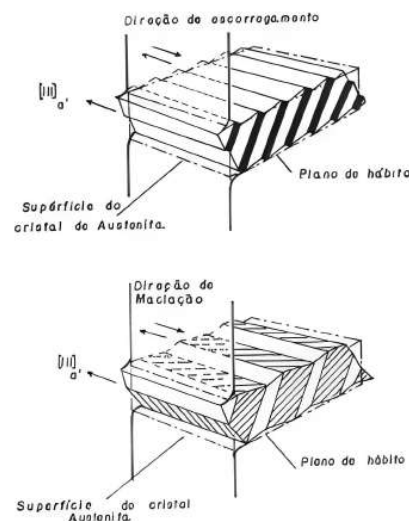


Figura 4 – Lamela de martensita formada através dos dois tipos de deformação do reticulado: escorregamento e maclação (adaptado de KELLY e NUTTING (28)).

A transformação martensítica também pode ser explicada sob o ponto de vista termodinâmico. Nesse caso, para que a transformação aconteça a energia livre de uma dada fase produto deve ser menor que a energia livre da fase mãe. A energia livre (G) representada na equação 3.1 e exposta na Figura 5 (29), que detalha a energia livre química em função da temperatura das fases, onde a fase mãe é estável até temperaturas superiores que T_0 . Ao passo temperatura decresce, a energia livre da fase mãe é incrementada de forma mais significativa em relação a fase produto, que por sua vez incrementa de forma mais suave até com que elas se igualem em T_0 . Entretanto, mesmo ocorrendo um mínimo de decréscimo de temperatura abaixo de T_0 a transformação não ocorre de maneira imediata, pois esta pequena diferença abaixo do ponto de equilíbrio não se traduz na força motriz necessária para resultar em valores de tensão cisalhante suficiente para que a transformação ocorra. Logo, para que o nível tensões cisalhantes geradas na estrutura da fase atinja a magnitude necessária para induzir a transformação e resulte em uma nova fase no material, é necessário a diferença entre as energias livres das fases atinja o patamar da força motriz da reação e que se dá a temperatura M_i , chamada de temperatura de início de transformação martensítica espontânea (25).

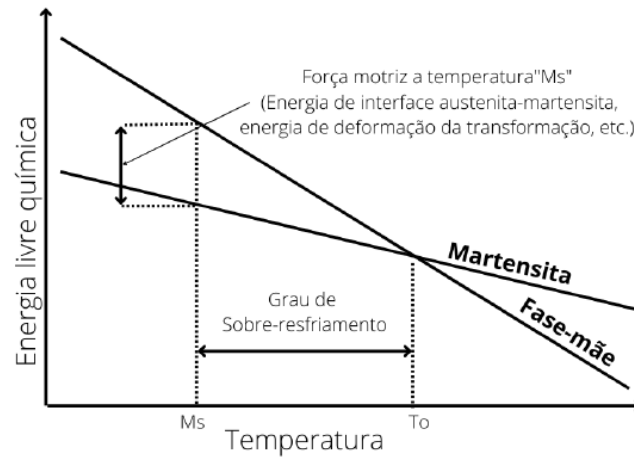


Figura 5 – Energia livre em função da temperatura para as fases mãe e martensita (adaptado de WAYMAN et al. (29)).

A força motriz pode ser calculada através da equação de Kaufman com base na composição química do material (Equação 3.1)(6), ou de forma genérica como apresentada pela Equação 3.2 (27, 30).

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} = (1 - X_{Cr} - X_{Ni})(5048,4 - 1,01 \cdot 10^{-2} T^2 + 6,46 \cdot 10^{-6} T^3) + X_{Ni}(-15540 + 2,97 \cdot 10^{-3} T^2 + 1,64 \cdot 10^{-7} T^3) + X_{Cr}(1932 + 4,2T) + X_{Ni}(1 - X_{Cr} - X_{Ni})(15120 + 2,43T(1 - \ln T)) - 26040 X_{Ni} X_{Cr} + X_{Cr}(1 - X_{Cr} - X_{Ni})(-11760 + 3,157)(3.1)$$

Sendo X_{Cr} e X_{Ni} são frações molares de Cr e Ni, respectivamente.

$$\Delta G = \pi R^2 t \Delta G_c + 2\pi R^2 \sigma + \pi R t^2 (A + B) \quad (3.2)$$

Sendo:

-Um núcleo de raio de curvatura “r” e espessura “t”, será estável apenas quando o raio atingir tamanho superior à de um raio crítico para formação de um cristal em formato de lente;

-O volume do núcleo formado associado a $\pi R^2 t$, é de uma unidade de energia livre (δG_c);

-A interface entre a fase mãe (austenita) e fase produto (martensita), possui área igual a $2\pi R^2$ e energia interfacial por unidade de área (σ);

-A deformação a nível atômico provocado pela transformação, possuem dois parâmetros: A(t/R) associado a componente de energia de caráter elástico, sendo independente da dimensão do volume criado e B(t/R) de caráter plástico e só é considerada em conjunto com a energia interfacial, se a diferença volumétrica entre as fases mãe e produto for muito significativa (27, 30).

De acordo com a Equação 3.2 proposta pelos pesquisadores (6, 27, 30) e em função da descrição exposta acima sobre cada termo que compõe a equação da energia livre, pode-se classificar as transformações martensíticas como:

-*Transformação Martensítica Termoelástica:* Nesta forma de transformação, as tensões cisalhantes não atingem os valores significativos além do limite de escoamento do material e a componente plástica da deformação exposta na equação 3.2 em conjunto com a energia interfacial pode ser desprezada, com isto em M_i tem-se energia suficiente para nucleação da nova fase, porém seu crescimento se dá forma gradativa com a redução da temperatura entre M_i e M_f . Isso se dá devido a diferença volumétrica entre as fases mãe e produto não serem tão significativa, de modo que a movimentação atômica não deforma a estrutura. Em outras palavras, pode-se inferir que durante a transformação martensítica termoelástica não ocorre tantos defeitos na rede cristalina do material (a citar a não acomodação de discordâncias na interface entre as duas fases, mantendo esta coerente). Deste modo, a reversão da fase produto para a fase mãe não necessita a assistência de processos difusionais, fazendo com o que esta transformação seja considerada reversível do ponto de vista cristalográfico (27, 30).

-*Transformação Martensítica Não-Termoelástica:* Ao contrário da transformação termoelástica, as tensões cisalhantes geradas são de magnitude superiores a tensão limite de escoamento do material, visto que são significativos os valores da componente plástica de deformação e da energia interfacial. Desta forma, tem-se energia suficiente em M_i

para nucleação e crescimento total dos novos cristais da fase produto a uma velocidade de 1/4 da velocidade de propagação das ondas elásticas nos sólidos e com a redução a temperatura surgem novos núcleos que crescem rapidamente de forma semelhante em função do incremento das tensões cisalhantes geradas. Assim, a diferença de volume entre a fase mãe e produto é mais significativa, incrementando muito mais quando da pela presença de elementos intersticiais na solução sólida. A nível estrutural, as tensões cisalhantes ultrapassam ao limite do escoamento da fase mãe e a deformação plástica é induzida na estrutura. Desta maneira, como a fase mãe é modificada significativamente a nível estrutural pela inserção de tensões cisalhantes e com o aumento de discordâncias na rede cristalina junta interface com a fase produto, gerando uma interface semicoerente, a transformação de reversão da fase produto para a fase mãe só é obtida por meio de processos difusionais. Isso permite dizer que esta transformação é irreversível do ponto de vista cristalográfico (27, 30).

Ambos os tipos de transformações martensíticas, termoelásticas e não-termoelásticas, podem ser induzidas espontaneamente (por ciclagem térmica) e em alguns casos também podem ser induzidas quando a fase mãe é solicitada mecanicamente acima de M_i , onde a força motriz requerida é composta pelo somatório da energia livre térmica da energia livre mecânica na temperatura que se dá solicitação e de magnitude superior a força motriz em M_i (31). Um exemplo dentro do universo das transformações martensíticas não termoelásticas que se dá esta indução de transformação martensítica por solicitação mecânica são algumas composições específicas de aços inoxidáveis austeníticos que apresentam a fase austenita "estável" em temperatura ambiente, apesar da temperatura de equilíbrio (T_0) em que as energias livres da austenita e martensita se igualam é bem superior a esta. Porém, esta estabilidade da fase mãe não depende apenas de sua composição química e estrutura cristalina apresentada e, quando alguma tensão externa é aplicada nesta fase de modo que a deformação imposta somada a energia química da fase é atingida em uma dada temperatura, pode-se ocorrer a transformação martensítica induzida mecanicamente. Este fenômeno recebe o nome de efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*). Alguns fatores como a taxa de deformação e o tamanho de grão austenítico também são de grande importância para a estabilidade da austenita, de modo que pode retardar ou acelerar a transformação (32).

3.4 Efeito TRIP

As primeiras observações de aços com efeito TRIP (transformation induced plasticity) foram feitas na década de 30 por Scheil, que observou a formação de martensita em ligas de Ferro-Níquel quando estas ligas eram submetidas a deformações. Duas hipóteses foram propostas por Scheil, sendo que a primeira é a “Hipótese da Tensão”, na qual diz que para que transformação martensítica ocorra é necessário uma tensão cisalhante

mínima. A segunda é a “Hipótese da Instabilidade”, que a sugere que a transformação ocorre espontaneamente quando a temperatura de início da transformação martensítica é atingida (24). O efeito TRIP proporciona uma significativa melhoria em algumas propriedades mecânicas nos aços, devido a deformação a frio da austenita que por sua vez se transforma em uma martensita que apresenta ductilidade e maior resistência a deformação, o que promove um aumento significativo na taxa de endurecimento por deformação e na resistência mecânica do material (24).

O efeito TRIP foi também observado por ZACKAY e PARKER (8), que propuseram no final da década de 60 a primeira exploração prática de aços com efeito TRIP. Estes autores utilizaram aços austeníticos de alta liga, com altos teores de níquel e outros elementos austenitizantes, como aços TRIP, no qual eram denominados como aços austeníticos metaestáveis. Após a laminação a quente e resfriamento em nitrogênio líquido, os aços austeníticos de alta liga apresentavam ainda uma quantidade significativa de austenita retida. A fase austenita estável em temperatura ambiente é alcançada graças aos elementos estabilizantes desta, como o níquel. Por meio destes experimentos, estes autores mostraram que ao deformar um aço austenítico a temperatura ambiente era possível obter altos valores de alongamento, algo em torno de 80%, devido à transformação martensítica induzida mecanicamente (2).

Na Figura 6 (33) está exposto o gráfico da tensão versus temperatura, que explica os fenômenos que ocorrem durante o efeito TRIP. Neste caso a austenita (fase mãe) estável, ao ser submetida a uma sollicitação mecânica externa perde a sua estabilidade devido à tensão aplicada, se tornando passível de sofrer uma transformação de fase induzida por tensões que resultem, em função da temperatura de deformação, então em deformação elástica ou plástica. Assim a sollicitação mecânica imposta ao material pode resultar na nucleação da martensita de duas formas: nucleação induzida por tensão elástica e nucleação induzida por deformação plástica (34).

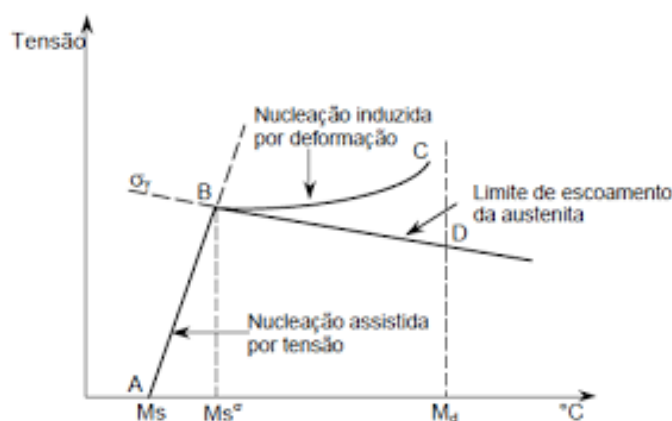


Figura 6 – Gráfico tensão versus temperatura e influência da tensão elástica e deformação plástica no efeito TRIP (Adaptado de COHEN e WAYMAN (33)).

Na nucleação induzida por tensão, a solicitação mecânica é aplicada em uma faixa de temperatura pouco acima da M_i (temperatura de início da transformação martensítica espontânea), sendo suficiente para nuclear a martensita (fase produto), abaixo da tensão do limite de escoamento da austenita (fase mãe). Desta forma são geradas deformações do tipo elásticas suficientes para incrementar a energia livre da austenita e torná-la instável. Mas à medida que a temperatura aumenta, o limite de escoamento da fase austenítica diminui e isso faz com que seja necessária uma tensão maior para induzir a nucleação da martensita. Sendo assim, quando a temperatura limite M_i^α é atingida se faz necessária a ocorrência de deformação plástica na fase austenítica, que faz com que o movimento e a interação das discordâncias resultem microregiões encruadas no interior do grão austenítico vizinhas a regiões não deformadas, gerando assim interfaces entre estas microregiões que são substratos para a nucleação de cristais de martensita que crescem nas microregiões não deformadas. Neste caso a nucleação da martensita passa a ser induzida por deformação plástica. À medida que a temperatura continua aumentando, é necessário tensões cada vez maiores para que a nucleação da martensita aconteça, atingindo uma temperatura M_d (término da transformação martensítica), não sendo mais possível a nucleação, pois a fração de regiões de deformada no interior dos grãos austenita basicamente consome toda a matriz (34, 27).

Ao longo dos últimos anos, pesquisadores se propuseram a equacionar de forma empírica os valores das temperaturas de transformações que levam em consideração a composição do material: M_i e M_d . Entretanto, a temperatura M_d é muito complexa para ser determinada e por isso ANGEL (35) estabeleceu a Equação 3.4 para determinar M_d , que é a temperatura em se obtém 50% de martensita com um percentual de deformação verdadeira de 30%. As equações obtidas por CINA (36) e por ANGEL (35) estão descritas pelas Equações 3.3 e 3.4, respectivamente.

$$M_i = 1305 - 1665(\%C\%N) - 28(\%Si) - 33(\%Mn) - 48(\%Cr) - 61(\%Si) \quad (3.3)$$

$$M_{d30}(^{\circ}C) = 462 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,55(\%Mo) \quad (3.4)$$

O efeito TRIP também pode ser explicado sob o ponto de vista termodinâmico. Na Figura 7 (37) está exposto o gráfico de energia livre versus temperatura para a austenita e martensita. Analisando este gráfico, observa-se que acima de T_0 a energia livre da martensita é maior que da austenita. À medida que a temperatura diminui a energia livre de ambas as fases aumentam até atingir a temperatura de equilíbrio T_0 , sendo que

a austenita se torna instável e a martensita metaestável. Porém, mesmo com ambas as energias se igualando neste ponto, a transformação martensítica ainda não possui energia suficiente para ocorrer, devido a força motriz requerida para uma transformação de natureza adifusional. Sendo assim, é necessário que o decréscimo de temperatura seja grande o suficiente para que a nucleação da martensita se inicie. Em outras palavras, precisa-se de uma força motriz ΔG para que os embriões de martensita se tornem núcleos estáveis (34, 38).

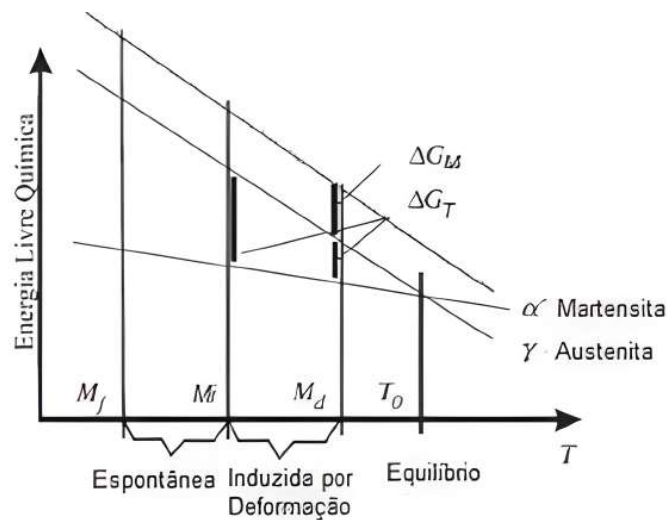


Figura 7 – Gráfico da energia livre versus temperatura, para o efeito TRIP (Adaptado de ANDRADE-CAMPOS et al. (37)).

Com a continuação do decréscimo da temperatura, ao entrar no campo austenítico (entre M_i e M_d) a austenita consegue aumentar a sua energia livre ao ser submetida a algum tipo de solicitação mecânica, podendo ser de natureza plástica ou elástica. Sendo assim, a austenita passa a ter um grau de estabilidade e isso faz com que uma nova temperatura de equilíbrio T_0' se estabeleça entre a austenita deformada e a martensita. Isso causa uma desestabilização no sistema e uma força motriz passe a existir, permitindo que a transformação martensítica seja iniciada induzida por plasticidade. Essa força motriz é composta por um ΔG térmico e um ΔG mecânico. Quando o sistema entra em um campo de temperatura entre M_i e M_f , a transformação martensítica ocorre somente por ciclagem térmica, em que novos grãos de martensita surgem e crescem rapidamente até atingirem M_f (temperatura final da nucleação de martensita por ciclagem térmica) (34). Por outro lado, acima de M_i e abaixo de M_d , quando o somatório do Delta G térmico e um Delta G mecânico em dada temperatura supera o valor de do Delta G térmico em M_i a transformação martensítica é induzida mecanicamente, ou seja, é observado o efeito TRIP.

3.5 Fatores que influenciam na transformação martensítica no efeito TRIP

Para uma melhor compreensão dos fenômenos envolvidos na transformação martensítica quando da ocorrência do efeito TRIP, é importante entender os principais fatores que afetam a microestrutura formada durante a sollicitação mecânica. Os fatores selecionados para serem discutidos nesta tese foram: energia de defeito de empilhamento; temperatura; taxa, modo e grau de deformação e tamanho de grão da austenita (TG).

3.5.1 Efeitos causados pela energia de defeito de empilhamento

A energia da falha de empilhamento é um defeito característico dos materiais cristalinos, sendo que estes defeitos são dependentes da estrutura cristalina, composição química e temperatura. Algumas estruturas cristalinas com arranjos planares semelhantes podem se diferenciar através de empilhamentos destes planos arranjados em uma determinada sequência regular, tendo como exemplo as estruturas cristalinas hexagonal compacta (HC) e cúbica de faces centrada (CFC). Essas sequências regulares podem ser alteradas nos metais por deformação plástica ou por aglomerados de defeitos puntiformes criados pela irradiação do material por partículas pesadas de alta energia ou pelo processo de têmpera (39).

A possibilidade da formação das falhas de empilhamento em soluções sólidas metálicas permite obter um melhor entendimento em relação a muitas propriedades de ligas, aços e demais materiais com estruturas cristalinas CFC e HC. Alguns fenômenos como endurecimento por trabalho a frio (encruamento, transformação induzida por plasticidade), mudança na resistividade elétrica, recristalização, textura na deformação, fluência, cristalografia da transformação de fases, morfologia de fase e muitos outros, têm sido correlacionados a presença de falhas de empilhamento e com a respectiva energia desta associada a este defeito (40).

A estrutura cristalina dos aços austeníticos inoxidáveis (ASS's) é CFC, que é obtida através do empilhamento de planos com alta densidade atômica $\{111\}$, organizados em uma sequência regular do tipo ABCABCABC..., sendo que esta sequência pode ser alterada localmente por meio de deformação plástica originando um defeito de empilhamento (20). Esta alteração pode acarretar a retirada ou na introdução parcial de um plano de átomos, chamados, respectivamente, de defeito de empilhamento intrínseco ou extrínseco. Estes defeitos de empilhamento são delimitados por discordâncias parciais e é por meio de medidas entre estas discordâncias que a energia da falha de empilhamento (EFE) é determinada, com o auxílio de um microscópio eletrônico de transmissão (MET) (41).

SHEN et al. (23) realizaram um estudo com o aço 304SS, em que analisaram por

MET as características típicas da microestrutura deste aço em vários níveis de tensão. Os autores também calcularam, com o auxílio desta mesma técnica, as frações de maclas e de martensita induzida por deformação. Os resultados de MET mostraram que as tanto a fração de maclas quanto a de martensita aumentam até um aumento de deformação de 57%, conforme pode ser visto na Figura 8 (b). Neste estudo citado acima foi observada uma maior tendência à formação de martensita do que à de maclas. Por exemplo, para um nível de deformação verdadeira de 20%, a fração de maclas alcança 17%, enquanto a de martensita é de somente 8%. Entretanto, quando a deformação verdadeira aumenta para 57%, a fração de martensita aumenta para 53%, contra 45% da fração de maclas. Quando a deformação verdadeira ultrapassa 57% a fração de martensita continua crescendo até 62%, enquanto a fração de maclas cai para 32%. Esses resultados mostram que o processo de transformação martensítica foi completo, enquanto a presença de maclas de deformação pode ser somente um mecanismo de deformação intemediário durante a deformação do aço 304SS (23).

A EFE influencia de maneira bastante significativa a microestrutura do material e, conseqüentemente, suas propriedades. Quanto maior for a EFE, que é dada por unidade de área como mJ/m^2 ou erg/cm^2 , maior a proximidade das discordâncias parciais. Isso causa uma diminuição da área defeituosa, as discordâncias adquirem maior mobilidade e tendem a se aniquilarem com discordâncias de sinais opostos. Conseqüentemente, um material com alta EFE possui menor densidade de discordâncias, com um caminho médio livre maior que um material com baixa EFE. De contrapartida, os materiais que possuem baixa EFE possuem uma densidade de discordâncias maior, conseqüentemente, maior é a energia armazenada na deformação e menor é a mobilidade das discordâncias, pois maior é a distância entre elas. Devido a isso, o escorregamento de discordâncias se torna mais difícil e maior é a taxa de encruamento (20).

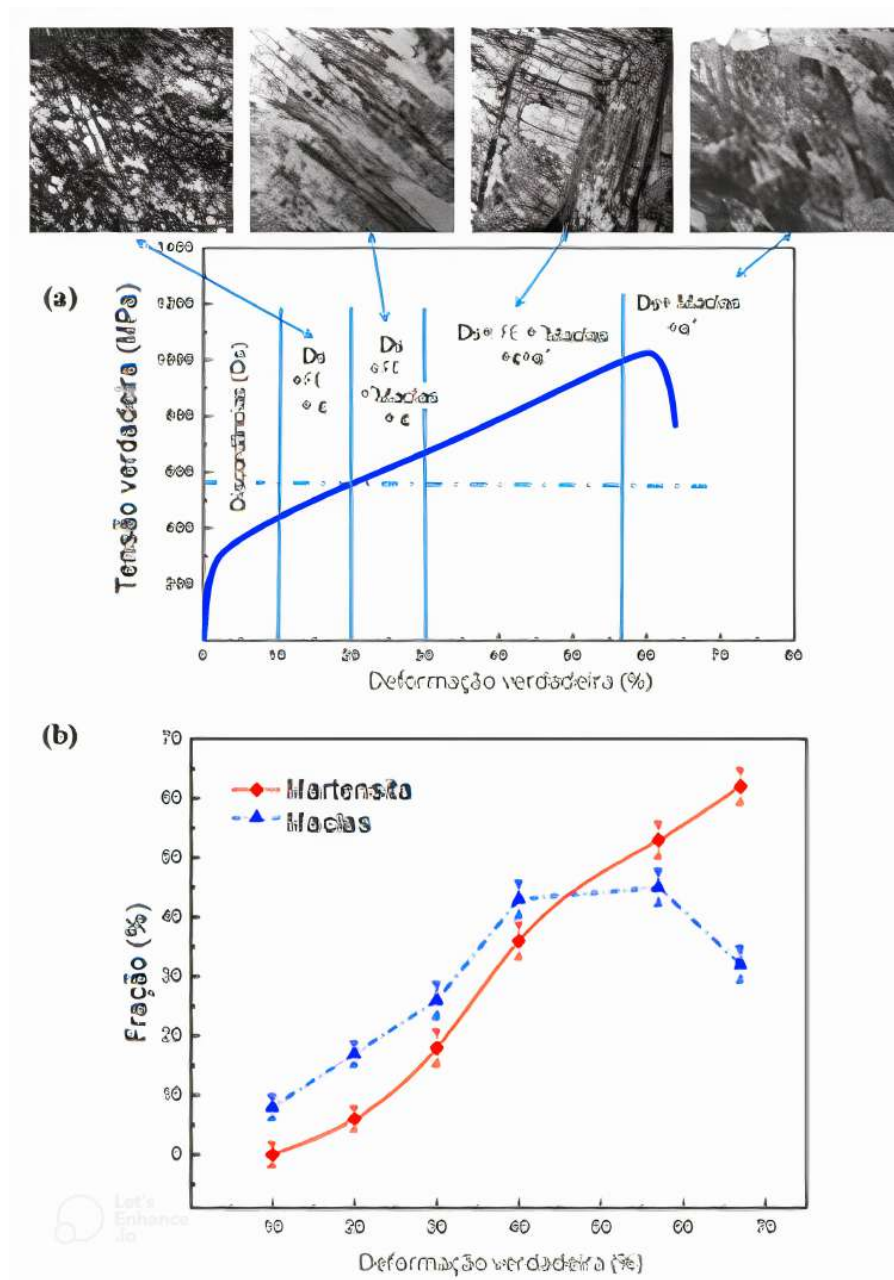


Figura 8 – (a) Características típicas de microestruturas deformadas do aço 304SS em vários níveis de deformação, e (b) frações de maclas e martensita obtida por MET em função da deformação verdadeira resultante Adaptado de SHEN et al. (23).

Entretanto, quando o deslizamento de planos é difícil, a deformação plástica pode acontecer através de maclas, que têm a sua ocorrência também influenciada pela EFE. Em materiais com estrutura CFC é difícil a formação de maclas, sendo necessário que a deformação aconteça em baixas temperaturas e que o escorregamento seja dificultado pela orientação cristalográfica. Neste caso, a ocorrência de maclas pode ser favorecida quando o

material apresenta uma EFE baixa, como no caso dos ASS's. A condição de baixa EFE faz com que estes aços tenham um aumento na densidade de discordâncias e de encruamento quando deformados a frio. Durante a laminação a frio podem ser formados dois tipos de microestruturas nos ASS's, em função do valor da EFE. Para valores de EFE altos, é formado um arranjo celular sem a presença de martensita induzida por deformação (ϵ e α'). Já quando os valores para EFE são baixos, como no caso destes aços, a microestrutura formada é composta por martensita induzida por deformação com discordâncias planares (42). Desta forma, pode-se observar que além de influenciar na densidade e distribuição de defeitos na estrutura cristalina, a EFE também favorece a formação de martensita induzida por deformação a frio nos ASS's.

Um dos fatores que influencia fortemente na EFE dos ASS's é a composição química. Devido a isso, Pickering em 1984 propôs uma equação que relaciona a EFE dos ASS's com a composição química, conforme a Equação 3.5 (43, 44).

$$EFE\left(\frac{mJ}{m^2}\right) = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \quad (3.5)$$

Os mecanismos de deformação nos metais também dependem muito da EFE. Em vista disso, SHEN et al.(23) sugeriam as faixas de EFE em que cada mecanismo de deformação ocorre, sendo que para:

- EFE < 18 mJ/m², ocorre transformação martensítica;
- EFE entre 18 e 45 mJ/m², ocorre maclagem;
- EFE > 45 mJ/m², ocorre deslizamento de discordâncias.

Na Figura 9 é demonstrada a relação da EFE com a formação da martensita induzida por deformação em algumas ligas de ferro, cromo e níquel. Observa-se que para as ligas com alto valor da EFE existe uma maior dificuldade na formação da martensita induzida por deformação (45).

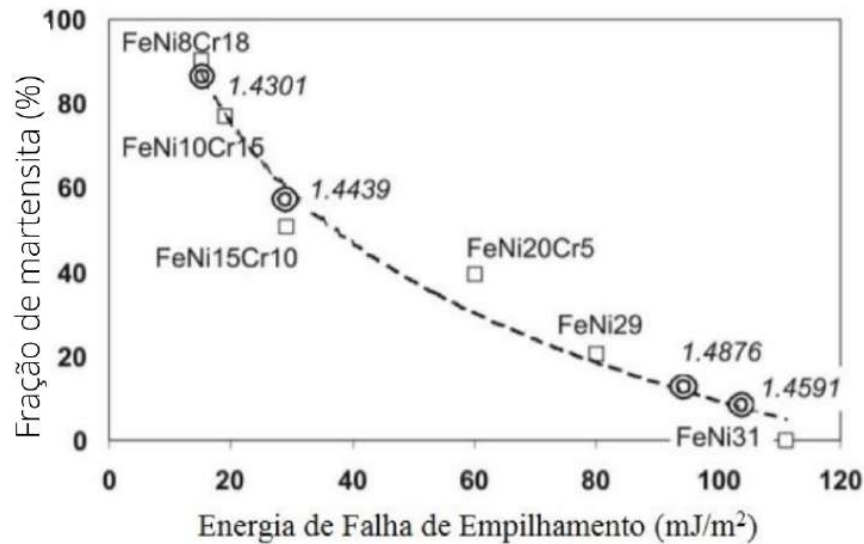


Figura 9 – Relação da EFE de algumas ligas Fe-Cr-Ni com a formação da martensita induzida por deformação (Adaptado de PINTO (45)).

A deformação plástica nos aços inoxidáveis austeníticos é muito dependente da EFE, sendo que quando estes possuem uma baixa EFE ($< 20 \text{ mJ/m}^2$) a transformação de fase martensítica (ϵ e/ou α') a partir da fase mãe austenítica se dá por efeito TRIP. Quando estes aços apresentam valores de EFE entre ($20 - 45 \text{ mJ/m}^2$) a deformação ocorre através de maclagem, fenômeno conhecido como plasticidade induzida por maclagem (TWIP). Neste caso, as maclas podem estar associada ao aumento da taxa de endurecimento pelo trabalho mecânico, assim como pela subdivisão dos grãos em regiões macladas e não macladas. Por fim, quando os ASS's apresentam altos valores de EFE ($> 45 \text{ mJ/m}^2$) as discordâncias raramente estão dissociadas, o que resulta num processo de deformação controlado pelo deslizamento de discordâncias (23). Alguns aços inoxidáveis austeníticos com teor de cromo mais baixo e níquel mais alto como, por exemplo, um aço do tipo 15%Cr-15%Ni apresentam EFE aproximadamente duas vezes maior que a de um aço inoxidável austenítico padrão 18%Cr-8%Ni. Estes materiais denominados de aços completamente austeníticos não se observam a formação de martensita (ϵ e/ou α') (20).

3.5.2 Efeitos causados pela temperatura

A temperatura é uma fator relevante na transformação martensítica em aços, uma vez que a fração de martensita formada durante a deformação tende a aumentar com o decréscimo da temperatura (20). NAGY et al.(46) realizaram um estudo com um ASS com 19% de cromo e 10% níquel com o intuito de avaliar a influência da temperatura para a formação das martensitas metaestáveis ϵ e α' durante a deformação. Os autores observaram (Figura 10) que com a diminuição da temperatura que se dá solitação

mecânica a quantidade de martensita formada incrementa-se significativamente até -120 °C(46).

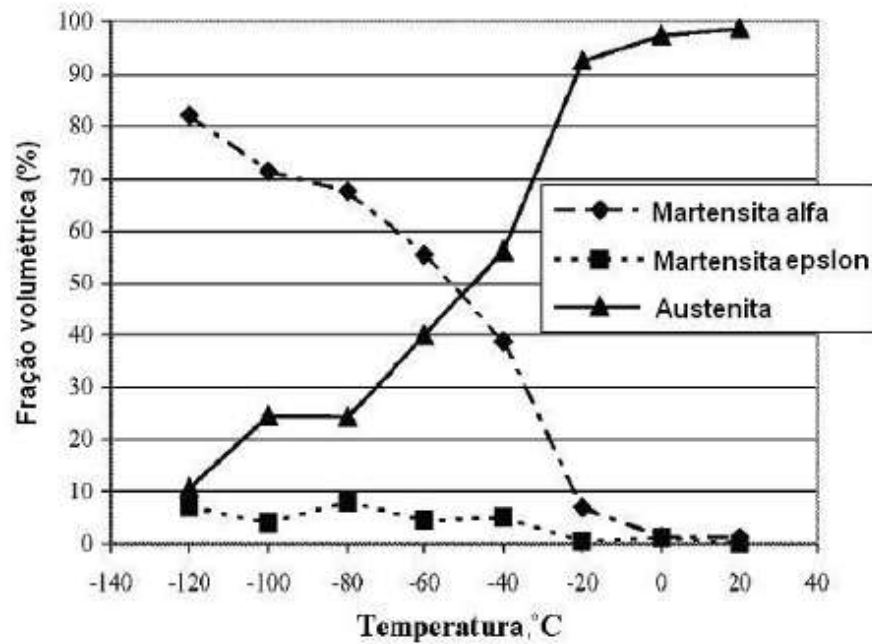


Figura 10 – Fração volumétrica das fases presentes em função da temperatura no aço KO36 (Fe-19%Cr-10%Ni) (Adaptado de NAGY et al. (46)).

HAMADA, et al.(43) realizaram um estudo com o intuito de avaliar o efeito da temperatura nos mecanismos de deformação. Para isso os autores avaliaram as propriedades mecânicas dos aços AISI 201 e 201L quando submetidos a ensaios de tração uniaxial, sendo que estes ensaios foram realizados com taxas de deformações de 5×10^{-4} e $10^{-2} s^{-1}$, em um intervalo de temperatura entre -80 °C e 200 °C. Os autores verificaram que a limite de escoamento e a resistência à tração aumentaram com o decréscimo da temperatura, principalmente abaixo de 100 °C, conforme pode ser visto nos gráficos da tensão verdadeira *versus* deformação expostos na Figura 11. Eles também verificaram que o mecanismo dominante de deformação em temperaturas abaixo da temperatura ambiente foi sustentada pela deformação da fase martensítica formada pela transformação induzida mecanicamente.

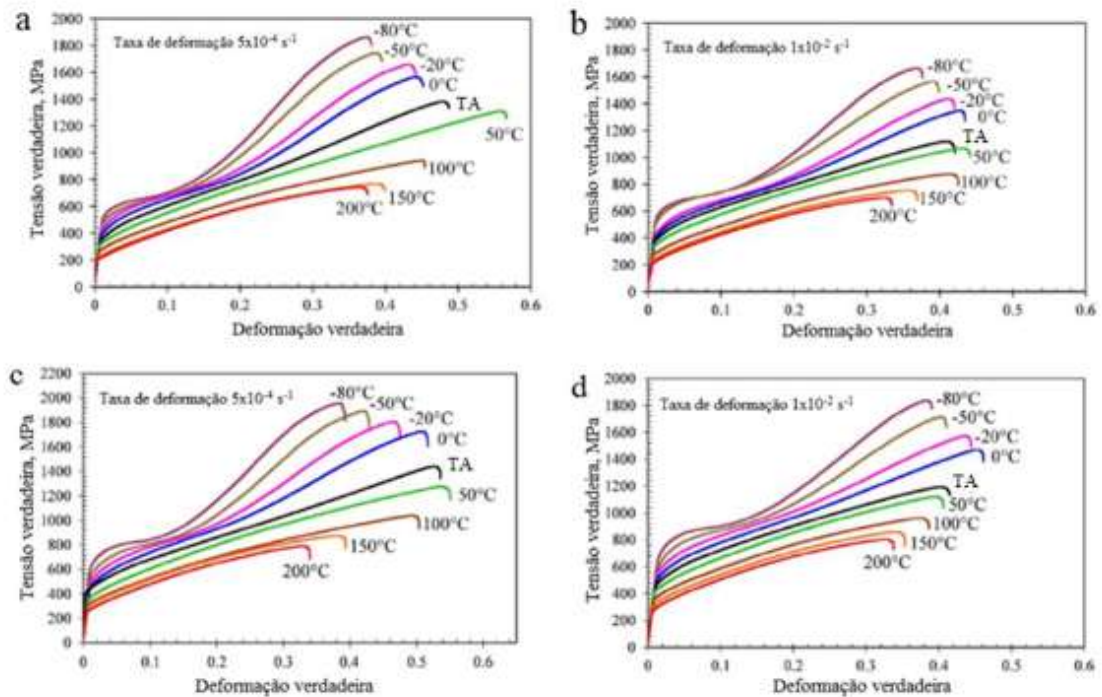


Figura 11 – Curvas tensão verdadeira versus deformação verdadeira nas temperaturas e taxas de deformação dos AIAs 201: (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) 10^{-2} s^{-1} e 201L: (c) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (d) 10^{-2} (adaptado de HAMADA et al (43)).

Neste mesmo estudo (43) os autores quantificaram através da técnica de ferritoscopia e Difração de Elétron Retroespalhados (EBSD) as frações de martensita α' para os aços avaliados, em função das temperaturas adotadas e deformações resultantes, conforme pode ser visto na Figura 12. Os resultados obtidos pelos autores nesta análise corroboraram com os resultados apresentados anteriormente nas curvas de tensão verdadeira *versus* deformação verdadeira, no qual os autores demonstraram que as maiores frações de martensita formada foram obtidas nas menores temperaturas de deformação. Além disso, os autores ainda ressaltam que a temperatura pode ter influência também na energia de falha de empilhamento do ASS 201L, devido ao seu baixíssimo teor de carbono e ter atingido uma fração maior de martensita do que a do aço 201L.

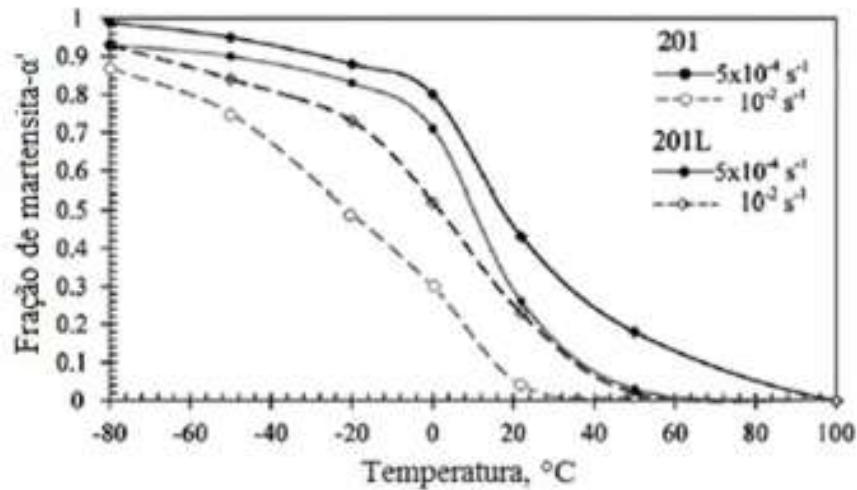


Figura 12 – Fração de martensita- α' em função da temperatura e taxa de deformação dos aços 201 e 201L (adaptado de HAMADA et al.(43)).

TOURKI e BARGUI (47), avaliaram a formação de martensita formada durante a deformação do aço AISI 304 em função da temperatura, com uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} . Neste estudo os autores também observaram que quanto menor é a temperatura, maior será a quantidade de martensita formada durante a deformação. ANGEL (35), também havia feito um estudo similar chegando a esta mesma conclusão, conforme pode ser visto na Figura 13 (35).

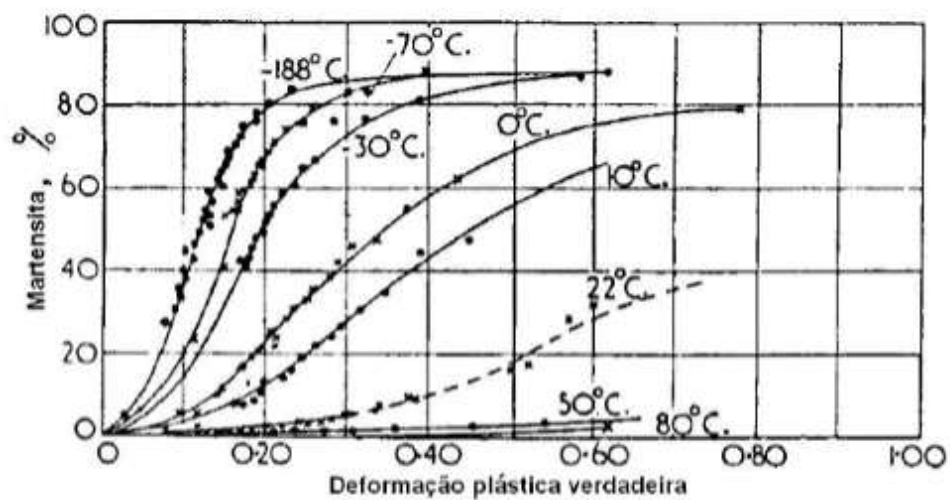


Figura 13 – Evolução da transformação martensítica induzida por deformação do aço AISI 304 com deformação de 10^{-3} s^{-1} (Adaptado de ANGEL (35)).

3.5.3 Efeitos causados pela taxa, modo e grau de deformação

A transformação martensítica é influenciada pela forma, taxa e da quantidade em que ocorre a deformação nos aços ASS's. Nesse sentido, com o intuito de avaliar como o modo, taxa e graus de deformação influenciam na transformação martensítica nestes aços, diversos autores realizaram estudos nos últimos anos nos ASS's devido ao fato destes materiais serem muito visados para o desenvolvimento de estruturas resistentes ao impacto, em virtude de sua capacidade de absorção de energia.

Um desses estudos foi realizado por TALONEN et al. (1), que avaliaram dois aços da série 300, os AISI 301LN e 304, em que estes foram submetidos a uma taxa de deformação uniforme entre 3×10^{-4} e 200 s^{-1} em tração uniaxial. Nesse estudo os autores demonstraram que devido ao aquecimento adiabático a transformação martensítica foi fortemente influenciada, ao passo que o limite de escoamento e encruamento foram influenciados. Isto ocorreu devido ao fato de que em maiores taxas de deformação o material não troca tanto calor com o ambiente externo e quando submetidos a taxas de deformações extremamente baixas, em regime quase-estático, a troca térmica é maior, e possibilita para que a transformação martensítica ocorra.

KHATAK e RAJ (48) realizaram um estudo com um aço ASS com composição 18%Cr-12%Ni-2%Mo, sendo que este foi deformado em diferentes taxas de deformação a 20 °C. Nesse estudo os autores verificaram que o aumento da taxa de deformação promove o aumento mais rápido do endurecimento que, conseqüentemente, acarreta a um aumento da resistência à tração (49), conforme pode ser observado na Figura 14.

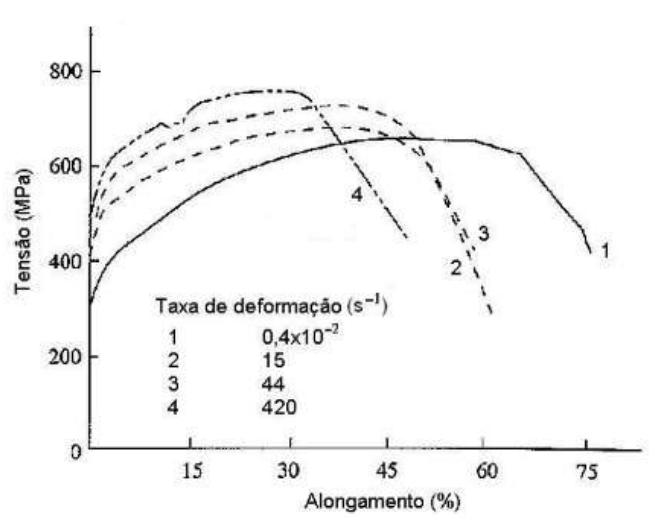


Figura 14 – Curva tensão versus deformação de um ASS 18%Cr-12%Ni-2%Mo deformado em diferentes taxas de deformação a 20 °C (adaptado de KHATAK e RAJ (48)).

SHEN et al. (23) realizaram um estudo com o intuito de fazer uma avaliação do percentual de martensita formada no aço 304SS durante a deformação para duas taxas de deformação distintas, 3×10^{-3} e $3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Posteriormente, os autores quantificaram as fases por meio das técnicas de DRX e EBSD. Por meio destes resultados os autores estabeleceram uma relação entre fração volumétrica de martensita formada como uma função da taxa de deformação aplicada e deformação resultante, a temperatura ambiente, conforme pode ser visto na Figura 15.

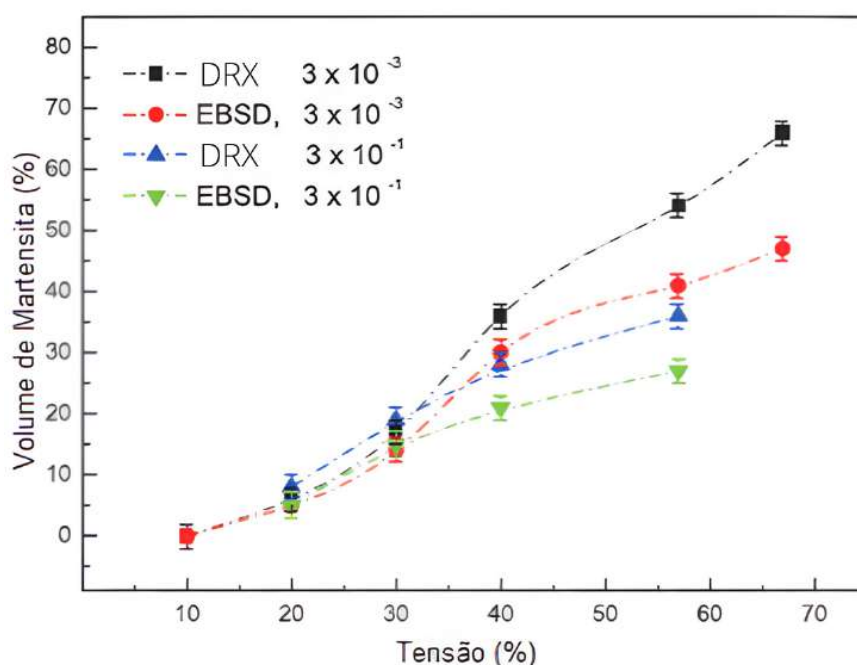


Figura 15 – Frações de martensita em uma função da taxa de deformação aplicada e deformação resultante a temperatura ambiente para o aço 304SS (Adaptado de SHEN et al. (23)).

Analisando a Figura 15 observa-se que a fração de martensita incrementa com o aumento da tensão, para ambas as taxas de deformação. No entanto, este aumento da fração de martensita se dá de maneira lenta, sendo que para a taxa de deformação maior foi observada uma tendência à transformação mais lenta. Os autores explicaram que a razão pela qual a transformação martensítica se dá de maneira mais lenta para uma maior taxa de deformação pode estar relacionada ao aumento da temperatura local, ocasionado pelo acúmulo de discordâncias que dificulta a continuidade do deslocamento destas e incrementando a fração de microregiões deformadas, suprimindo assim a transformação martensítica (23).

O grau de deformação também influencia fortemente no percentual de martensita induzida por deformação. HEDAYATI, et al. (44) realizaram um estudo que avaliou o efeito da laminação a frio na microestrutura e propriedades mecânicas do aço AISI 304L.

Neste estudo foram laminadas chapas deste aço para a obtenção de reduções entre 10 a 90%, em que foram fixadas as taxas de deformação em $2,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a 0°C . Foram obtidos os difratogramas desde a amostra solubilizada, ou seja, com 0% de redução até a amostra mais deformada, com 90% de redução, conforme pode ser visto na Figura 16.

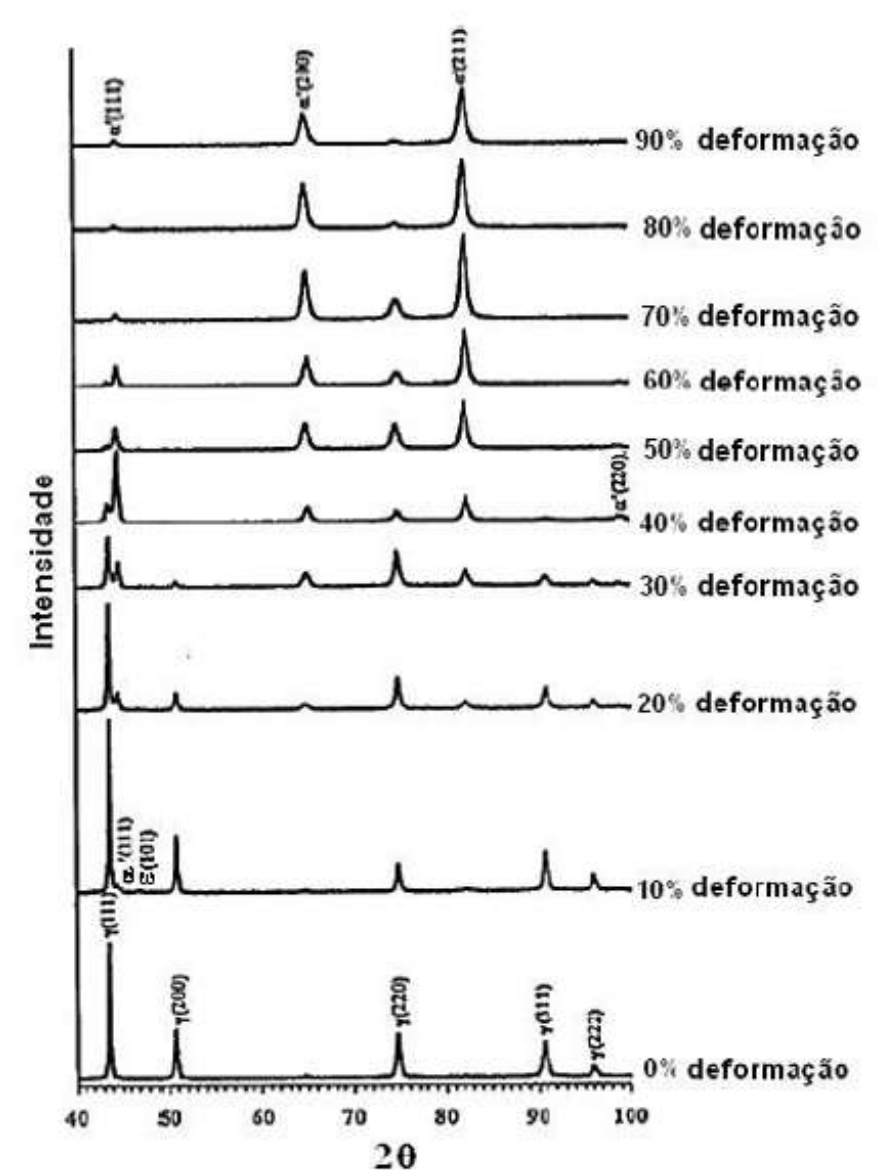


Figura 16 – Resultados de DRX do aço AISI 304L laminado a frio a 0°C (adaptado de HEDAYATI, et al.(44)).

Os resultados de DRX obtidos pelos autores mostraram que a amostra antes da deformação era totalmente austenítica. No entanto, com o aumento da deformação durante a laminação a frio, foi observado que os picos associados à fase austenítica diminuíram suas intensidades gradativamente, enquanto que os picos associados à martensita tiveram aumento em suas intensidades com o aumento da deformação. Os autores também obser-

varam que para deformações acima de 70% toda a austenita já havia sido transformada em martensita. Estes resultados mostram que a transformação martensítica, a partir da austenita metaestável, é fortemente influenciada com o grau de deformação (44).

Alguns outros estudos foram realizados com o objetivo de avaliar a transformação martensítica nos ASS's através de diferentes modos de deformação como laminação, ensaio de tração e torção. Um desses estudos foi realizado por PADILHA e SICILIANO JUNIOR (50), em que foi comparado efeito do modo de deformação (laminação a frio e ensaio de tração) na transformação martensítica no aço AISI 304. Os autores observaram que as frações volumétricas de martensitas ϵ e α' variam com o modo de deformação, sendo que durante o ensaio de tração ocorre um gradiente de deformação e de velocidade de deformação ao longo do corpo de prova, promovendo um gradiente de temperatura. Também foi visto que a fração volumétrica de α' induzida no ensaio de tração aumenta com o acréscimo da deformação.

3.5.4 Efeitos causados pelo tamanho de grão

O tamanho de grão austenítico também provoca uma grande influência na transformação martensítica. HEDSTRÖM, et al. (51), afirmam que os limites dos grãos atuam como barreiras para o crescimento dos núcleos de martensita, uma vez que estes núcleos se formam nos contornos de grão da austenita e crescem em direção a centro do grão. Desta forma, se o tamanho de grão da austenita for grande, mais espaço o núcleo da martensita terá para crescer. Entretanto, quando este grão for pequeno, menor será o espaço que o núcleo da martensita terá para crescer no interior do grão austenítico e rapidamente ele encontrará uma barreira, ou seja, outro contorno de grão ou de fase. Desta forma, fica evidente que quanto maior o grão austenítico, mais efetiva será a transformação martensítica resultando em um maior percentual de martensita formada nos estágios iniciais da transformação.

KISKO et al. (52) realizaram um estudo com um aço austenítico inoxidável 204Cu com 15%Cr e 9% de Mn, Ni e Cu, onde os autores partiram de quatro distintos tamanhos de grãos: 0,5, 1,5, 4 e 18 μm , conforme pode ser visto na Figura 17. Nesse estudo foi verificado que quando as amostras, com diferentes tamanhos de grãos, eram submetidas a uma deformação verdadeira constante de 2%, observaram que para os grãos mais finos com 0,5 e 1,5 μm de média, nos primeiros estágios da deformação a taxa de transformação martensítica foi mais rápida. Entretanto, nos estágios finais foi verificado um efeito contrário e um aumento da deformação. Isto deve-se ao fato de que a martensita ϵ é favorecida em estrutura de grãos menores, pois esta fase nuclea de preferência nos contornos dos grãos e, conseqüentemente, quanto menor o tamanho destes grãos mais contornos irão existir. No entanto, para os grãos maiores (tamanhos de 4 e 18 μm) os autores relataram que a força motriz para que a transformação martensítica iniciasse foi menor do que a dos grãos

finos. Ele atrelaram este fato a expansão de volume provocada pela transformação, uma vez que nos grãos grosseiros acomoda melhor a expansão de volume do que em grãos finos, ocasionando menor inserção de discordâncias na rede cristalina.

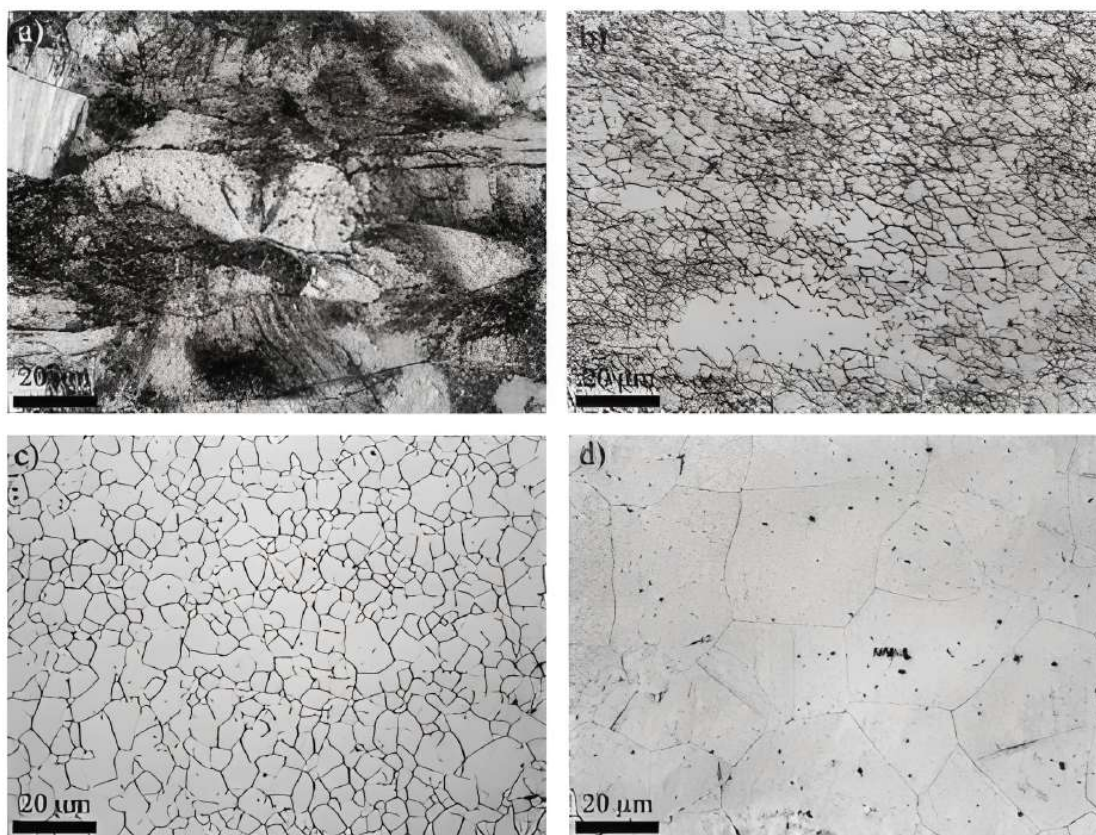


Figura 17 – Microestruturas ópticas evidenciando os tamanhos de grãos austeníticos no aço 204Cu a) 0,5 μm , b) 1,5 μm , c) 4 μm e d) 18 μm (Adaptado de KISKO et al. (52)).

Alguns autores relatam na literatura que o tamanho de grão pode influenciar a EFE e, conseqüentemente, na transformação de fase visto que a EFE diminui à medida que o tamanho de grão aumenta (23, 39). CHOI e WON (53) mostraram que o processo de dificultar a transformação martensítica através do refinamento de grãos, está correlacionado com o aumento da EFE. Isso pode ser explicado pelo trabalho de SHEN, et al. (23), que ao sugerirem as faixas de EFE em que cada mecanismo de deformação ocorre, estabeleceram que para valores de $\text{EFE} < 18 \text{ mJ/m}^2$, o mecanismo dominante será a transformação martensítica. Uma vez que a EFE aumenta para valores maiores que este, a mecanismo dominante de deformação passa ser por maclagem. Desta forma, observa-se que ao se refinar o grão acarreta em uma redução na quantidade de martensita formada.

3.6 Movimentação de Discordâncias

O comportamento mecânico de metais está normalmente relacionado à movimentação das discordâncias. No entanto, a quantidade de discordância pode muitas vezes impedir a movimentação de uma discordância em relação as outras, influenciando no limite de escoamento do material que é expresso pela equação de Taylor:

$$\sigma_e = \sigma_0 + \alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (3.6)$$

Sendo:

σ_e o limite de escoamento;

σ_0 o atrito intrínseco do reticulado;

α , G e b são constantes do material;

ρ a densidade de discordâncias.

Esse processo de alteração no movimento de discordâncias influencia na habilidade de um material de ser submetido a deformações plásticas, como operações de laminação, forjamento, estampagem e outras operações de conformação (54). Outro fator que pode influenciar o movimento das discordâncias é o tamanho dos grãos dos materiais policristalinos. A movimentação das discordâncias é função inversa do tamanho dos grãos pois, quanto menor for o diâmetro médio dos grãos maior será a quantidade de planos cristalinos em orientações diferentes, o que impede a movimentação das discordâncias. Nesse sentido, um material com granulometria grosseira possui menor dureza do que um material com granulometria fina, já que este último possui maior área total de contornos de grão para impedir o movimento das discordâncias (55).

Existem diversas técnicas para reduzir do tamanho dos grãos em metais, sendo possível reduzir o diâmetro médio de grão para $30 \mu\text{m}$ por processamentos termomecânicos convencionais, mas procedimentos baseados no controle da recristalização conseguem reduzir o tamanho médio de grão para 1 a $3 \mu\text{m}$, embora isto acarrete em um aumento no custo do produto (56). Esse último processo é realizado por meio de grandes deformações a frio seguidas por tratamento térmico de recozimento, fazendo com que possa ocorrer recristalização induzida. Em processos com altos níveis de deformação plástica o acúmulo de deformação acarreta em um refinamento microestrutural, levando a uma redução do tamanho do grão. Nestes processos conseguem obter um tamanho médio de grão inferior que $1 \mu\text{m}$ (57).

A microestrutura formada em processos com altos níveis de deformação resulta no aumento da resistência mecânica devido a diminuição do tamanho dos domínios e acumulação de defeitos, principalmente no arranjo das discordâncias (58). De acordo com

VALIEV e LANGDON (57), a resistência mecânica dos materiais ultra-refinados pode alcançar valores até 200% maiores que ligas com tamanho de grão convencional. Diante disso, torna-se possível produzir componentes com maior resistência mecânica sem a necessidade da utilização de elementos de liga (59).

Na evolução microestrutural o encruamento é gerado pelo aumento da densidade de discordâncias até atingir um limite de saturação. Neste ponto as discordâncias estão organizadas em arranjos celulares. A partir deste ponto, com o aumento da deformação a densidade não se altera, mas permite a rotação entre as células fazendo com que a desorientação local aumente, ou seja, contornos de baixo ângulo se tornam contornos de alto ângulo. Com isso são gerados sub-grãos até que os grãos atinjam o tamanho limite que é dado pelo tamanho do arranjo celular. Cada material apresenta um limite mínimo, que normalmente é em função da EFE do sistema (60).

De acordo com ROLLET e WRIGHT (60), o encruamento é dividido em quatro estágios:

Estágio I - A taxa de endurecimento é praticamente desprezível e está associada ao simples deslizamento das discordâncias (*single slip*), aparecendo somente monocristais;

Estágio II - A taxa de endurecimento incrementa e está associada a deslizamentos em diferentes direções, fazendo com que os grãos tendam a deslizar uns sobre os outros, rompendo-se e formando grãos menores. Esse estágio é praticamente independente da temperatura ou da taxa de deformação;

Estágio III - Nesse estágio a taxa de endurecimento é decrescente, associado com processos de recuperação dinâmica, deslizamento cruzado (*cross slip*). Esse estágio é mais influenciado pela temperatura e velocidade de deformação; e

Estágio IV - Velocidade de endurecimento é constante e tende a se estabilizar.

Em materiais com baixa energia de falha de empilhamento, como no caso dos aços inoxidáveis austeníticos, ainda estão associadas outros estágios (60):

Estágio I - Esse estágio é bem semelhante ao Estágio II descrito acima;

Estágio II - É dependente da energia crítica de densidade de discordância, com as maclas existentes para o surgimento de novas maclas;

Estágio III - Nesse estágio a taxa de maclas primárias formadas decresce; e

Estágio IV - Está relacionado com as concentrações necessárias para o aparecimento de maclas secundárias.

Nestes trabalhos de deformação a frio (encruamento), apesar de aumentar a resistência mecânica dos materiais, podem ser caracterizados por gerarem grandes tensões internas no material. Desta forma, geralmente após trabalhos de conformação, extrusão

ou laminação a frio costuma-se realizar tratamentos térmicos para alívio de tensões. O aumento da temperatura faz com que ocorra redução na densidade de discordâncias devido à difusão dos átomos. Esse processo faz com que a microestrutura do material se torne mais compacta e com maior caminho livre entre os defeitos.

3.7 Efeito TRIP nos Aços Inoxidáveis Austeníticos (ASS's)

A transformação martensítica nos aços inoxidáveis austeníticos pode ser induzida por deformação plástica ou tensão elástica, como resposta ao processo de deformação a frio acima de M_i . Este fenômeno é conhecido como efeito TRIP, explicado anteriormente em tópicos anteriores. Porém, neste tópico será dada mais ênfase em como este efeito se dá nos ASS's.

A susceptibilidade à transformação martensítica dos aços austeníticos inoxidáveis está relacionada com a energia de falha de empilhamento, que é afetada pela temperatura de deformação e a composição química (61). No entanto, dois diferentes tipos de estrutura martensítica podem ser formadas nestes materiais, a martensita ϵ (hexagonal compacta, HC) e a martensita α' (cúbica de corpo centrado, CCC). Outros fatores também influenciam na transformação martensítica como a taxa, modo e grau de deformação, assim como o tamanho de grão da austenita e temperatura de deformação, conforme já foi discutidos nos tópicos anteriores.

Vários estudos encontrados na literatura buscaram prover a transformação martensítica em ASS's por meio laminação a frio, ensaios de tração uniaxial em diversas taxas de deformação e, até mesmo em estudos mais recentes, utilizando deformação plástica severa em ensaios de torção em alta velocidade ou por prensagem em canais angulares (14, 9, 43, 15, 13). Estes estudos mostraram que quantidade de martensita tende a aumentar em condições mais severas de deformação (1, 62). Além disso, estes estudos tinham um objetivo geral em comum que era a obtenção do refinamento de grãos e, conseqüentemente, melhorias nas propriedades mecânicas destes materiais, como aumento da resistência mecânica com manutenção de apreciável ductilidade, após serem submetidos a condições específicas de recozimento subsequente a deformação a frio.

BELYAKOV et al. (63) realizaram um estudo a cerca das microestruturas formadas durante a deformação e as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis 304L e 316L, quando estes foram submetidos à laminação a frio. Nesse estudo, os aços foram laminados em temperatura ambiente em que sofreram deformações entre 0,4 a 4,0 mm/mm. Os autores associaram as mudanças estruturais ocorridas nestes aços ao desenvolvimento de maclas de deformação e a transformação martensítica, sendo que esta foi freqüentemente observada em microbandas de deformação e maclas de deformação. Na Figura 18 estão expostos os mapas de fases oriundos de análises EBSD obtidas pelos autores, em que

foram observadas a presença de subgrãos formadas pelo processo de deformação imposto na laminação a frio no interior do grãos, os quais se alongaram no sentido da direção de laminação, levando a microestruturas fibrosas que consistem em misturas de grãos de austenita e martensita altamente alongados em grandes deformações.

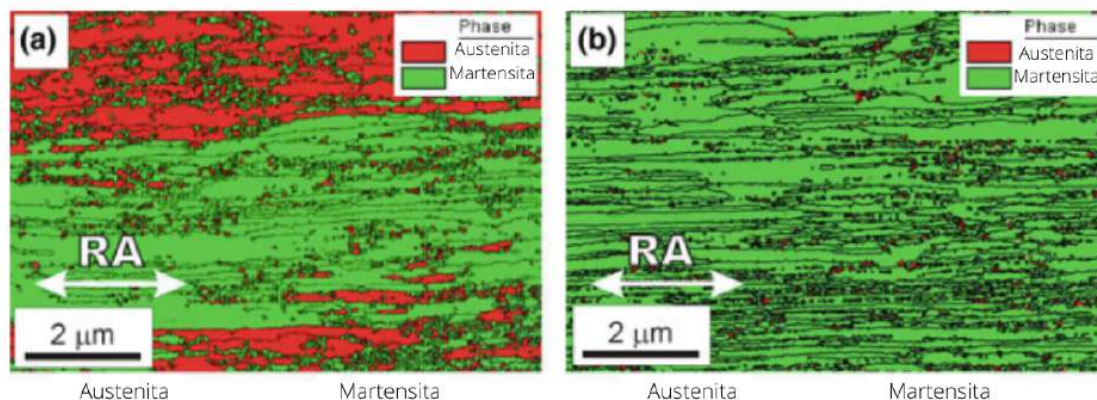


Figura 18 – Mapas de fases oriundos de análises EBSD a partir de microestruturas de deformação típicas desenvolvidas em aços inoxidáveis 316L (a) e 304L (b) por laminação a frio até uma deformação total de 4 mm/mm (Adaptado de BELYAKOV, et al. (63)).

BELYAKOV et al.(63) realizaram neste mesmo estudo uma análise a respeito da fração de martensita, tamanho de grão austenítico e da densidade de discordâncias, obtidos durante a deformação a frio, tendo com base na condição de partida um tamanho de grão austenítico de 21 e 24 μm nos aços 316L e 304L, respectivamente. Na figura 19 estão detalhados os resultados obtidos pelos autores. Analisando a fração de martensita (Figura 19 (a)), os autores observaram que as amostras de aço 304L exibiram aumento mais rápido na fração de martensita induzida por deformação durante a laminação a frio em comparação com as amostras de aço 316L. No entanto, para os dois aços analisado verificou-se que houve um incremento dessa fração com o progresso da deformação. Os autores notaram também que para os dois aços analisados, a laminação a frio foi acompanhada por uma diminuição do tamanho de grão austenítico (Figura 19 (b)) e um aumento nas densidades de discordâncias (Figura 19 (c)), sendo que a densidade de discordâncias na austenita excedeu a da martensita. Por fim, os autores verificaram nesse estudo que após laminar a uma deformação verdadeira de 4, os limites de escoamento obtidos nas amostras de aço 304L e 316L foram de 2115 e 1825 MPa, respectivamente.

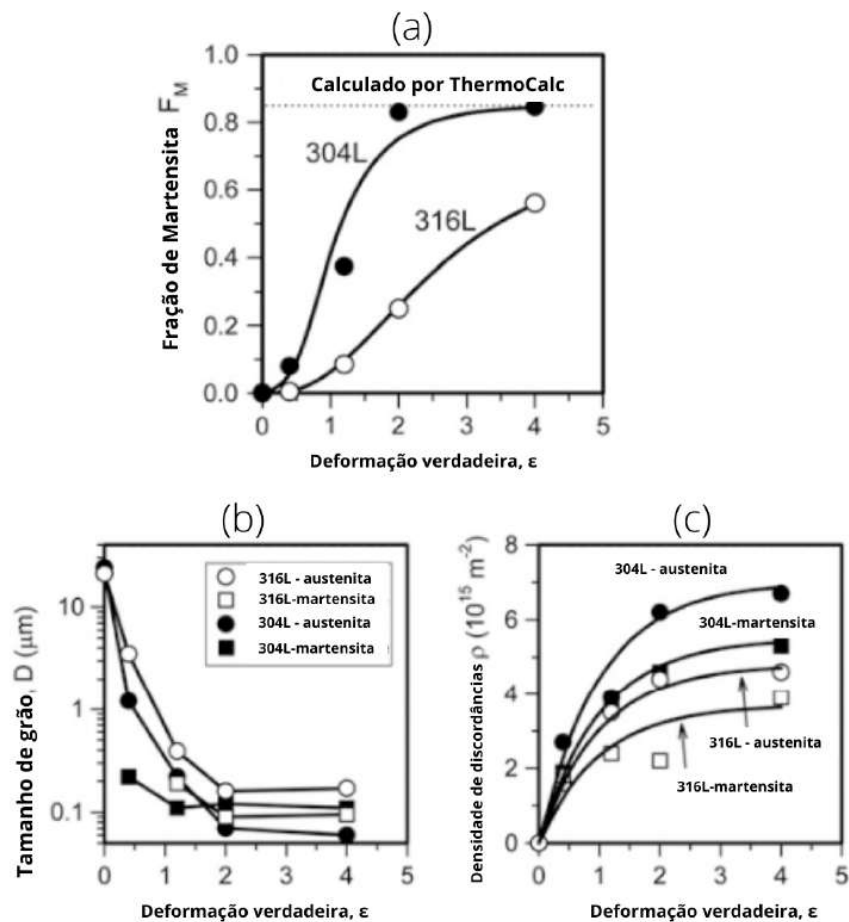


Figura 19 – Resultados obtidos na análise da fração de martensita (a), do tamanho de grão austenítico (b) e da densidade de discordâncias (c), durante a deformação a frio para os aços 304L e 316L (Adaptado BELYAKOV, et al. (63)).

SHEN, et al. (23) realizaram um estudo com o ASS 304 em que avaliaram a microestrutura originada da transformação martensítica, durante a laminação a frio a temperatura ambiente. Neste estudo, foram feitas análises de EBSD do aço deformado a frio para diferentes graus de deformação, conforme pode ser visto na Figura 20. Os autores observaram que a morfologia da estrutura deformada é diferente para diferentes graus de deformação, como pode ser visto na Figura 20 (a), (c) e (e). Também notaram que a área maclada aumenta com o aumento da deformação, assim como uma maior densidade de discordâncias próxima aos contornos de grão e nos contornos de maclas. Outro ponto interessante nesta análise é que a fase martensítica se forma preferencialmente no interior das maclas, como pode ser visto na Figura 20 (b), insinuando que a transformação martensítica foi induzida pelo esforço concentrado nestas regiões. Além disso, é claramente evidenciada a evolução da fase martensítica em função do aumento da deformação, indicado em vermelho na Figura 20 (b), (d) e (f).

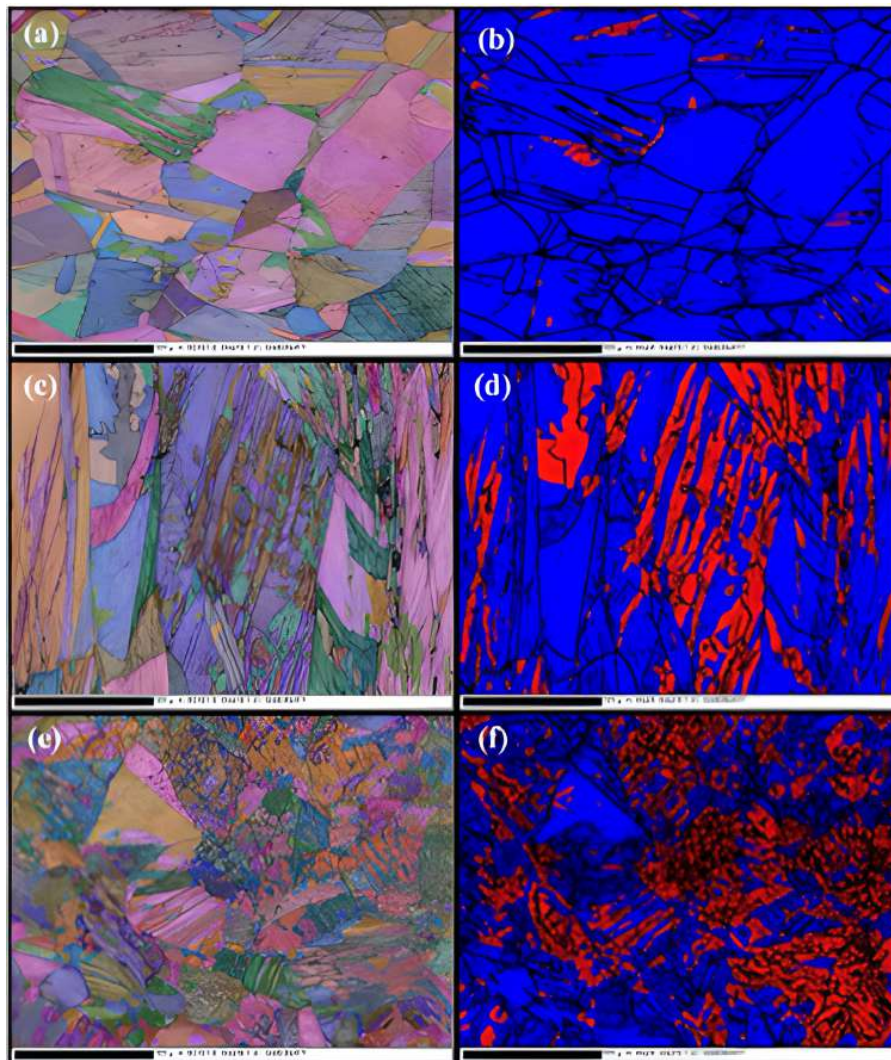


Figura 20 – Análise de EBSD das fases de martensita e austenita em função da deformação a uma taxa de deformação de $3 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$. Em (a), (c) e (e) mostrando a morfologia da microestrutura a partir de mapas de imagem de orientação e (b), (d) e (f) indicando a fração volumétrica de fases para a amostra deformada com uma deformação de 20%, 40% e 67%, respectivamente (em vermelho martensita e azul austenita) (Adaptado de SHEN, et al. (23)).

FILHO (7) realizou um estudo sobre a evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201 deformado a frio, em que esse material foi submetido a um processo de laminação em que se obteve graus de redução em espessura de 20, 40 e 60%. O autor realizou o mapeamento de fases por EBSD, conforme os resultados para as reduções de 0 a 60% podem ser vistos na Figura 21. Na Figura 21 (a) é possível observar os grãos austeníticos equiaxiais (em verde) e ainda uma fase de estrutura CCC (vermelho) que o autor atribuir ser martensita residual na forma de lamelas quando localizadas nos contornos de grão austenítico, e na forma de ilhas quando dispersas dentro dos grãos austeníticos.

Porém dados da literatura indicam que a presença de fase CCC e com esta morfologia em um aço desta natureza sem deformação, ou seja, quando laminado a quente ou recozido, na realidade diz se tratar-se de ferrita delta residual do processo de solidificação no lingotamento que não foi eliminado completo nas etapas subseqüente de reaquecimento de placas e laminação a quente (13). Na Figura 21 (b) é exibida a distribuição de fases na amostra laminada com 20% de redução em espessura em que o autor identificou possíveis sítios de nucleação da martensita α' induzida por deformação. Por exemplo, no grão indicado com o número 1 é possível observar a nucleação de martensita α' nos contornos de grão austenítico. O autor também inferiu que a presença de pequenas regiões de austenita no interior deste grão sugere que o crescimento da martensita ocorreu dos contornos de grão para o interior deste. Ainda na Figura 21 (b), no grão indicado com o número 2 pelo autor nota-se que a martensita α' nucleou-se nos contornos de grão e nas maclas de deformação simultaneamente. Já na região indicada com o número 3, observa-se que uma macla de recozimento transformou-se quase completamente em martensita induzida por deformação.

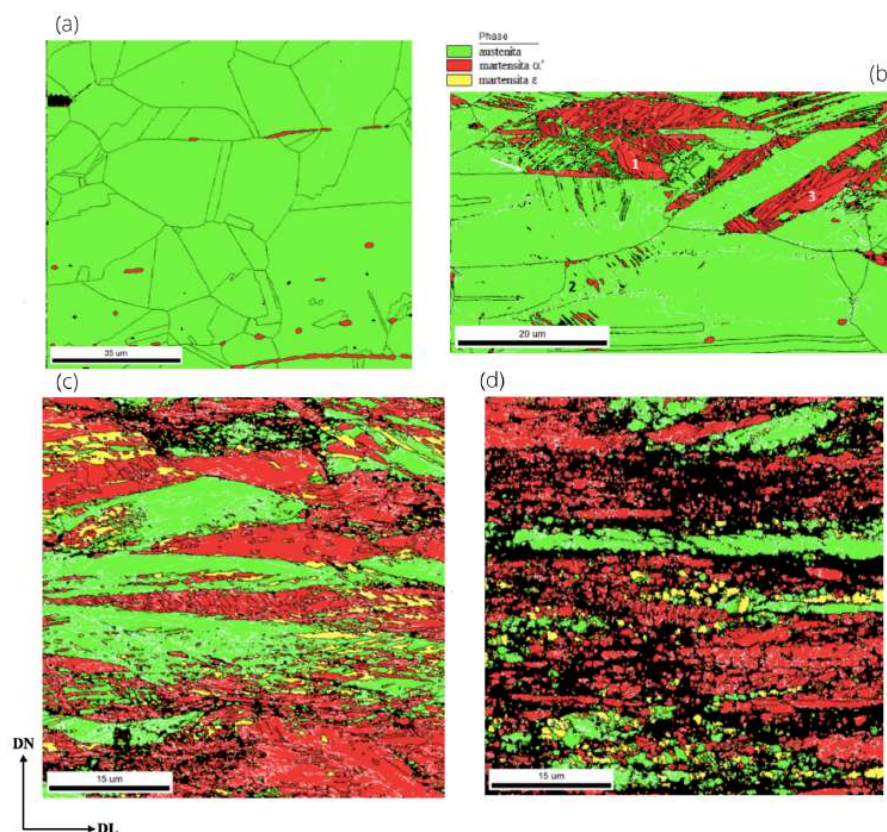


Figura 21 – Mapeamentos de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em (a) 0%, (b) 20%, (c) 40% e (d) 60% de redução em espessura (Adaptado de FILHO (7)).

O mapeamento obtido pelo autor exposto na Figura 21 (c) demonstra a distribuição de fases na amostra laminada a frio em 40% de redução em espessura. Nessa amostra foi observado que os grãos austeníticos remanescentes no material estão pouco fragmentados por contornos de alto ângulo, sendo que estes se encontram alongados na direção de laminação. O autor observou que os grãos martensíticos apresentam-se de duas formas: na forma de grãos alongados e intensamente fragmentados ou no formato de ripas, com pouca fragmentação se comparados aos grãos alongados. Também nota-se grãos de martensita α' que neste caso possuem morfologia alongada lembrando ripas e são pouco fragmentados, praticamente isentos de contornos de baixo ângulo. Por fim, analisando o resultado obtido pelo autor para amostra com 60% de redução em espessura, na Figura 21 (d) é revelado que grãos austeníticos apresentam-se com aspectos lamelares alinhados à direção de laminação, mas também se apresentam na microestrutura com morfologia quase equiaxial. Estes últimos encontram-se, em sua maioria, associados à martensita ϵ e de forma subsequente em martensita α' . O autor afirma que, a presença de martensita ϵ no material laminado a frio em 60% de redução em espessura, indica que esse nível de deformação não foi suficiente para transformar toda austenita e martensita ϵ em martensita α' . Com relação à martensita α' , nota-se que seus grãos também se apresentam na com morfologia lamelar e encontram-se intensamente fragmentados (7). De acordo com MOALLEMI et al. (6), o volume de martensita induzida por deformação incrementa com o aumento da deformação, até uma deformação de saturação. A partir desta deformação, a formação de martensita atinge um máximo e que deformações superiores à de saturação apenas aumentam a densidade de defeitos na martensita devido à sua fragmentação.

Neste mesmo estudo, FILHO (7) avaliou a evolução da dureza neste no aço AISI 201, que foi laminado a frio até 60% de redução na espessura. O autor observou que este material teve sua dureza aumentada mais rapidamente até uma deformação (ϵ igual 0,223) e a taxa de aumento da dureza tornou-se progressivamente menor até atingir a deformação máxima, conforme pode ser visto na Figura 22. Esse comportamento pode ser associado a martensita induzida por deformação a frio, que com a constante redução da espessura durante a laminação se torna o principal mecanismo de acomodação das tensões, levando a um aumento progressivo na inclinação da curva de endurecimento.

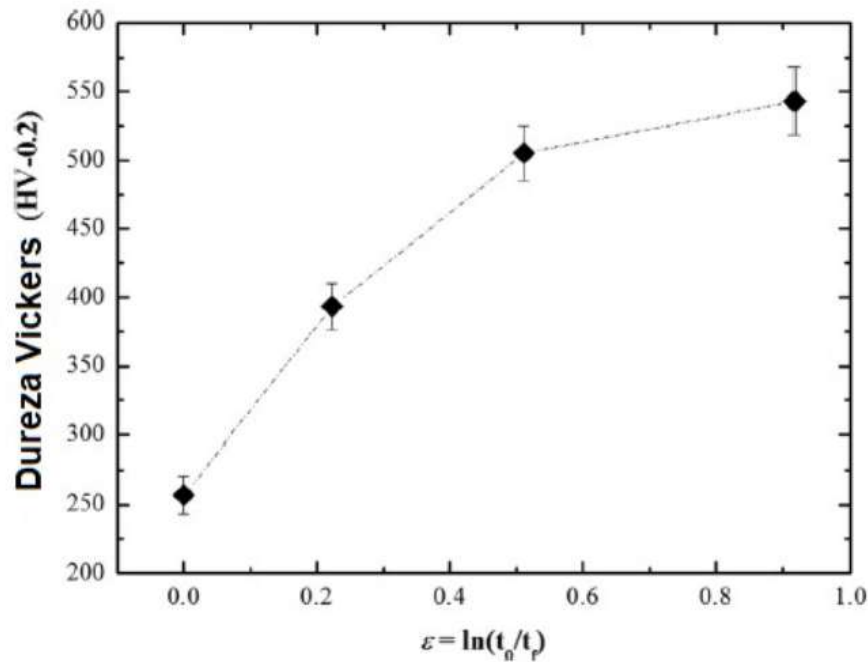


Figura 22 – Evolução da dureza no aço AISI 201 em função da laminação a frio (Adaptado de FILHO (7)).

3.8 Reversão martensítica no recozimento

A reversão martensítica ocorre em temperaturas elevadas em que as fases metaestáveis ϵ e α' se revertem para austenita, sendo que estas temperaturas são abaixo da temperatura de recristalização da austenita. Entretanto, alguns estudos apontam que para que se tenha uma reversão completa é necessário que esta temperatura se sobreponha a de recristalização. Nestes casos, a cinética é mais rápida sendo necessário um tempo menor para a reversão para temperaturas maiores (26).

Nos últimos anos muitos estudos foram feitos com o interesse de avaliar a transformação da martensita α' formada durante processos de deformação a frio mais severos, com o objetivo de desenvolver grãos ultrafinos para os ASS's. No entanto, nestes aços ASS's a temperatura de recristalização é alta e o crescimento de grão inibe a obtenção de um grão ultrafino austenítico. Desta forma, é difícil a obtenção de uma microestrutura austenítica ultrafina pelos tratamentos termomecânicos convencionais. Em vista disso, um tratamento termomecânico avançado foi proposto por TAKAKI, TOMIMURA e TOKUNAGA (64), em que a austenita metaestável poderia ser transformada em martensita α' durante a deformação a frio e seguida da reversão da martensita em austenita, permitindo assim o refinamento do grão.

Diante disso, nos últimos anos esse tratamento termomecânico passou a ser ampla-

mente aplicado em ASS's no meio acadêmico e trazendo grande interesse para aplicação industrial. Dentro do meio acadêmico, pode-se citar o estudo realizado por MOALLEMI et al. (65) com o ASS 201 laminado a frio com 90% de redução acumulada, com o objetivo de se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina. Na Figura 23 é exposta uma ilustração esquemática do processo termomecânico adotado pelos autores. Neste estudo os autores observaram que quanto maior a temperatura de recozimento, mais rápida será a taxa de reversão para tempos entre 15 e 60 s, para uma temperatura máxima de até 900 °C. Entretanto, os autores inferiram que em um recozimento com temperatura fixa de 900 °C em tempos prolongados, entre 600 e 1800 s, pode ocasionar um aumento secundário na fração volumétrica da martensita durante o resfriamento no tratamento de recozimento, a medida que o tempo de encharque no recozimento aumentava. Uma explicação que os autores fazem quanto a este fenômeno é que o aumento da temperatura M_i do aço, devido à precipitação de carbonetos, leva à formação de martensita induzida termicamente durante a o resfriamento no tratamento de recozimento. Notou-se ainda que a estabilidade da austenita é diminuída pelo esgotamento da matriz em C, N, Ni, Cr e devido a um aumento da temperatura M_i , resultando assim em um aumento da força motriz para a formação de martensita durante a o resfriamento no tratamento de recozimento.

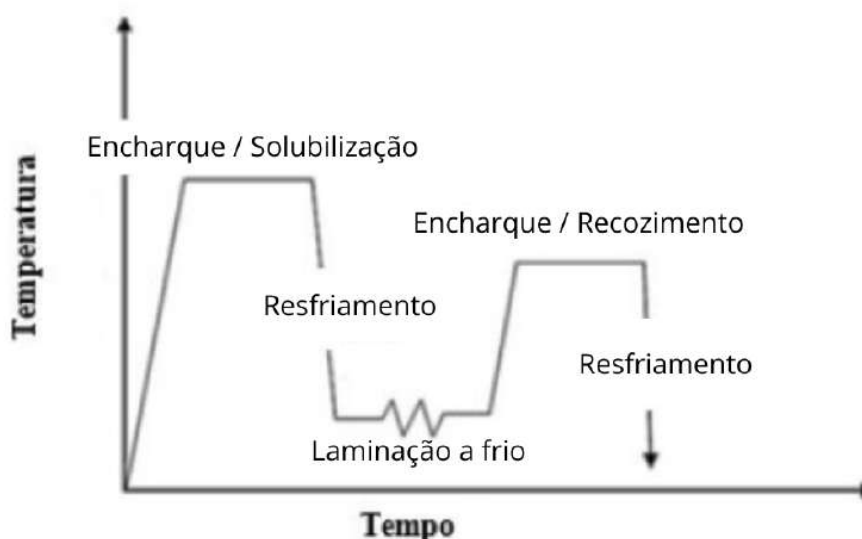


Figura 23 – Ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIA 201 (Adaptado de MOALLEMI et al. (65)).

TOMIMURA, TAKAKI e TOKUNAGA (64) e TAKAKI, TOMIMURA e TOKUNAGA (66) realizaram estudos em ASS's da série 300 em que avaliaram o efeito de diferentes percentuais de redução na laminação a frio, com o intuito de promover a transformação martensítica e sua posterior reversão durante o recozimento. Os autores observaram que amostras com percentuais de redução entre 10 e 30% acarretam uma

pequena fração de martensita revertida. Os autores também notaram que para estes percentuais de redução pequenos, durante o tratamento térmico de reversão a 1000 °C os grãos de austenita deformados apresentaram uma granulometria grosseira, superior a 8 μm . Porém, estes autores destacaram que os melhores resultados foram obtidos com percentuais de redução maiores, entre 90 a 95%, que ocasionou a obtenção de grãos finos de austenita após o recozimento, inferiores a 2 μm .

De acordo com TOMIMURA, TAKAKI e TOKUNAGA (65) a reversão da martensita em austenita nos ASS's se dá em função da temperatura de recozimento e da composição química e pode ocorrer de forma difusional ou por cisalhamento da fase produto. Na reversão de forma difusional, a nucleação dos grãos de austenita equiaxiais ocorre no interior da matriz martensítica, sendo que estes grãos crescem gradualmente durante o recozimento com a manutenção da temperatura de encharque. Já na reversão por cisalhamento, após a reversão ainda existe uma alta densidade de discordâncias e os grãos de austenita refinados se restauram através dos fenômenos de recuperação e recristalização. Na Figura 24 está exposto o esquema proposto pelos autores e os detalhes destes mecanismos de reversão martensítica.

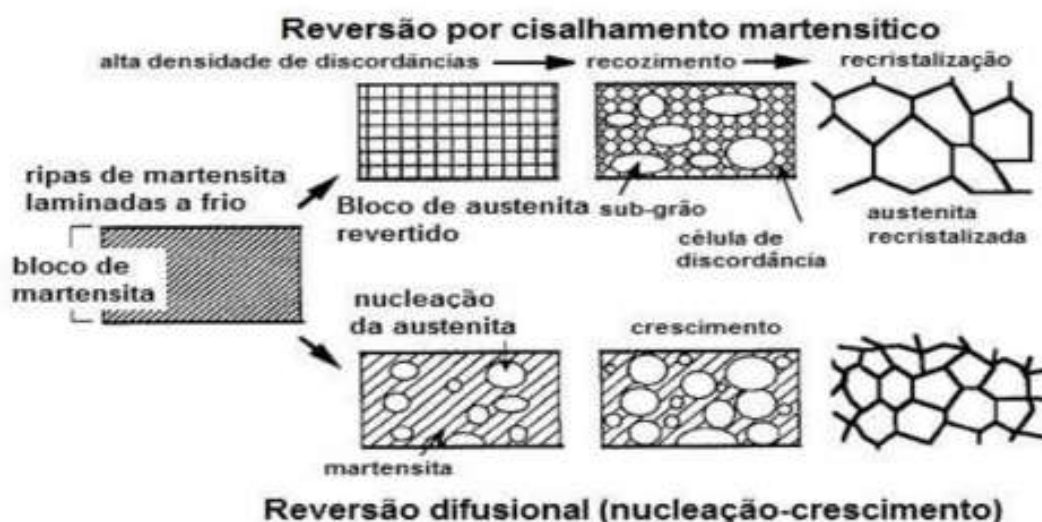


Figura 24 – Esquema proposto por TOMIMURA et al. (66) acerca dos mecanismos de difusão e por cisalhamento da reversão de martensita para austenita (adaptado de TOMIMURA, TAKAKI e TOKUNAGA (66)).

SHIRDEL e MIRZADEH (9) realizaram o recozimento do ASS 304L com o intuito de se obter uma estrutura final ultrafina. Neste estudo, o aço foi laminado a frio a temperatura ambiente inferior a 10 °C, obtendo reduções de 25, 35, 45, 55 e 65%. Em seguida, para investigação da reversão da martensita, o tratamento de recozimento foi realizado em uma faixa de temperatura de 600 °C a 850 °C e tempo de encharque de 1 a 240 min. Os resultados obtidos pelos autores, expostos na Figura 25, mostraram que o

percentual de martensita decresceu com o incremento do tempo de recozimento para quase todas as temperaturas. Entretanto, com a maior temperatura de encharque empregue (850 °C) foi observado um menor percentual de martensita em menos tempo.

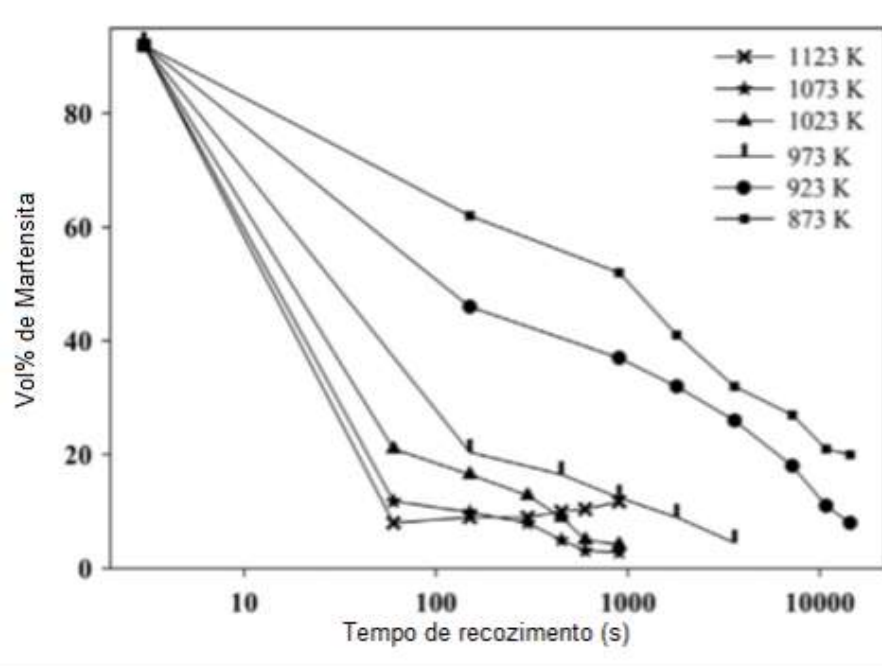


Figura 25 – Evolução da reversão da martensita durante o recozimento em diferentes condições (Adaptado de SHIRDEL e MIRZADEH (9)).

Neste estudo SHIRDEL e MIRZADEH (9) avaliaram o tamanho de grão austenítico das amostras recozidas nas condições citadas acima. Os autores concluíram que todas as condições de recozimento trabalhadas levaram a obtenção de uma microestrutura ultrafina. Para chegar nessa conclusão os autores avaliaram o tamanho de grão por meio das micrografias obtidas por MEV, nas quais foram relacionadas com os histogramas da distribuição granulométrica, como pode ser visto na Figura 26. O menor tamanho médio de grão obtido foi de, aproximadamente, 480 nm para a amostra recozida a 650 °C por 240 minutos. Em temperaturas de recozimento mais altas, o tamanho médio de grão é maior, devido a maior taxa de crescimento de grão. De contrapartida, para temperaturas maiores o tratamento de reversão é mais rápido. Pode-se citar, por exemplo, o recozimento a 850 °C em que o tempo necessário para a reversão foi de apenas 1 minuto, resultando em um tamanho médio de grão de 620 nm. Avaliando os histogramas obtidos foi observado que, para todas as amostras, mais de 95% dos grãos possuem menos de 1 μm . Portanto, diante destes resultados, pode-se concluir que o tratamento termomecânico para formação de martensita seguido de reversão é um método muito eficaz na obtenção de uma microestrutura ultrafina em aços austeníticos inoxidáveis, como o 304L avaliado pelos autores.

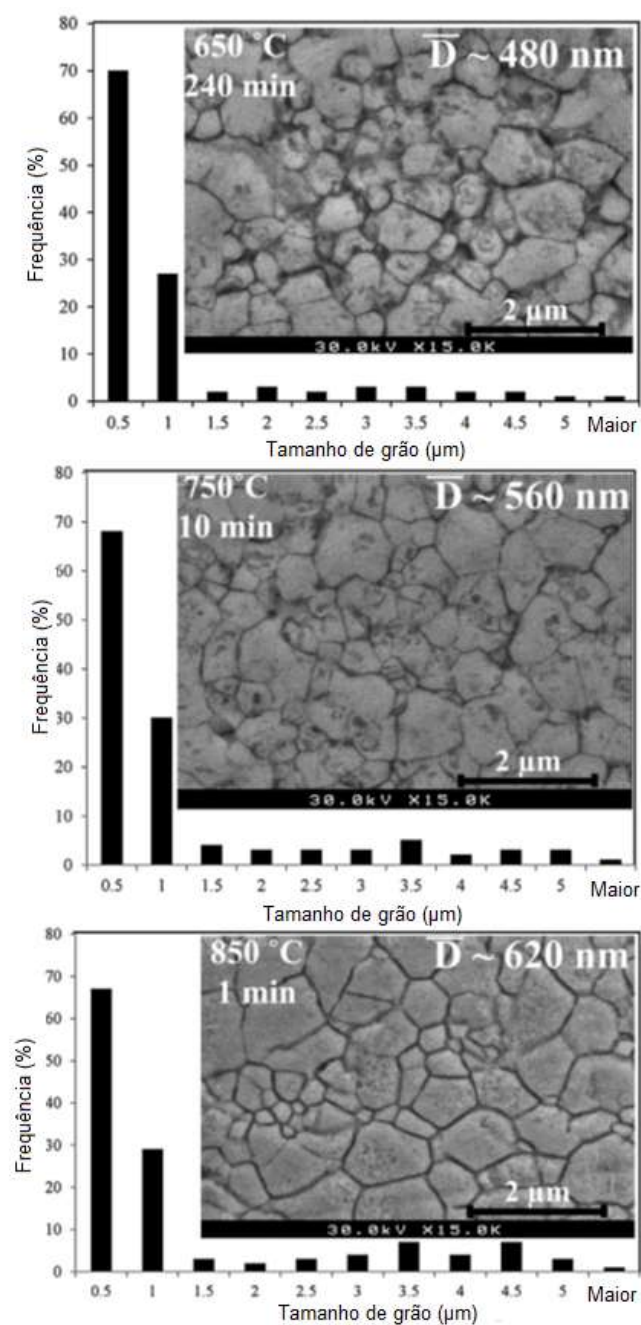


Figura 26 – Histogramas de distribuição de tamanho de grão e micrografia de MEV das microestruturas recozidas (Adaptado de SHIRDEL e MIRZADEH (9)).

No estudo realizado por FILHO (7), citado no tópico anterior, sobre a evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201 deformado a frio, o autor obteve micrografias das amostra laminada com redução da espessura de 60% recozida nas temperaturas de 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C por 180 min. Os resultados obtidos pelo autor nesta análise estão expostos na Figura 27. No item (a) desta mesma figura está ilustrada a microestrutura do material recozido em 400 °C por 180 min, em que é possível observar uma microestrutura recuperada e alinhada à DL, ou seja, muito similar a condição simplesmente laminada a frio quando observada por MEV.

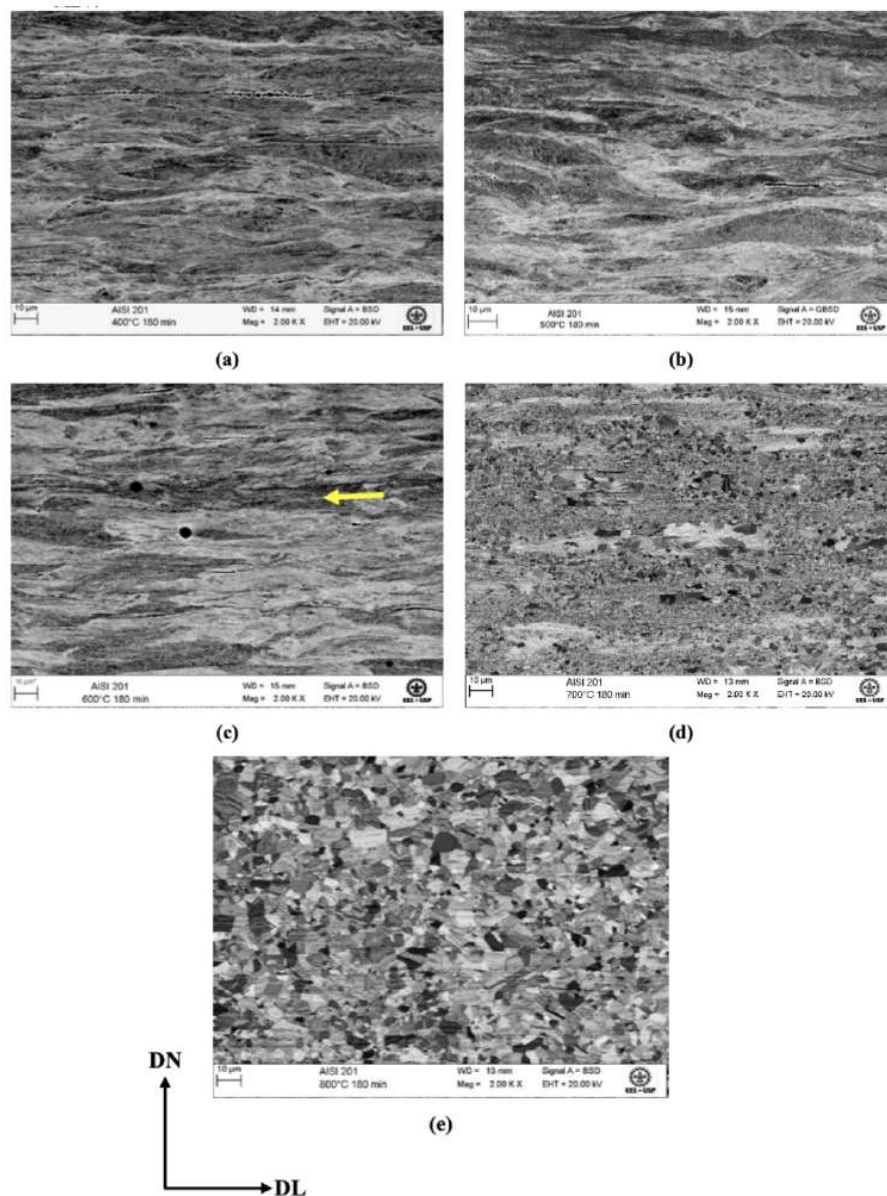


Figura 27 – Micrografias obtidas via MEV do ASS AISI 201 deformado (60%) e recozido em várias temperaturas ((a) 400 °C, (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C e (e) 800 °C) por 180 min (Adaptado de FILHO (7)).

Nos itens (b) e (c) da Figura 27 são referentes as microestruturas do material em 500 e 600 °C, respectivamente, em que ainda são observados grãos axiais alinhados à DL. Entretanto, nestas amostras o autor associou que a austenita recuperada pode ser reconhecida pela coloração mais clara e entre os grãos austeníticos, é possível observar regiões refinadas (e mais escuras) e que não podem ser resolvidas nessa imagem, sinalizados com a seta na Figura 27 (c). O autor infere que essas regiões correspondem as regiões de coexistência da martensita induzida por deformação com pequenas regiões de austenita revertida. Já na amostra recozida em 700 °C (Figura 27 (d)), as regiões de coexistência de martensita e austenita revertida são mais nítidas nessa micrografia, o que o autor sugere que a reversão da martensita ocorre de maneira mais pronunciada. Nesta mesma imagem, também é observado o início da recristalização da austenita não transformada em martensita durante a deformação. Por fim, quando o material é recozido em 800 °C por 180 min é observada a recristalização completa, conforme pode ser visto na Figura 27 (e). O autor afirma em seu estudo que tamanho de grão austenítico obtidos para essa condição é da ordem de 10 μm (7).

SOHRABI, MIRZADEH e DEGHANIAN (67) realizaram um estudo sobre a termodinâmica da saturação da fração de martensita durante o recozimento de reversão de aço austenítico metaestável laminado a frio. Nesse estudo os autores laminaram a frio o aço AISI 304L, alcançando uma redução de espessura de até 90%. Na Figura 28 (a) estão expostos os difratogramas de DRX obtidos pelos autores das amostras laminadas a frio em comparação a como recebida (CR). Observa-se que ao aumentar a redução da espessura, os picos de martensita α' surgem e suas intensidades aumentam e a intensidade dos picos de austenita diminui. Na Figura 28 (b) é representada a quantidade de martensita, sendo que ela aumenta com a redução da espessura e se torna saturada em, aproximadamente, 93,6 vol% de martensita. Na Figura 28 (c) é mostrada o teor de martensita calculado para a amostra laminada a 90% a frio após recozimento por 3600 s em diferentes temperaturas. Pode-se observar que ao aumentar a temperatura, a quantidade de martensita diminui e chega a zero em 725 °C. Esta temperatura foi obtida para 3600 s e, portanto, em condições de equilíbrio, espera-se uma temperatura mais baixa. Nesse sentido, para os experimentos de recozimento isotérmico subsequentes, os autores consideraram temperaturas de reversão mais baixas, como 715 e 700 °C, onde os resultados representativos de DRX são mostrados na Figura 28 (d) e (e) e as quantidades calculadas de martensita foram resumidas na Figura 28 (f). Na última figura observa-se claramente a presença de saturação no teor de martensita em cada temperatura, onde a fração volumétrica de martensita no ponto de saturação e o tempo necessário diminuem com o aumento da temperatura. Nota-se ainda que a 715 °C, uma reversão completa foi alcançada em 5400 s, cerca de 8% vol de martensita foi alcançada após 7200 s a 700 °C e permaneceu o mesmo após um longo tempo de espera de 43200 s (67).

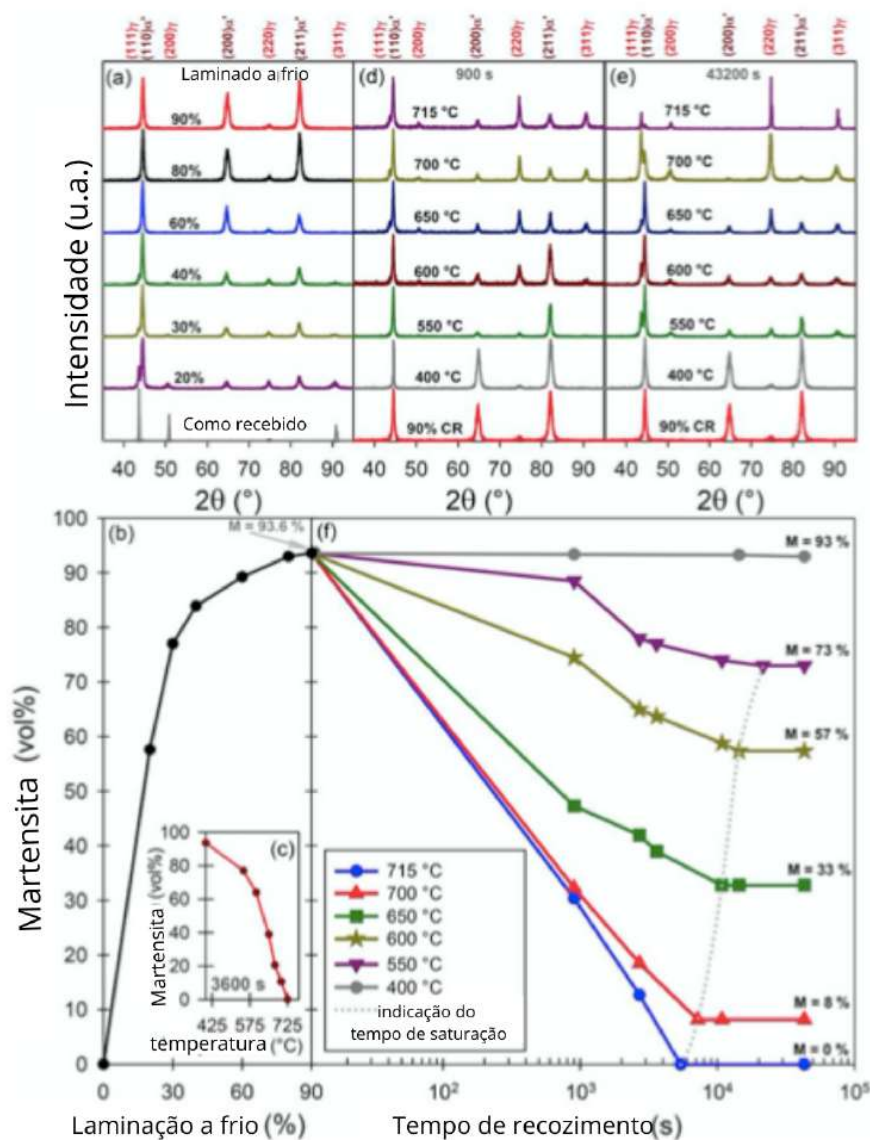


Figura 28 – Análise de DRX da formação de martensita durante a laminação a frio (a e b) e da reversão de martensita na amostra laminada a 90% (c,d,e,f) (Adaptado de SOHRABI, MIRZADEH e DEGHANIAN (67)).

SOUZA (13) realizou em seu estudo uma análise da evolução estrutural da reversão no aço ASTM 201LN, inclusive com composição semelhante ao mesmo aço utilizado no estudo desta tese de doutorado. A autora obteve micrografias por MEV de uma amostra deste aço laminadas a frio com 53,2% de redução da espessura e, posteriormente, recozida a 750 °C por 4 minutos. O resultado obtido pela autora identificou que para esta amostra, após o recozimento, obteve-se a reversão martensítica de forma completa e com uma estrutura de grãos refinados circundada por grãos maiores na amostra recozida, conforme pode ser visto na Figura 29 (b). Nesta imagem nota-se grãos menores de austenita

proveniente da reversão da martensita concomitante com grãos maiores, resultantes da recristalização das regiões de austenita encruada na laminação a frio prévia. Além disso, também observa-se que, ao comparar essa amostra (Figura 29 (a)) com a amostra recozida (Figura 29 (b)), houve um efetivo refinamento no tamanho de grão na amostra tratada termicamente.

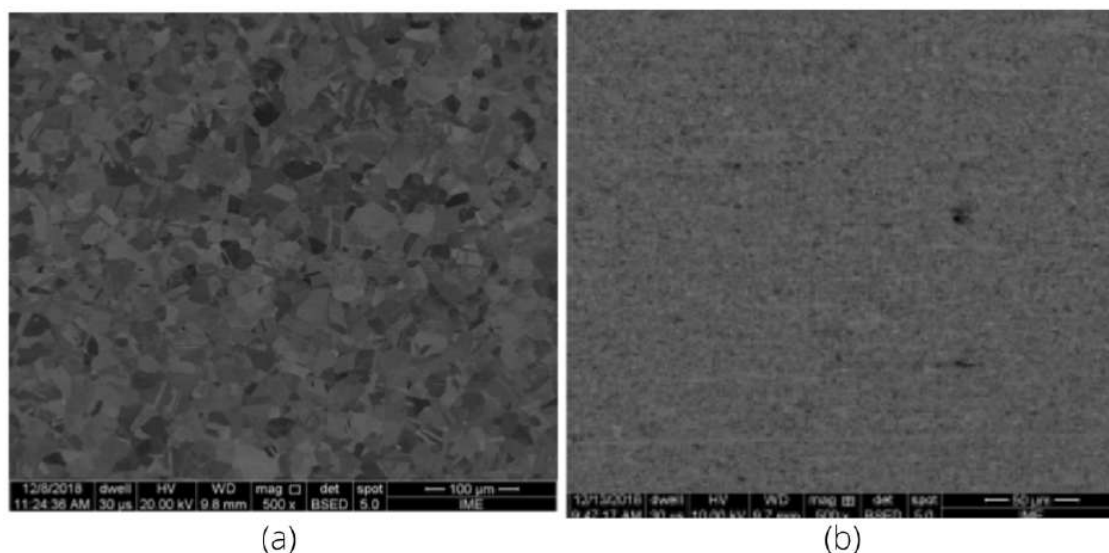


Figura 29 – Micrografias aumentadas em 500x de um AIA ASTM 201LN no estado como recebido (a) e recozido em 750 °C por 4 minutos (b), após redução de 53,2% na laminação a frio (Adaptado de SOUZA (13)).

Neste mesmo estudo a autora também realizou uma análise por EBSD, exposto na Figura 30 (a), em que observa-se para esta amostra recozida 750 °C por 4 minutos a presença de uma microestrutura refinada. O tamanho de médio de grão obtido para esta amostra foi de 3,4 μm , conforme pode ser visto na Figura 30 (b). A autora observou neste estudo que este tamanho de grão apresentou um valor bem inferior ao encontrado na amostra no estado como recebida, que por sua vez apresentou um TG de aproximadamente 43,70 μm . Entretanto, conforme pode ser observado nas micrografias (Figura 29), que ainda nota-se a existência de grãos de austenita encruados, evidenciando a necessidade realizar uma evolução para esta rota de processamento, com o objetivo de se obter grãos mais refinados adotando valores de temperaturas maiores e tempos menores do que os adotados pela autora(13).

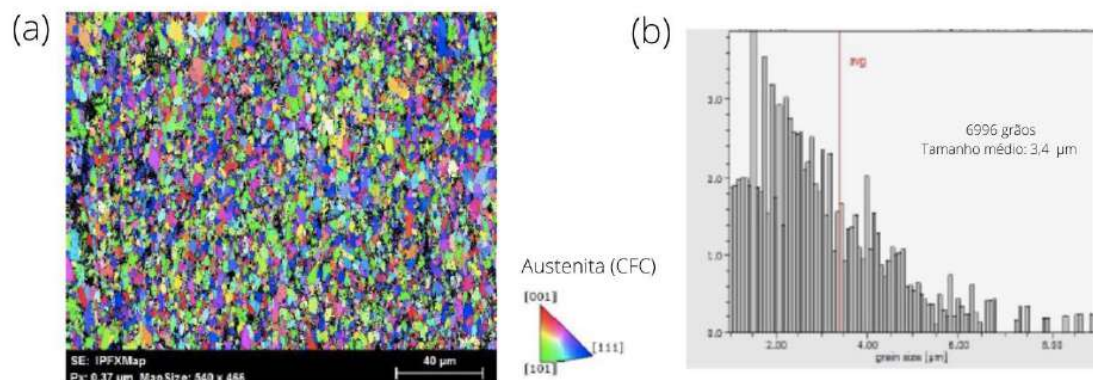


Figura 30 – Informações obtidas pelo software Esprit: Mapa de orientação de grão (a) e tamanho de grão (b) da amostra do AIA ASTM 201LN recozido em 750 °C por 4 minutos após redução de 53,2% na laminação a frio com resfriamento prévio em salmoura (Adaptado de SOUZA (13)).

ODNOBOKOVA e YANUSHKEVICH (11) realizaram um estudo com o aço 316L que foi laminado a frio e posteriormente recozido entre 600 °C e 800 °C com o objetivo de se obter uma microestrutura ultrafina para este material. Na Figura 31 estão expostos aos mapas de imagens de orientação com destaque dos contornos de grão, com base em análises de EBSD realizadas pelos autores nesse estudo. Observa-se que o recozimento a 600 °C não promoveu mudanças significativas na microestrutura do material quando comparada com a microestrutura deformada, sugerindo que a recuperação estática e a reversão parcial da austenita são os principais processos de restauração para esta temperatura. Na amostra recozida a 700 °C observa-se uma recristalização parcial que ocorre sem a migração de contornos de grãos a longas distâncias. Os autores enfatizam que os limites de grãos deformados adotam uma aparência ondulada causada por bandas de micro-cisalhamento, originadas durante a laminação a frio com grande redução de espessura. Na micrografia da amostra recozida a 800 °C observa-se que ocorre uma recristalização seguida de crescimento de grão, formando grãos equiaxiais com tamanho inferior a 1 µm com presença de maclas de recozimento.

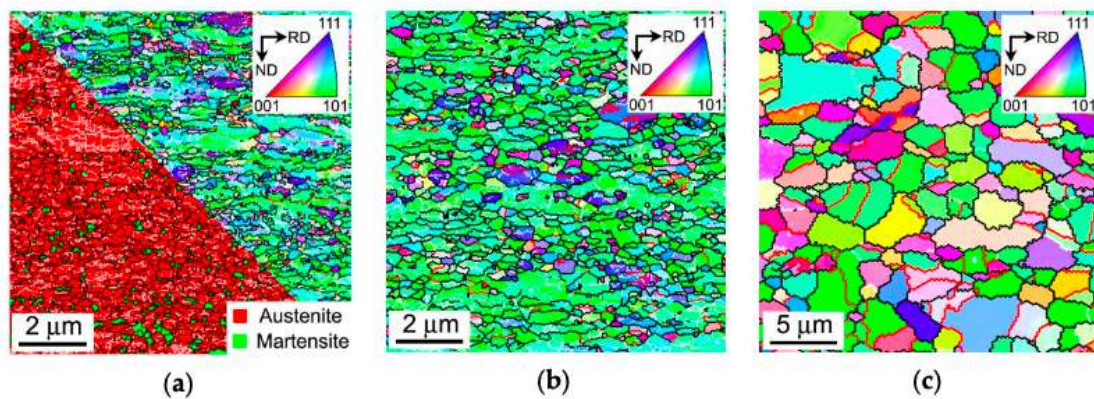


Figura 31 – Micrografias obtidas por EBSD do ASS 316L laminado a frio e recozido nas temperaturas: (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) 800 °C (Adaptado de ODNOBOKOVA e YANUSHKEVICH (11)).

Uma das formas de avaliar as propriedades mecânicas dos ASS's após o processamento termomecânico é por meio de ensaios de nanoindentação instrumentada, quando se tem uma quantidade significativa de condições de processamento e uma quantidade limitada de material para cada condição para ser avaliada por ensaios que exigem mais material para confecção de corpos de prova, como por exemplo a tração uniaxial. Esta técnica foi empregada por MISRA e ZHANG (68) em seu estudo que avaliou o ASS's 301LN no estado como recebido (grãos grosseiros) e após tratamento termomecânico de reversão (grãos nanométricos). Neste estudo os autores laminaram o material até obter uma redução de espessura de 62% e, subsequentemente, ao recozimento a 800 °C por 10 s em um simulador termomecânico Gleeble 1500. Para avaliar o comportamento mecânico, os autores realizaram experimentos de nanoindentação nas amostras submetidas a diferentes taxas de deformação. Com os resultados obtidos os autores constataram que a dureza do aço austenítico com grão refinado, obtido após o recozimento, era superior à do aço inicial. Os autores também observaram que esses valores eram, em magnitude, superiores aos encontrados na macrodureza devido à área utilizada no cálculo da dureza e a suposição que o contato seja puramente elástico durante a indentação. Na Figura 32 estão expostas as curvas de carregamento-deslocamento obtidas pelos autores nesse estudo.

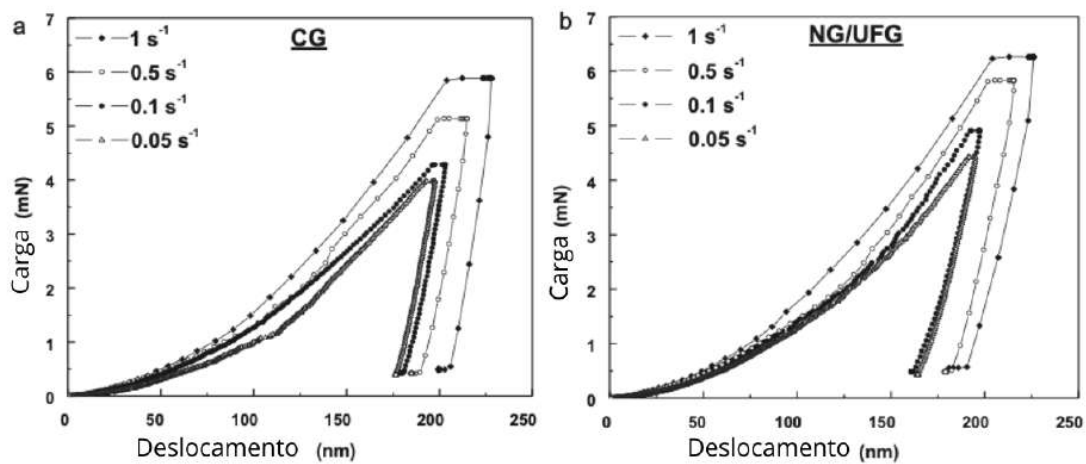


Figura 32 – Gráficos de carga-deslocamento em taxas de deformação constantes para (a) CG (grãos grosseiros) e (b) NG/UFG (grãos refinados) do ASS' 301LN obtidos usando experimentos de nanoindentação. (Adaptado MISRA e ZHANG (68)).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material de estudo

Nessa tese de doutorado foi estudado o aço ASTM 201LN disponibilizado pela empresa APERAM South America. Este material na condição como recebido (CR) foi obtido após o processo de laminação a quente seguida de recozimento contínuo, com temperatura de encharque de 1050°C. Este material foi disponibilizado em chapas com uma espessura de 6,00 mm. A composição química do aço ASTM 201LN está descrita na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química (% em peso) do aço ASTM 201LN fornecido pela APERAM South America.

%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%Al	%Cu
0,022	6,817	0,420	0,040	0,002	17,041	4,063	0,027	0,03	0,049
%Co	%V	%Nb	%Pb	%B	%Ti	%Sn	%W	%N	
0,079	0,049	0,031	0,006	0,002	0,005	0,005	0,013	0,157	

4.2 Métodos experimentais

O processo experimental desta tese de doutorado consistiu em realizar primeiramente a etapa de laminação a frio do material como recebido e posteriormente fazer o recozimento para reversão da martensita em austenita, de forma parcial e total, de forma a se ter condições de estudo para se observar a evolução microestrutural deformada/transformada com o progresso da laminação e recuperada/recristalizada com o incremento do tempo de recozimento. Na Figura 33 está ilustrado um esquema representativo de todo o procedimento experimental. O processo de laminação a frio foi realizado no centro de pesquisa da empresa APERAM South America e o tratamento térmico de recozimento (limitado em 3 minutos) na temperatura de 900 °C foi realizado no Laboratório de Tratamento Termomecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME). Por meio desse processamento termomecânico foi possível realizar um estudo que possibilitou entender melhor os fenômenos associados a formação da martensita e sua posterior reversão, ao longo do processo termomecânico empregado neste estudo.

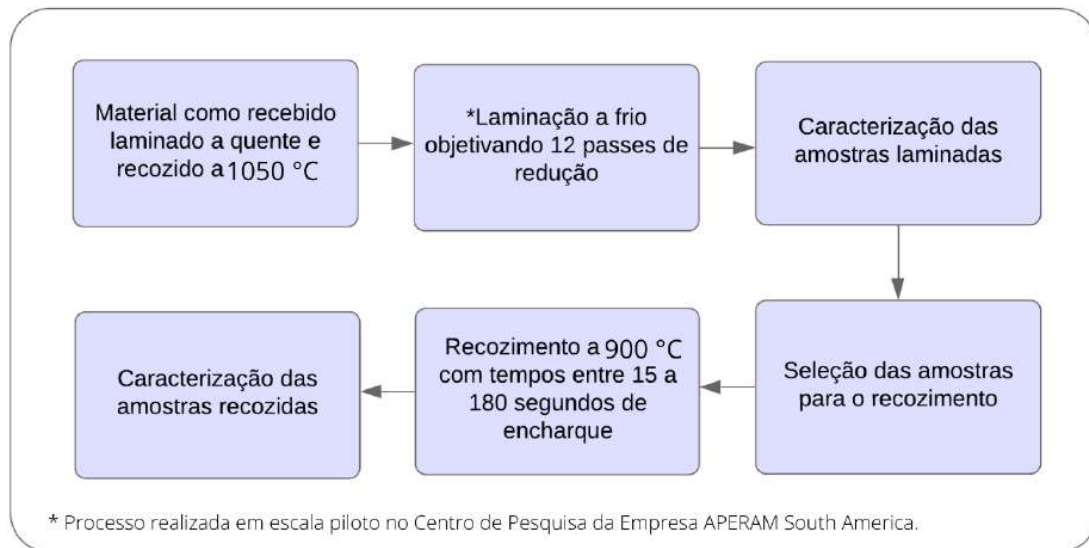


Figura 33 – Esquema representativo de todo o procedimento experimental realizado nessa tese de doutorado.

As amostras avaliadas neste trabalho foram divididas em três grupos em função da condição de processamento: como recebida (CR), laminada a frio (LF) e recozida (TT). Sendo assim, foi estabelecido um padrão de nomenclatura baseado nas condições de processamento, na porcentagem de redução acumulada na laminação a frio e no tempo de encharque do tratamento térmico de recozimento para reversão, conforme pode ser visto no Anexo I. A sigla “LF” apresentada significa laminada a frio e os dois números seguintes é associado valor inteiro do percentual de redução acumulada selecionada para o estudo. A sigla “TT” se refere a “Tratamento térmico” e os números seguintes são referentes ao tempo (em segundos) de encharque. Para exemplificar essas nomeclaturas tem-se: LF_35 é a nomenclatura da amostra que foi laminada a frio com o 34,6% de redução acumulada e TT_66_180 é referente a amostra laminada a frio com 65,7% de redução acumulada e que foi submetida a um recozimento a 900 °C por 180 s.

4.3 Processamento

4.3.1 Laminação a frio

Nesta etapa do processo foi realizada uma sequência de 12 passes de laminação a frio, sendo que foram utilizadas amostras do aço ASTM 201LN com dimensões iniciais de 100 mm de largura (DT) por 300 mm de comprimento (DL) com espessura de 6,00 mm (DN). Essa laminação foi realizada em escala piloto nas instalações da empresa Aperam South American por meio de um laminador Piloto marca FENN, tipo Duo Quadro reversível, com capacidade de força de 140 t, motor cilindros 75 hp e velocidade máxima

de 16 m/min. Na Tabela 3 estão expostos os valores referentes a espessuras, reduções acumuladas e deformações verdadeiras alcançadas a cada passe da laminação a frio.

Tabela 3 – Valores das espessuras, reduções acumuladas e deformações verdadeiras alcançadas a cada passe da laminação a frio.

Passes	Espessura (mm)	Redução acumulada (%)	Deformação verdadeira
0	6,00	0	0
1	5,65	6	0,06
2	5,26	12	0,13
3	4,91	18	0,20
4	4,54	24	0,27
5	4,10	32	0,38
6	3,92	34	0,42
7	3,64	39	0,49
8	3,30	45	0,59
9	2,61	56	0,83
10	2,54	58	0,85
11	2,25	62	0,98
12	2,06	66	1,06

Os valores referentes às deformações verdadeiras foram calculados por meio da Equação 4.1 a partir dos valores da espessura, obtidos após cada passe de laminação.

$$\epsilon = \ln\left(\frac{\epsilon_i}{\epsilon_f}\right) \quad (4.1)$$

Sendo:

ϵ = deformação verdadeira;

ϵ_i = deformação inicial;

ϵ_f = deformação final.

A laminação a frio foi conduzida tomando como parâmetros os percentuais de redução semelhantes aos obtidos por DA SILVA (15), que também realizou em seu trabalho uma sequência de laminações entre 1 e 12 passes, com uma redução de aproximadamente 10% da espessura a cada passe. Nos resultados obtidos pela autora (Figura 34), observou-se que próximo de 0,4 de deformação verdadeira (redução provocada por 4 passes de laminação) ocorre a taxa máxima de transformação de martensítica. Também foi verificado que entre 0,8 e 0,95 de deformação verdadeira (entre 8 e 12 passes) percebe-se o ponto específico da mudança de inflexão na região de decréscimo da taxa e incremento da fração de martensita, indicando uma tendência a saturação. Desta forma, neste estudo buscou-se obter percentuais de reduções análogos aos obtidos pela autora com o intuito de se obter uma curva da taxa de transformação martensítica com um comportamento similar ao exposto na Figura 34. Esse comportamento tem concordância

com trabalho com um aço 201 de REZAEI et al.(68) que mostrou que o percentual de redução até a uma saturação ideal, para se obter a melhor condição de reversão, seria quando se tem a taxa máxima de transformação de martensítica. Segundo BEHJATI, KERMANPUR e NAJAFIZADEH (69) a partir desta deformação tem-se uma fragmentação maior de martensita com o progresso da deformação a frio e, de acordo com MISRA e NAYAK (70), quanto mais fragmentada estiver a fase martensita maior será o número de sítios de nucleação na reversão para austenita, acarretando uma melhor reversão durante o recozimento. Diante disso, este visou se concentrar na exploração destas três reduções acumuladas.

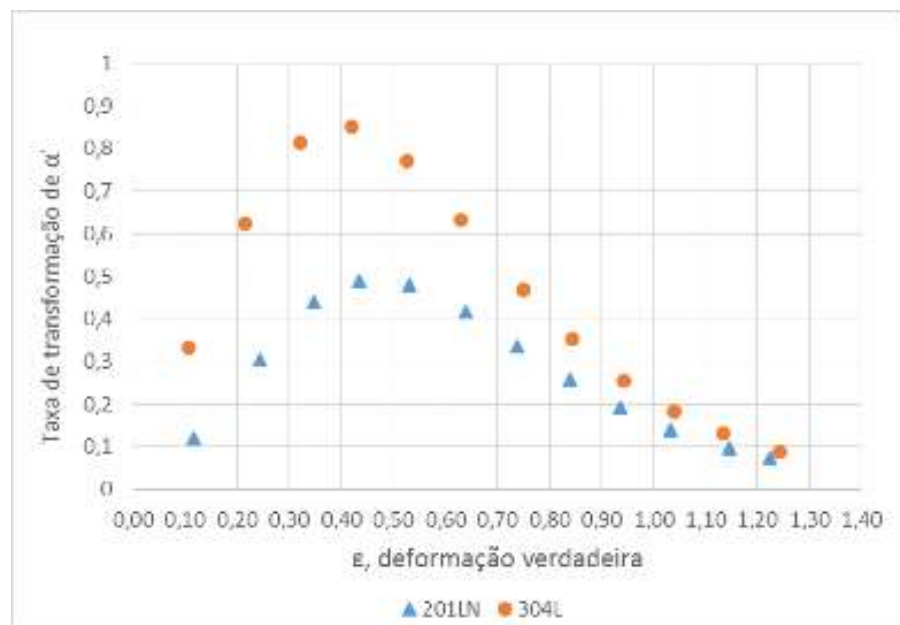


Figura 34 – Taxa de transformação de martensita α' induzida por deformação dos aços 304L e ASTM 201LN (Adaptado de DA SILVA (15)).

4.3.2 Recozimento

Foi realizado nas instalações do Laboratório de Tratamento Termomecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME) o tratamento térmico de recozimento para reversão martensítica do aço ASTM 201LN, em função dos 3 percentuais de deformação acumulada na laminação a frio selecionadas para esse estudo, conforme a explicação feita no tópico 4.3.1. Esse tratamento térmico de recozimento foi aplicado em todas as amostras laminadas com redução acumulada de aproximadamente 35, 56 e 66%. O recozimento para reversão foi realizado a uma temperatura de trabalho de 900 °C com tempos de encharque entre 15 e 180 segundos, sendo que foram obtidas amostras a cada 15 segundos, e ao término do encharque procedendo o resfriamento ao ar. O tempo de encharque foi restringido em 180 minutos devido ao limite de tempo de processamento em linha de recozimento contínuo

industrial realizado na empresa APERAM. Para a realização deste tratamento térmico foi utilizado forno do tipo mufla o modelo Quimis Q-138-M-24, localizado no Laboratório de Tratamento Termomecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME).

Para garantir todos os parâmetros estabelecidos para o tratamento de recozimento, fez-se um estudo do comportamento térmico do forno utilizado. Nesse procedimento, ao se ligar o forno foi observado o momento que o mesmo atingiu a temperatura de encharque almejada (900 °C) na zona quente em que as amostras seriam posicionadas no seu interior. Posteriormente, após atingir a temperatura de encharque, o forno foi mantido ligado com a sua porta fechada nessa temperatura por 2 h, de modo a garantir o encharque dos tijolos refratários e evitar uma grande perda térmica quando a abertura da porta do forno para inserção das amostras em estudo. Assim, quando uma nova amostra era inserida (com no máximo 5 segundos para abrir e fechar a porta do forno), o reestabelecimento da temperatura se dava entre sempre 70 a 75 segundos. Nota-se que em trabalhos anteriores (15, 13), quando não houve a espera destas 2 horas para encharque do forno, eram necessários de 4,5 a 5 minutos para reestabelecer a temperatura de encharque após a inserção da amostra e fechamento da porta do forno.

4.4 Técnicas de Caracterização

Esse tópico tem como objetivo detalhar as metodologias utilizadas para cada técnica de caracterização adotada na presente tese. Na Figura 35 está exposto um esquema representativo de todo o processo de caracterização. Todo o estudo realizado nesta tese foi conduzido com base nas análises de ferritoscopia e DRX para as amostras CR, LF das 3 reduções selecionadas e posteriormente recozidas em tempos específicos. Por outro lado, quanto ao entendimento da evolução estrutural para a maior reversão da martensita fez-se uso das técnicas de difração de Raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com uso dos detectores de elétrons retroespalhados (BSE) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Para investigar o comportamento mecânico do material ao longo de todo o processo, fez-se o uso das técnicas de macrodureza Vickers e ultramicrodureza instrumentada.

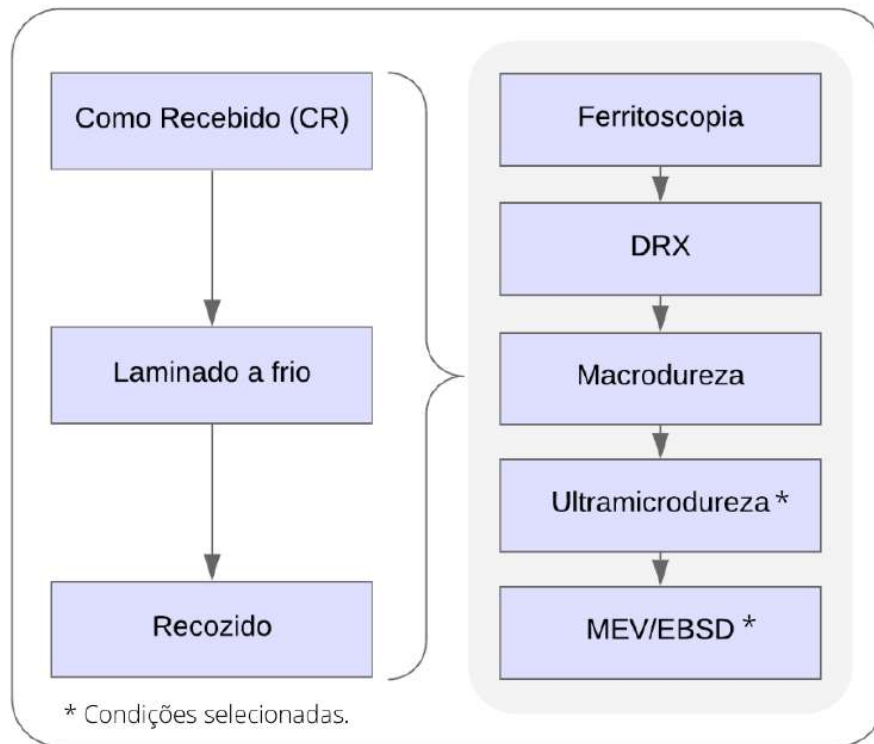


Figura 35 – Esquema representativo de todo o processo de caracterização utilizado nesta tese de doutorado.

4.4.1 Preparação das amostras

Na Figura 36 está exposto um esquema representativo da metodologia empregada para a preparação das amostras para cada técnica de caracterização empregada neste estudo. Para a realização das medidas de ferritoscopia foi necessário fazer uma decapagem nas amostras simplesmente processadas, utilizando uma solução composta por 50 mL de ácido nítrico 65%, 50 mL de ácido clorídrico e 50 mL de água destilada. Já para a realização das técnicas de caracterização DRX, ultramicrodureza instrumentada, macrodureza Vickers e MEV (BSE/EBSD), a preparação das amostras seguiu a mesma metodologia, na qual consistiu inicialmente com o lixamento mecânico, utilizando lixas metalográficas com granulometria de 250, 400, 600, 800, 1200, 1500, 2000 e 2500 mesh. Em seguida, foi realizado um polimento mecânico em solução aquosa de alumina de 1 μm por 15 minutos seguido de um polimento eletrolítico, sendo que os parâmetros utilizados variaram de acordo com a condição de cada amostra e da técnica utilizada, como exposto na Tabela 4. Para este polimento eletrolítico foi utilizada uma solução composta por 20% de ácido perclórico e 80% de álcool etílico absoluto, em temperatura ambiente.

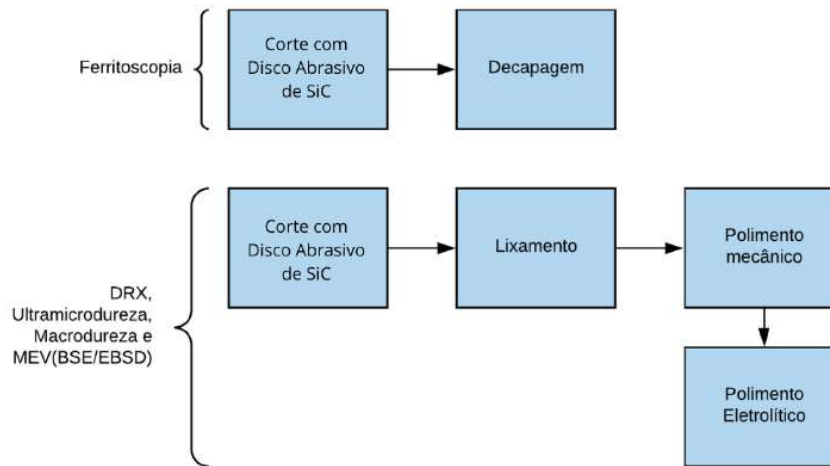


Figura 36 – Esquema representativo da preparação das amostras para cada técnica de caracterização.

Tabela 4 – Parâmetros utilizados para a realização do polimento eletrolítico em função da condição de processamento da amostra e técnica de caracterização.

Condição da amostra	Técnica de Caracterização	Polimento Eletrolítico
Como Recebida (CR)	DRX, Ultramicrodureza, Dureza	25 V por 10 s
	MEV (BSE/EBSD)	25 V por 10 s
Laminada a Frio (LF)	DRX, Ultramicrodureza, Dureza	20 V por 15 s
	MEV (BSE/EBSD)	20 V por 10 s
Recozida (TT)	DRX, Ultramicrodureza, Dureza	20 V por 15 s
	MEV (BSE/EBSD)	20 V por 10 s

4.4.2 Ferritoscopia

A quantificação de fases por ferritoscopia foi realizada para todas as amostras desse estudo (material como recebido, laminado a frio e recozido a 900 °C com tempos de encharque entre 15 e 180 segundos). A técnica de ferritoscopia se baseia na indução magnética que ocorre quando a amostra é submetida a um campo magnético gerado por uma bobina primária que este interage com a fase ferromagnética (martensita α') contida no material, fazendo com que seja gerada uma tensão correspondente à proporção desta fase. Esta descrição do princípio do funcionamento desta técnica pode ser melhor entendido no esquema apresentado na Figura 37 (72). A ferritoscopia apresenta uma grande facilidade para se medir fases ferromagnéticas, uma vez que ela é relativamente simples de operar e fornece uma resposta mais rápida para a quantificação de fases quando comparada com outros métodos teóricos, como o de Rietveld.

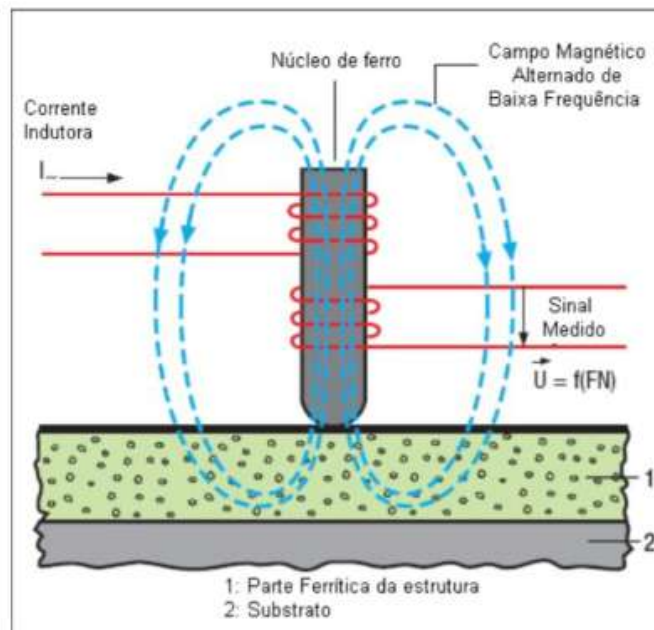


Figura 37 – Figura esquemática do princípio de funcionamento do ferritoscópio (Adaptado de HELMUT (72)).

As medidas de ferritoscopia foram realizadas nas dependências do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro (IFRJ/RJ), Campus Paracambi / RJ, por meio do ferritoscópio FISCHER - FMP30, com sensibilidade de detecção da fase ferromagnética entre 0,1 e 80%. Admitiu-se neste trabalho que a única fase ferromagnética que estaria presente nas amostras laminadas e recozidas seria a martensita α' (CCC). Sendo a fase martensita α' proveniente da indução por efeito TRIP na laminação a frio e da reversão não completa durante o recozimento a 900 °C em tempos distintos. Em relação a amostra na condição como recebida (laminada a quente e recozida a 1050 °C), a única fase ferromagnética prevista é a ferrita δ (CCC), resquício normalmente inferior a 1% e atestado pela empresa fornecedora APERAM, sendo que esta fase é oriunda da estrutura bruta de solidificação do lingotamento contínuo do aço e praticamente eliminada nos processos de homogeneização estrutural que ocorrem no reaquecimento de placas e subsequente laminação a quente. Além disso, em trabalhos anteriores conduzidos pelo grupo de pesquisa no IME com este o aço ASTM 201LN a ferrita delta apesar de observada nas análise microestruturais (microscopia óptica e MEV (BSE/EBSD), sempre se apresentou com fração muito baixa e abaixo do limite de detecção das técnicas de ferritoscopia e de DRX adotadas nesta tese (13, 15, 12).

4.4.3 Difração de Raios X

Foi realizada a análise de difração de raios X com o objetivo que identificar e quantificar a fases presentes. Optou-se em empregar a quantificação de fases também pelo método de Rietveld pois neste caso obtem-se os percentuais de cada fase presente após a identificação de cada uma através dos difratogramas. Foram analisadas as amostras na condição como recebida, laminadas e recozidas a 900 °C, com tempos de encharque entre 15 e 180 segundos. As amostras analisadas possuíam superfície preparadas para análise com dimensões aproximadas de 25 mm x 20 mm (DL x DT), resultantes da preparação metalográfica com polimento eletrolítico, conforme descrito no tópico 4.4.1 e Tabela 4. Essa análise foi feita no Laboratório de Difração de Raios X do IME, por meio do difratômetro de raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical.

A quantificação de fases por DRX foi realizada através do método de Rietveld por meio pelo software TOPAS – Bruker 4.0. Este método que consiste no refinamento do padrão de difração experimental. Este refinamento é obtido pelo método matemático de mínimos quadrados em função da diferença encontrada entre os difratogramas experimental e teórico (calculado). Para verificar a precisão do refinamento deve-se observar os valores estatísticos como a qualidade do ajuste (GOF – *Goodness of fit*), que deve apresentar um valor menor ou igual a 1,7, e também observou-se a linha de diferença calculada entre os difratogramas experimental e teórico.

A técnica de difração de raios X também foi utilizada para determinar a densidade de discordâncias das amostras laminadas e recozidas. O objetivo desta avaliação é investigar o grau de encruamento do do material gerado, em função de cada fase presente, durante o processo de laminação a frio, relacionando estes valores com a evolução estrutural e aos fenômenos de reversão que ocorrem durante o recozimento. Essa avaliação foi feita pelo refinamento dos difratogramas utilizando o software Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP), descrito no tópico 4.4.4.

4.4.4 Análise da densidade de discordâncias pelo método CMWP

O programa CMWP foi desenvolvido pelos pesquisadores Gábor Ribárik e Tamás Ungar, ambos do Instituto de Física da Universidade Eötvös Loránd localizada na Hungria. Este programa permite avaliar os padrões de difração de raios X em termos de alguns parâmetros microestruturais, dentre eles a densidade de discordâncias. Através deste programa é possível avaliar materiais que possuem rede cristalina cúbica ou hexagonal, e com isto para esta tese avaliou as fases austenita (CFC) e martensita α' (CCC). Este programa pode ser acessado tanto através da instalação em um sistema operacional Linux ou por meio de navegadores web, através do endereço do site <http://www.renyi.hu/cmwp>. No estudo realizado nessa tese optou-se utilizar o programa através da segunda opção, que proporciona uma maior independência de sistemas operacionais. O princípio de

funcionamento do método CMWP é análogo ao refinamento de Rietveld, em que ele descreve a forma e a largura dos perfis de difração, medidos em função de parâmetros microestruturais. Desta forma, é obtido um padrão de difração teórico por meio de funções analíticas no qual este é ajustado ao padrão experimental utilizando o método dos mínimos quadrados não linear de Levenberg-Marquardt, fornecendo assim as informações microestruturais.

4.4.5 Macro dureza Vickers

Com o objetivo de acompanhar a evolução da propriedade mecânica dureza durante o processo de formação e de reversão da martensita, foram realizados ensaios de dureza Vickers. Os ensaios foram conduzidos em todas as amostras: laminadas, recozidas e na condição como recebida (CR). As medições de dureza Vickers foram realizadas utilizando o equipamento Vickers HPO 250, pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) da Universidade Federal Fluminense (UFF). Foram realizadas 10 indentações em cada amostra, utilizando uma carga de 40 kgf com tempo de aplicação de 25 segundos. Os valores de dureza HV foram calculados por meio da Equação 4.31, que é uma função das medidas das duas diagonais da indentação impressa na amostra e da carga aplicada.

$$HV = \frac{1,8544 * F}{((d_1 + d_2)/2)^2} \quad (4.2)$$

4.4.6 Ultramicrodureza Instrumentada

Foram realizadas nesta tese de doutorado medidas de Ultramicrodureza Instrumentada nas amostras na condição como recebida, laminadas e recozidas com o intuito de avaliar as propriedades mecânicas das distintas fases presentes no material em função da condição de processamento. Por meio desta técnica foi possível obter valores referentes as durezas clássica (medida pela dimensão da impressão da indentação), durezas dinâmicas, dureza da indentação e ao módulo da indentação, estas últimas são calculadas a partir do tratamento dos dados obtidos da curva gerada durante o ensaio, que relaciona a força aplicada e a profundidade de penetração do indentador na amostra. Para esta análise foi utilizado um ultramicrodurômetro instrumentado com indentador Berkovich (marca Shimadzu, modelo DUH-211S), instalado no laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da Universidade Federal Fluminense (UFF) em Volta Redonda / RJ.

O princípio do funcionamento do ensaio de ultramicrodureza instrumentada é ilustrado na Figura 38 (73). Durante o ensaio o indentador é pressionado contra a amostra por meio de uma força monitorada, que aumenta a uma taxa constante indo de 0 até a força pré-setada. Ao passo que o indentador é pressionado contra a amostra a profundidade de

indentação é medida automaticamente, permitindo a medição de mudanças dinâmicas que podem ocorrer na resistência à deformação da amostra durante o processo de indentação.

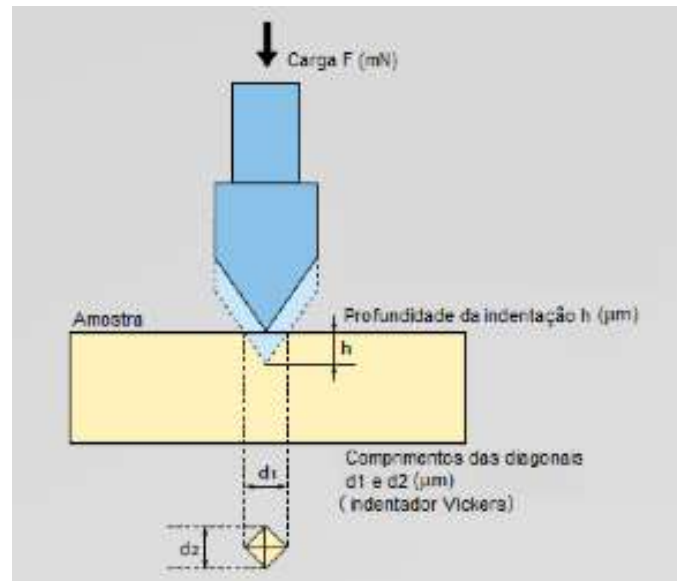


Figura 38 – Esquema representativo do funcionamento do ensaio de ultramicrodureza instrumentada, onde $h \ll d_1$ e d_2 (adaptado de SHIMADZU Instruction Manuals (72)).

Enquanto a indentação ocorre, o programa que controla o sistema calcula a dureza dinâmica, permitindo que o usuário posteriormente avalie a dureza relacionada às componentes plástica e elástica em conjunto e a componente plástica individualmente (Figura 39). Estes processos de deformação provocam uma impressão com uma projeção (A_p) sobre uma área de contato (A_s), a qual tem a forma da superfície de contato entre o indentador e a amostra dependente da forma do penetrador, até uma profundidade de contato (h_c) e profundidade máxima de indentação ($h_{máx}$), conforme Figura 39.

O ensaio adotado neste trabalho foi o do tipo cíclico de carga-descarga, no qual apresenta curvas similares as que estão representadas na Figura 40 (74) que são expostas em um gráfico típico de carga (F) da indentação versus o deslocamento (h), relativo à superfície antes da deformação. Esta curva é plotada a partir dos dados obtidos através de um ciclo completo de indentação (carga e descarga).

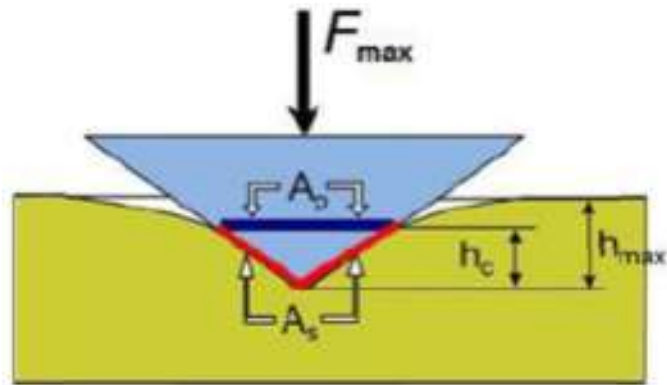


Figura 39 – Indentador deformando o material e respectivas áreas de contato (A_s) e projeção (A_p) associadas à profundidade de contato (h_c) para uma força máxima ($F_{m\acute{a}x}$) que resulta numa profundidade máxima ($h_{m\acute{a}x}$) de indentação (Adaptado de TAYLOR e FRANCIS (74)).

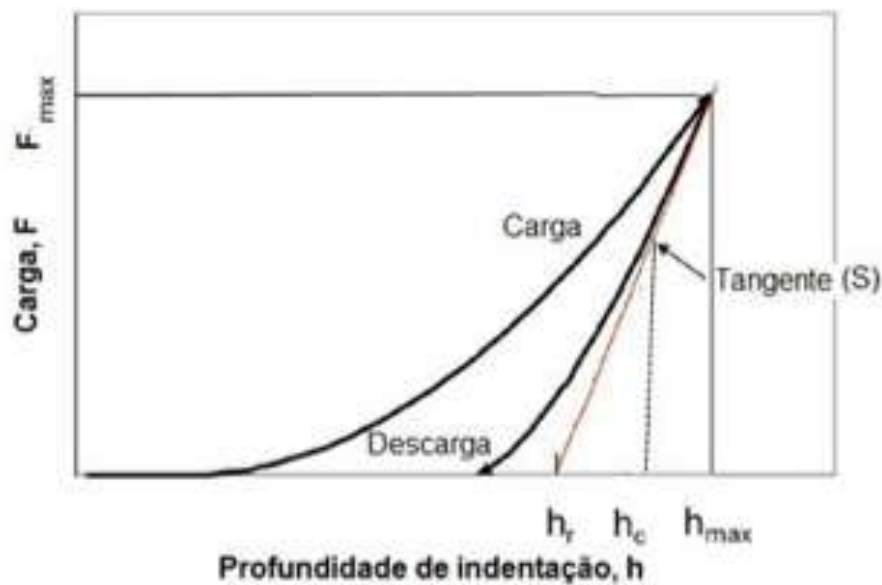


Figura 40 – Curva obtidas no ensaio cíclico de carga-descarga através da técnica de ultramicrodureza instrumentada (adaptado de TAYLOR e FRANCIS (74)).

As principais informações obtidas são: a penetração máxima ($h_{m\acute{a}x}$), a carga máxima ($F_{m\acute{a}x}$), profundidade final após a descarga ou indentação permanente (h_p) após a completa remoção da carga ($F=0$), profundidade de contato (h_c) e a interseção da reta tangente à curva de descarregamento com origem na carga máxima (h_r), que corresponde a um retorno elástico perfeito (73,75). Em posse dos parâmetros obtidos através destas curvas é possível calcular diversas propriedades como a dureza da indentação (H_{it}), propriedade associada à tensão limite de escoamento plástico (resistência ao início da deformação plástica), que pode ser obtida por meio da Equação 4.3.

$$H_{it} = F_{max} * 23,96 * h_c \quad (4.3)$$

Onde F_{max} é a força máxima e h_c a profundidade de indentação, que é obtida pela Equação 4.4.

$$h_c = h_{max} - 0,75(h_{max} - h_r) \quad (4.4)$$

Também é possível calcular o módulo da indentação (E_{it}), que avalia a rigidez elástica da região indentada do material que pode ser associado ao módulo de Young do material ensaiado. Seu cálculo é feito a partir da Equação 4.5:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - v^2}{E_{it}} + \frac{(1 - v_i^2)}{E_i} \quad (4.5)$$

Onde v é o coeficiente de Poisson do material ensaiado, v_i é o coeficiente de Poisson do indentador (0,07), E_i é o módulo de elasticidade do indentador e E_r (módulo de elasticidade do conjunto).

E por fim, pode-se também obter as durezas dinâmicas (DHT-1 e DHT-2) que relacionam a força máxima aplicada à profundidade resultante, onde DH-1 está associada a $h_{máx}$ e DH-2 a profundidade associada ao perfeito retorno elástico (h_r). A letra V é adicionada a sigla da dureza dinâmica quando se utiliza um indentador do tipo triangular de 115° - Berkovich, indicadas nas Equações 4.6 e 4.7.

$$DHT - 1 = a * \frac{F_{max}}{(h_{max})^2} \quad (4.6)$$

$$DHT - 2 = a * \frac{F_{max}}{(h_r)^2} \quad (4.7)$$

Sendo a a constante 3,8584 para um indentador Berkovich, como também para um indentador Vickers, $F_{máx}$ a força máxima (mN), $h_{máx}$ a profundidade máxima de indentação (m) e h_r o ponto de interseção entre a tangente da curva de descarregamento a partir da $F_{máx}$ e o eixo referente à profundidade de indentação, conhecido como a profundidade de indentação associada a um retorno elástico perfeito.

4.4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

Foi utilizada nesta tese a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para caracterização microestrutural das amostras laminadas e recozidas, assim como na amostra na condição como recebida (CR). Por meio desta análise obteve-se, nas amostras laminadas, detalhes microestruturais da austenita e da martensita induzida por deformação. Já as

amostras recozidas, pode-se acompanhar as variações percentuais da austenita revertida até a reversão completa. Para a análise de MEV utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura modelo QUANTA 250 FEG - FEI, localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME. Esta análise foi realizada com a utilização de detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Particularmente o uso do detector de BSED foi feito com o intuito de observar a evolução da morfologia microestrutural desenvolvida ao longo do processamento com aspecto das fases presentes, onde se adotou as seguintes condições instrumentais de tensão de 10 kV, abertura 5, distância de trabalho de 10 mm e spot size igual a 5,5.

Nesta tese foi utilizada a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD - Electron Back Scatter Diffraction) com o objetivo de fazer uma avaliação mais detalhada da microestrutura. Por meio desta análise foi possível obter informações referentes ao grau de misorientação presente no interior dos grãos, assim como o tamanho de grãos e também foram obtidos os mapas de fases, e de orientação cristalográfica. Esta análise foi feita através do detector de EBSD da marca Bruker acoplado ao microscópio eletrônico de varredura modelo QUANTA 250 FEG - FEI, localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, conforme citado anteriormente. Para o tratamento dos dados foram utilizados os *softwares* ESPRIT 1.9.4 e Matlab, particularmente a este último fazendo uso da macro MTEX (<https://mtextoolbox.github.io/>).

A análise de EBSD foi conduzida utilizando os seguintes parâmetros:

- tensão de aceleração: 25 kV;
- spot size: 5,5;
- distância de trabalho (WD): 20,0 mm;
- abertura: 5 e 3;
- inclinação da amostra: 70°;
- distância do detector a amostra: 16 mm;
- inclinação do detector: 10,5 a 10,6°;
- resolução do detector: 160 x 120;
- tempo de exposição e número de frames: 7 e 15 ms; 1 e 2
- constrate: 0,1;
- ganho: 96;
- aumento: 500X, 2000X;
- Fichas cristalográficas das fases: austenita (CFC) e martensita (CCC).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Material na condição como recebido (CR)

5.1.1 Identificação e Quantificação das Fases

A identificação de fases na amostra na condição como recebida (CR) foi realizada por meio da técnica de Difração de Raios X. Na Figura 41 está exposto o difratograma obtido para esta amostra.

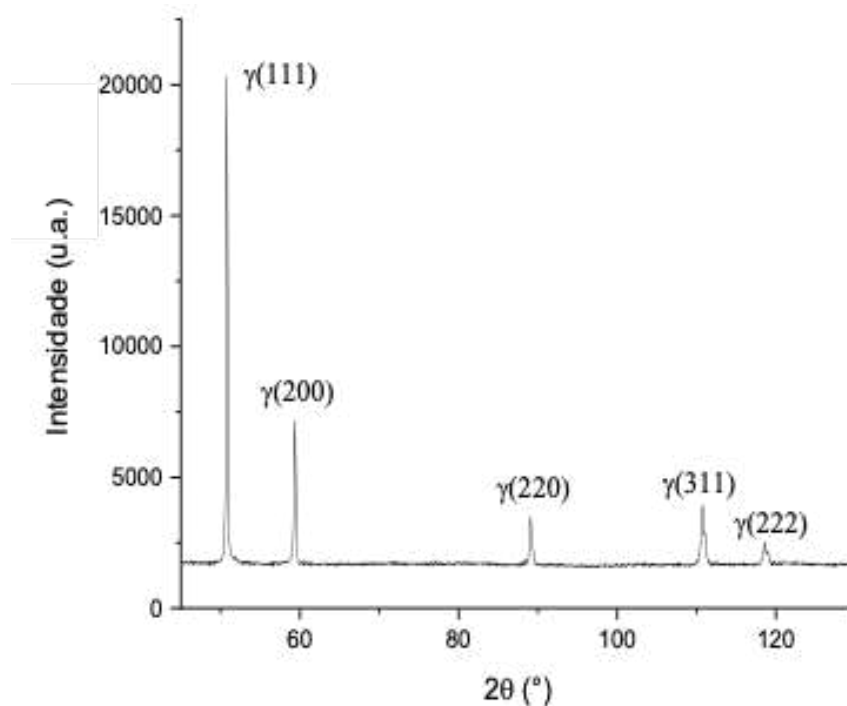


Figura 41 – Difratograma, obtido com radiação de $\text{CoK}\alpha$, da amostra do aço ASTM 201LN na condição como recebido.

Analisando o difratograma da amostra na condição como recebida foi observado somente picos associados à austenita, sendo o primeiro deles referente ao plano (111), o mais intenso. Não foram observados picos associados à martensita (α' e ϵ) ou à ferrita delta. Embora o difratograma obtido para a amostra CR apontou somente picos associados a austenita, optou-se empregar a técnica de ferritoscopia com o intuito de verificar a presença de algum percentual martensita alfa linha ou ferrita delta nesta amostra, que são fases de estrutura CCC e ferromagnéticas. Nesta análise foi detectada a presença de 0,98% de fase ferromagnética, porém não é possível afirmar se este percentual encontrado se trata de ferrita delta ou de martensita α' .

No entanto é importante destacar que as fases martensíticas nestes aços a temperatura ambiente são induzidas por processo de deformação a frio. Porém, este aço foi devidamente submetido ao recozimento industrialmente para completa recristalização após a laminação a quente, impossibilitando assim a detecção de martensita. Além disso, a rota de preparação adotada foi conduzida de forma criteriosa nas etapas mecânicas de lixamento e polimento, e o polimento final se deu de forma eletrolítica para eliminar qualquer deformação superficial artefato da preparação metalográfica. Por outro lado, a não identificação na análise de DRX (Figura 41) de ferrita delta, de estrutura CCC semelhante a martensita alfa linha, indica que as etapas de processamento na laminação a quente adotadas foram eficiente para reduzir a níveis não detectáveis por DRX a ferrita delta que se formou na etapa de solidificação no lingotamento contínuo do aço. Desta forma, infere-se que se trata de ferrita delta residual a fase ferromagnética detectada na análise de ferritoscopia.

5.1.2 Análise da Densidade de Discordâncias

A análise da densidade de discordâncias foi realizada na amostra na condição como recebida (CR) por meio do método computacional CMWP (*Convolutional Multiple Whole Profile*), a partir do difratograma obtido pela análise de DRX (Figura 41). O resultado obtido nesta análise para a amostra CR está exposto na Tabela 5.

Tabela 5 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para a amostra CR.

Amostra	discordâncias por m ²
CR	5,58x10 ¹³

Foi obtido uma densidade de 5,58x10¹³ discordâncias por m² para a amostra na condição como recebida, sendo que este valor será utilizado como base de comparação para os demais resultados obtidos para as amostras nas condições de laminadas a frio e recozidas.

5.1.3 Caracterização Microestrutural

Os aspectos microestruturais da amostra do aço ASTM 201LN como recebido foram analisados por meio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), sendo que foram utilizados os detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Os resultados obtidos nesta análise para a amostra CR estão expostos nas seções a seguir.

5.1.4 Aspecto Morfológica da Microestrutura (MEV/BSED)

As micrografias obtidas da amostra do aço ASTM 201LN na condição como recebido estão apresentadas na Figura 42 com um aumento de 500x (a) e com um aumento de 1000x (b), para análises realizadas no MEV com detector de BSED.

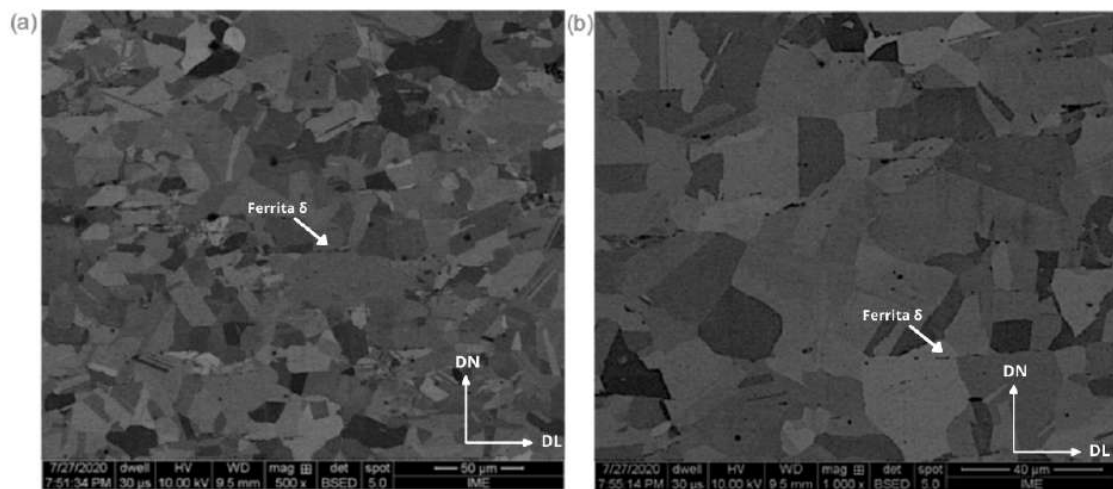


Figura 42 – Micrografia do aço ASTM 201LN na condição como recebido, obtida com uso do detector de elétrons retroespalhados/MEV, com um aumento de 500x (A) e com um aumento de 1000x (B).

Analisando as micrografias obtidas para a amostra CR nota-se a presença somente de grãos austeníticos. Observa-se que estes grãos austeníticos são característicos de um material que foi previamente deformado e recozido. Isso é constatado devido ao fato destes grãos serem equiaxiais e possuírem maclas características do processo de recristalização, que se dá no recozimento para este fim nos aços austeníticos. Esta característica corrobora para o fato de que este material foi submetido a laminação a quente, seguido de recozimento para completa recristalização a 1050 °C em escala industrial. Além disso, observa-se linhas escuras onduladas e paralelas a direção de laminação, as quais se referem a ferrita delta residual detectada (0,98%) pela análise de ferritoscopia.

5.1.5 Microtextura (MEV/EBSD)

Os resultados obtidas da análise de EBSD/MEV para amostra do aço ASTM 201LN na condição como recebido estão representados na Figuras 43 com um aumento de 500x. O pós-processamento dos dados foi realizado através dos *software* ESPRIT 1.9.4.

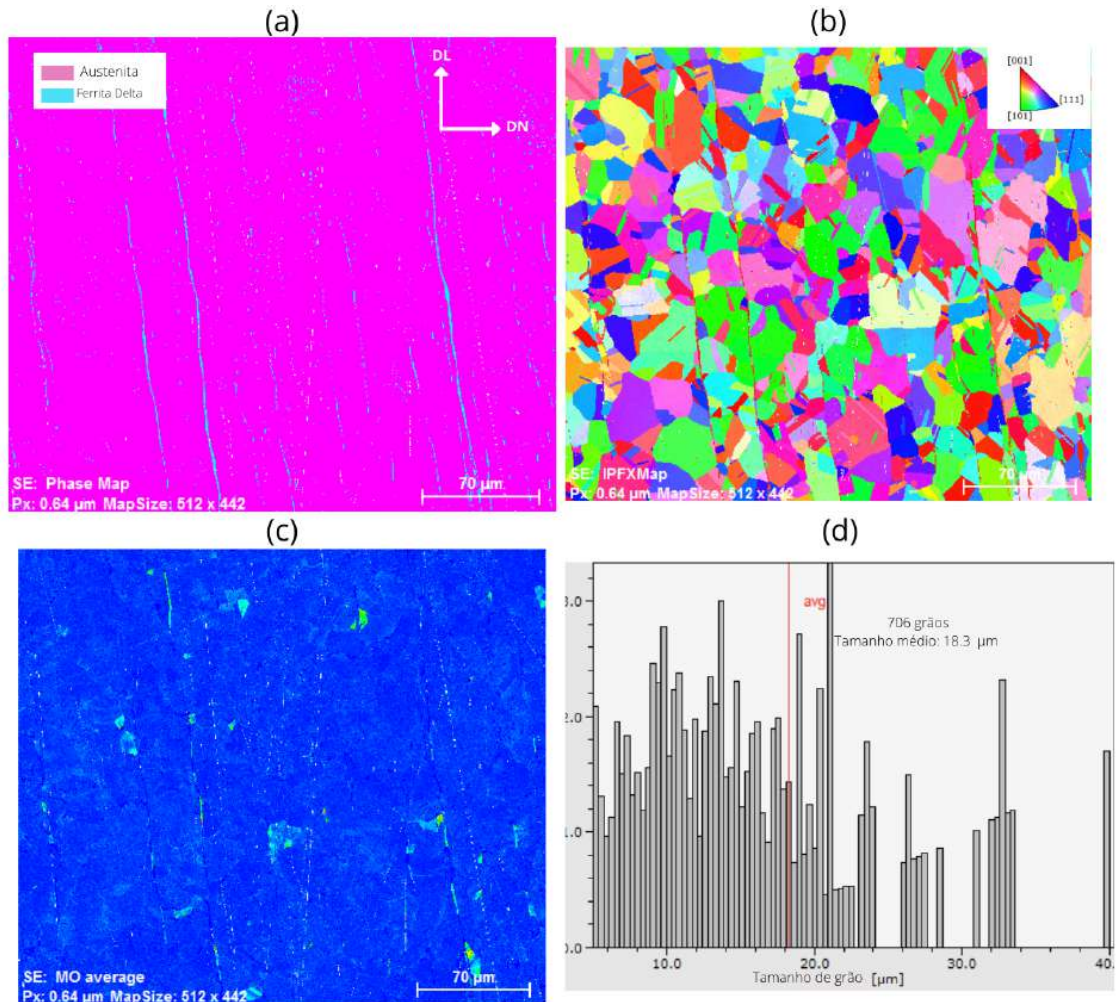


Figura 43 – Resultados da análise de EBSD para a amostra CR do aço ASTM 201LN ,com um aumento de 500x: (a) Mapa de fases com destaque dos contornos de grão e maclas, (b) Mapa de Orientação associada a seu padrão cores para figura de polo inversa da fase CFC, (c) Mapa de misorientação, (d) Histograma de distribuição de tamanho de grão da austenita.

Os resultados da análise de EBSD para a amostra CR são referentes ao mapa de fases, mapa de orientação e de misorientação da fase austenítica, assim como informações sobre o histograma de distribuição do tamanho de grão da austenita e seu valor médio em função da população total de grão medidos na área analisada. Ao se analisar a Figura 43 (b) em conjunto o mapa de fases Figura 43 (a), confirma-se se tratar que a condição como recebida é austenítica, com a presença de ferrita delta na forma de lamelas paralelas a direção de laminação. Essa observação corrobora com o percentual obtido abaixo de 1% de fase ferromagnética na análise de ferritoscopia e atribuída a ferrita delta de estrutura CCC, em função do histórico de processamento desta condição em análise.

Na Figura 43 (c) observa-se os mapas de orientações onde nota-se pequenas regiões com desvio de orientação, destacadas pelo gradiente de cores do azul escuro a claro - verde - amarelo - laranja - vermelho (com incremento da misorientação nesta ordem). Estes desvios de orientações podem terem ocorrido durante o processo de preparação da amostra, que pode esta associado ao cisalhamento ocorrido na estrutura promovendo uma com mudança de orientação, sem transformação de fase. Também constatou-se que a amostra CR apresenta somente grãos equiaxiais de austenita (Figura 43 (b)) e que alguns grãos possuem maclas visíveis. Quanto ao tamanho dos grãos, partir dos histogramas gerados pelo programa, para uma população de 706 grãos o tamanho médio de grão calculado foi de 18,3 μm .

5.1.6 Propriedades mecânicas

Com o intuito de obter informações sobre a resposta mecânica para o aço ASTM 201LN na condição como recebido (CR), foram realizadas caracterizações mecânicas por meio de ensaios de macrodureza Vickers e ultramicrodureza instrumentada. Os resultados obtidos nestes ensaios estão expostos nas seções a seguir.

5.1.7 Dureza Vickers

O ensaio de macrodureza Vickers foi realizado na amostra do aço ASTM 201LN na condição como recebido, em que foi empregada uma carga de 40 Kgf. Nesse ensaio foi obtido uma dureza de $227,59 \pm 4,14$ HV, ou seja, destacando uma baixa dispersão de valores por tratar de um material com aspectos homogêneos.

5.1.8 Ultramicrodureza Instrumentada

A técnica de ultramicrodureza instrumentada foi empregada na amostra CR do aço ASTM 201LN em 3 regiões distintas na seção transversal analisada (associada a direção de laminação) com o objetivo de avaliar se já existia alguma heterogeneidade estrutural ao longo da espessura no material de partida como, por exemplo, a influenciada

pela segregação de soluto a meia espessura e que possa modificar o comportamento micromecânico quanto o encruamento da austenita e formação de martensita em função de deformação imposta. Por meio dessa técnica foram extraídas as seguintes propriedades: DHT115-1 (Dureza dinâmica elasto-plástica), DHT115-2 (Dureza dinâmica plástica), Eit (Módulo de indentação), Hit (Dureza de indentação), Wt (Trabalho total), We (Trabalho elástico) e Wp (Trabalho plástico).

Na Figura 44 está exposta a evolução das propriedades DHT115-1, DHT115-2, hit e Eit, obtidas com com carga máxima aplicada de 20 gf em condição de carregamento/descarregamento controlada para a amostra CR. Os valores individuais obtidos nesta análise podem ser consultados no Anexo E.

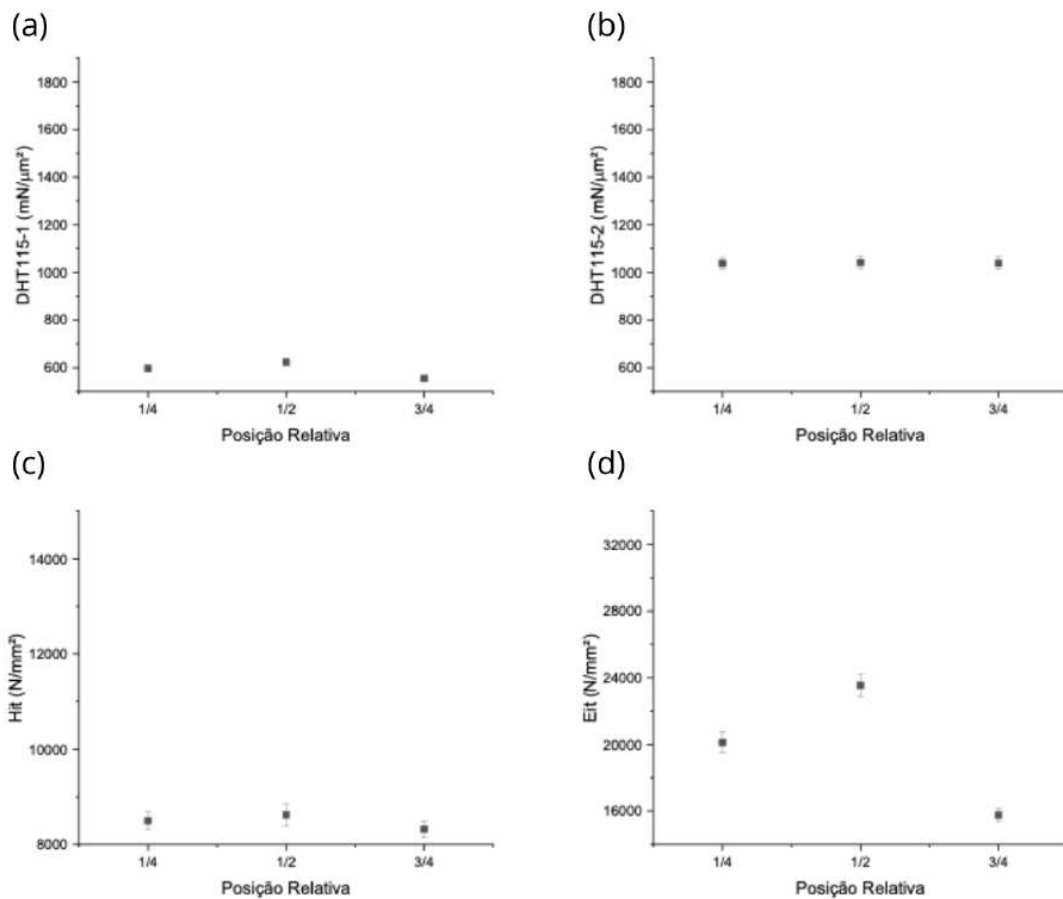


Figura 44 – Evolução das propriedades mecânicas calculadas em função das medidas nas posições relativas da espessura (1/4, 1/2 e 3/4):DHT115-1 (a), DHT115-2 (b), Hit (c) e Eit (d) para a amostra CR.

A dureza dinâmica elasto-plástica (DHT115-1) (Figura 44 (a)) relaciona-se inversamente proporcional a profundidade máxima de indentação em relação a aplicação da carga máxima, ou seja, quanto maior a resistência a indentação (menor profundidade)

maior sua dureza DHT115-1. No entanto, a dureza dinâmica plástica DHT115-2 (Figura 44 (b)) é inversamente proporcional ao quadrado da profundidade de indentação com retorno elástico perfeito (h_r), resultante da remoção completa da carga, que por sua vez é menor que profundidade máxima ($h_{máx}$), que faz com os valores de DHT115-2 sejam significativamente superiores aos valores de DHT115-1. Porém quando se compara os valores destas nas diferentes posições relativas da espessura não se observa diferenças muito significativas, apesar de DHT115-1 ser ligeiramente superior a $1/2$ espessura e inferior a $1/4$ da espessura, o que é de esperar para qualquer material laminada a quente dentro dos padrões de qualidade que haja uma mínima segregação de soluto no centro da espessura da chapa. A propriedade Hit (Figura 44 (c)), denominada dureza de indentação, indica a resposta do material ao início da deformação plástica na etapa de carregamento do ensaio, que está associada qualitativamente à tensão LE. Analisando a evolução destas propriedades em função da espessura medida na amostra CR, nota-se que os valores obtidos são bem próximos com pouca variações, indicando uma homogeneidade destas características mecânicas ao longo da espessura para esta amostra. O módulo de indentação (E_{it}) (Figura 44 (a)) é influenciado pela dureza do material, além da inclinação da região linear da curva de descarregamento, uma vez que leva em consideração à profundidade de contato da indentação (h_c) e área de projeção de indentação (A_p) obtida. Analisando a evolução desta propriedade em função da espessura de medida observou-se uma variação nos valores obtidos. Isso pode ser explicado pelo fato da carga de 20 gf gerar um maior volume de deformação, que por sua vez abrange vários grãos, resultando numa média da influência de suas distintas orientações e seus respectivos contornos, como também do seus distintos comportamentos a propensão de encruar a austenita e/ou de induzir a formação de martensita por deformação até atingir a força máxima aplicada.

Complementando a análise de ultramicrodureza, na Figura 45 está exposta a evolução do trabalho total (W_t), elástico (W_e) e trabalho plástico (W_p), e na Figura 46 as curvas de carregamento e descarregamento obtidas em função da espessura para a amostra CR. Vale ressaltar que o trabalho total é a soma dos trabalhos elástico e plástico. Os valores obtidos nesta análise podem ser consultados no Anexo E.

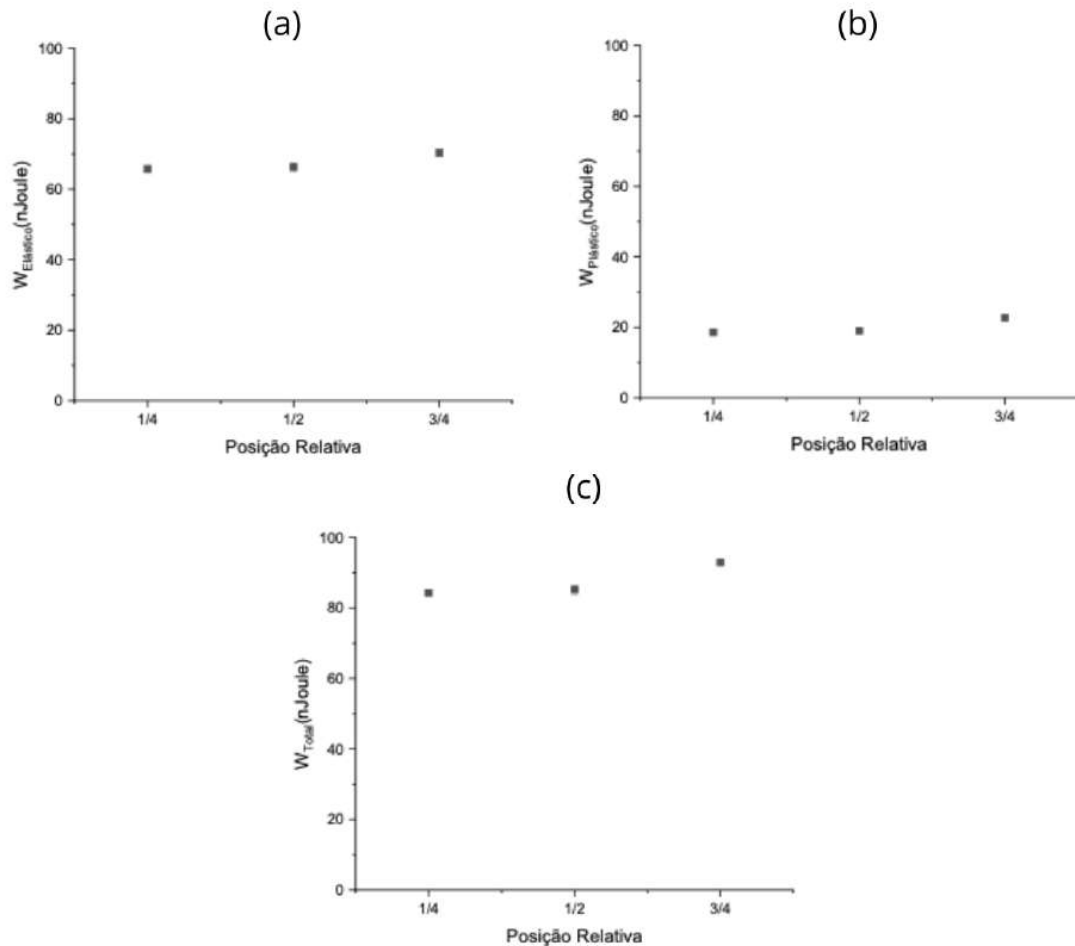


Figura 45 – Evolução dos trabalhos elástico (a), plástico (b) e total (c) para a amostra CR.

Observando a evolução dos trabalhos W_t , W_e e W_p em função da posição da espessura medida, observa-se que estes possuem suas magnitudes bem próximas para as três posições medidas. Desta forma, pode-se inferir que amostra CR apresentou para as três posições avaliadas áreas similares abaixo da curva de descarregamento (W_e) e entre as curvas de carregamento e descarregamento (W_p) (Figura 46), após a aplicação do indentedor e o subsequente retorno elástico após a remoção do mesmo ao final do ensaio. De modo geral, observa-se uma homogeneidade no comportamento das curvas de carregamento e descarregamento para as três posições relativas analisadas. Isso também pode ser constatado através da pequena diferença encontrada nas propriedades avaliadas expostas no Anexo E. No entanto, observa-se para as três posições analisadas, uma mudança de inclinação na curva de carregamento a uma dada profundidade, associada, provavelmente, a transição entre o encruamento da austenita e a transformação martensítica induzida pela deformação imposta pela indentação. O que destaca, em corroboração com as demais propriedades observadas das medidas extraídas nas 3 posições relativa a espessura, que o

material apresenta homogeneidade composicional e estrutural a propensão de encruar a austenita e induzir a transformação martensítica durante a deformação a frio, neste caso observada no ensaio de ultramicrodureza instrumentada.

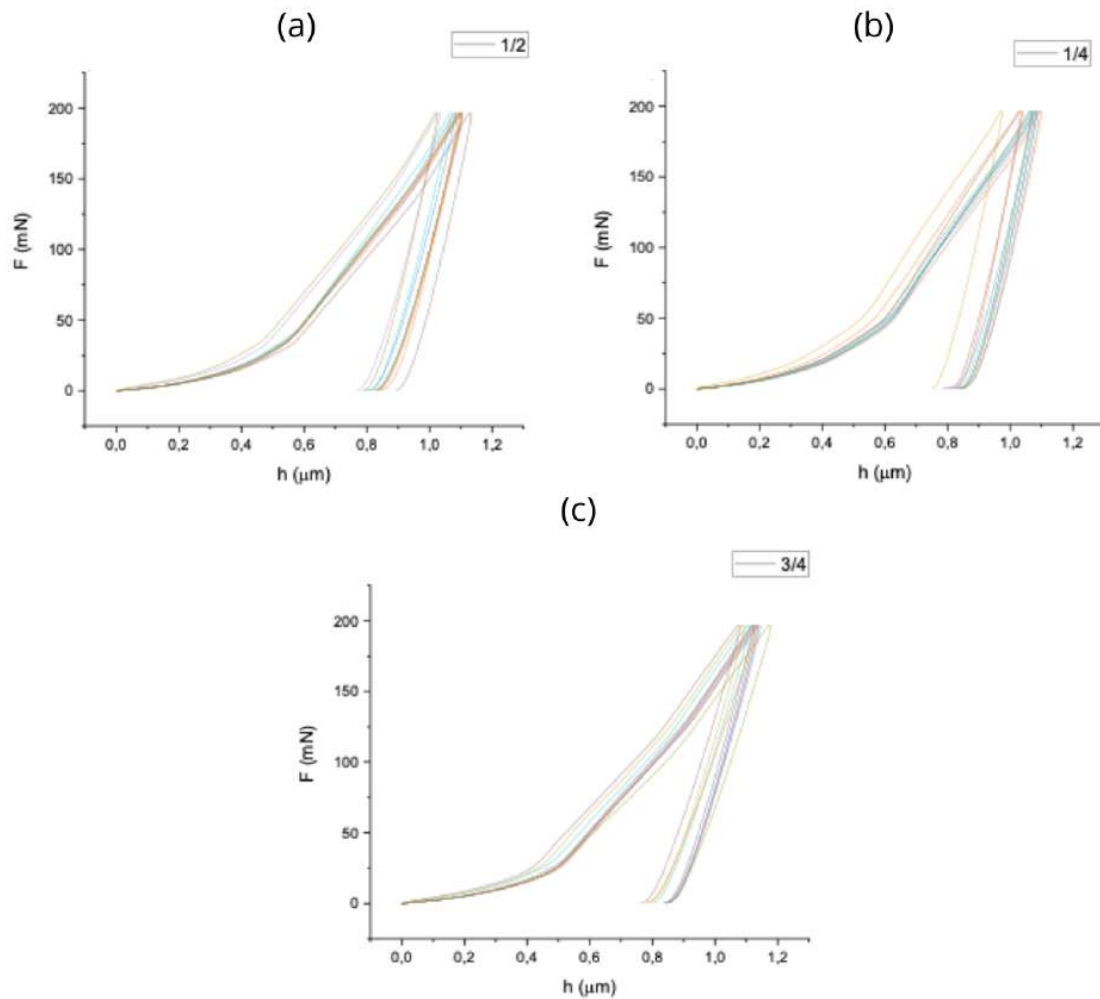


Figura 46 – Curvas de Força (mN) versus Profundidade (μm) (carga máxima 20 gf/196,2 mN - carregamento e descarregamento) para a amostra CR, respectivamente: (a, b) 1/2 da espessura, (c, d) 1/4 da espessura e (e, f) 3/4 da espessura.

5.2 Material Laminado a Frio

Neste tópico são apresentados e discutidos todos os resultados obtidos das caracterizações das amostras do aço ASTM 201LN laminadas a frio. Com o intuito de sintetizar a ordem como foram conduzidas as técnicas de caracterização nesta etapa, na Figura 47 está exposto um diagrama representativo de todo o processo.

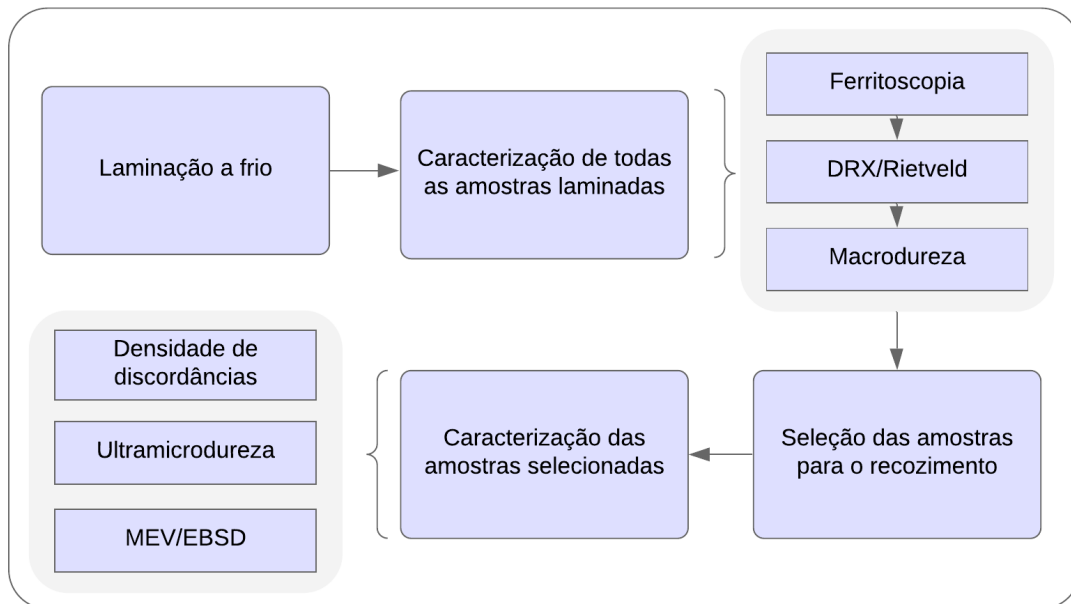


Figura 47 – Detalhamento do processo de laminação a frio e as técnicas de caracterização conduzidas nesta etapa.

5.2.1 Identificação e Quantificação das Fases

Com o objetivo de identificar as fases nas amostras obtidas ao longo do processo de laminação a frio foram realizadas análises de difração de raios X, sendo que estas fases foram quantificadas por meio do refinamento de Rietveld, como também por meio de análises de ferritoscopia.

Nas Figuras 48 e 49 estão expostos os resultados obtidos da análise de raios X para as amostras laminadas.

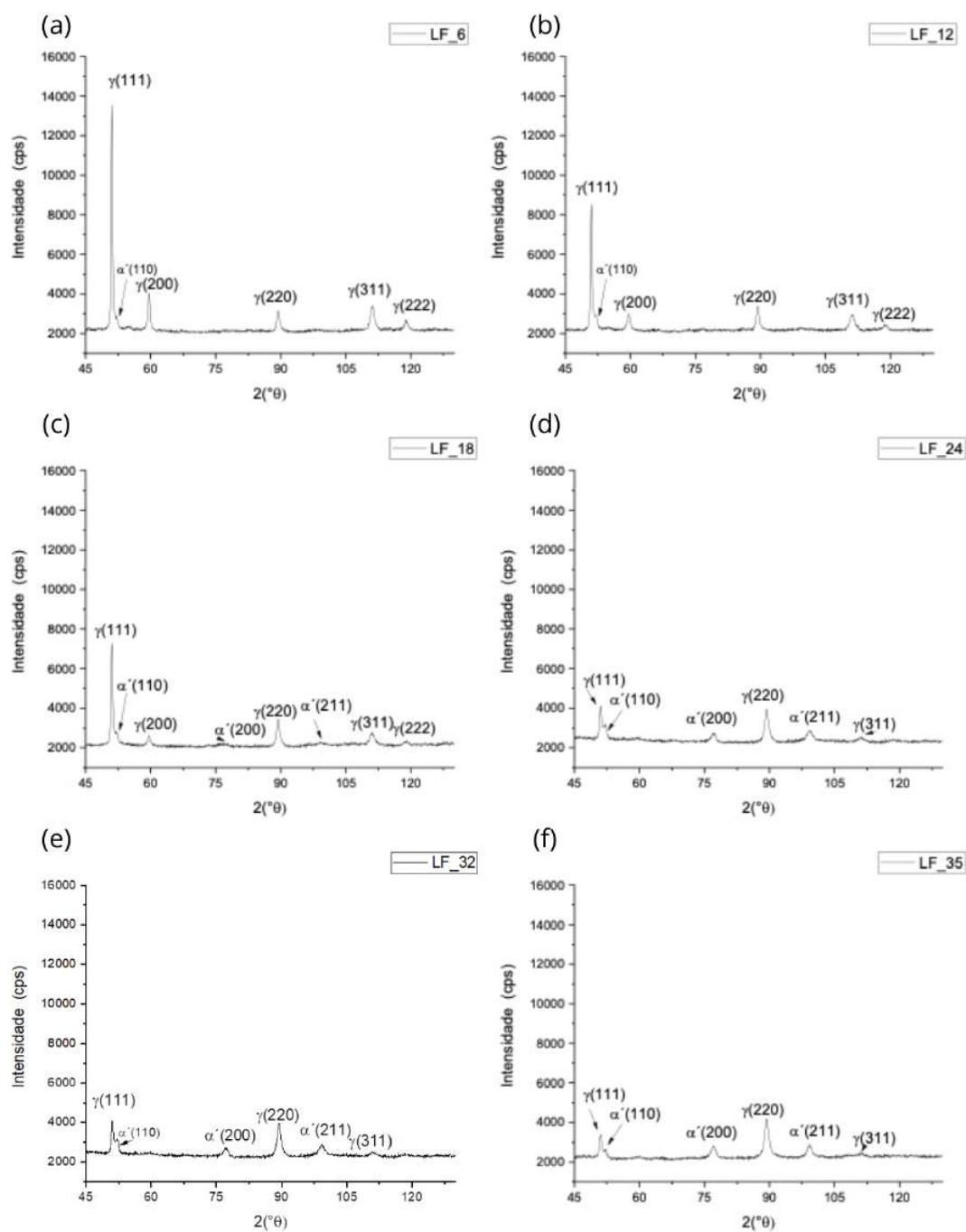


Figura 48 – Difratomogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra: (a)LF_6; (b)LF_12; (c)LF_18; (d)LF_24; (e)LF_32; (f)LF_35.

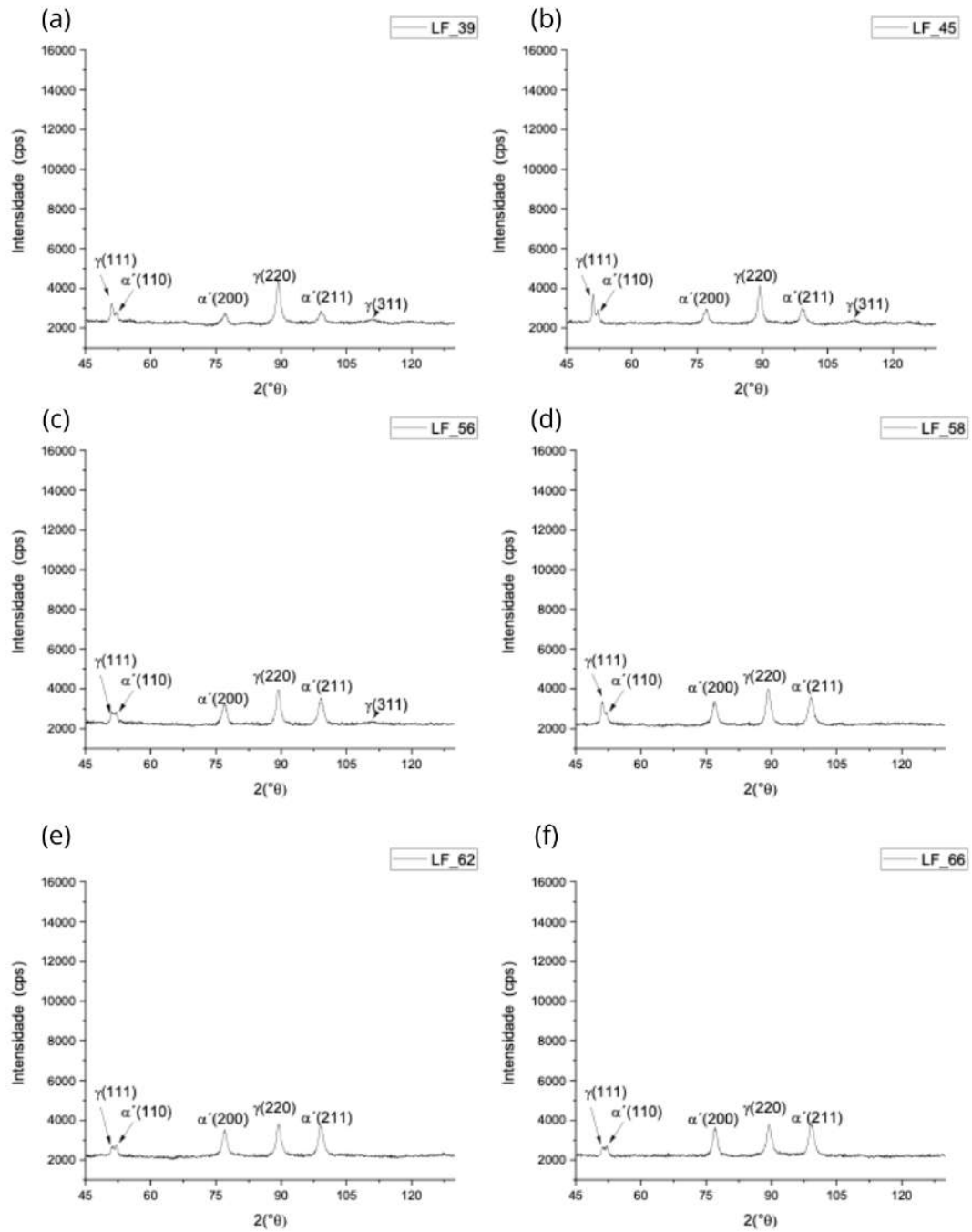


Figura 49 – Difratomogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra: (a)LF_39; (b)LF_45; (c)LF_56; (d)LF_58; (e)LF_62; (f)LF_66.

Analisando os difratogramas das amostras laminadas a frio foram identificados os picos associados tanto a fase austenita (γ) quanto a martensita (α'), em todas as amostras. No início da deformação, para a amostra com uma redução em torno de 6% (Figura 48 (a)), nota-se a predominância de picos associados a austenita (γ), sendo o pico (γ)(111) o mais intenso e verifica-se o surgimento do pico α' (110). A medida que a deformação evolui para uma redução em torno de 24% (Figura 48 (d)) nota-se o surgimento de demais picos α' (200) e α' (211), associados a fase martensita. Nota-se também uma redução da intensidade dos picos (γ)(111) e (γ)(311), assim como o desaparecimento do pico (γ)(222).

Quando a deformação atinge uma redução em torno de 56% (Figura 49 (c)) fica mais evidente o incremento da intensidade dos picos associados a martensita α' (111), α' (200) e α' (211) e o pico (γ)(220) assume uma maior intensidade. Esse mesmo comportamento se mantém para a amostra com redução em torno de 58% (Figura 49 (d)), sendo que a partir desse estágio do progresso da deformação o pico (γ)(311) é totalmente consumido. A partir desse ponto, até a deformação atinge seu último estágio, ou seja 66% de redução (Figura 49 (f)), os picos associados a fase martensita α' (200) e α' (211) assumem altos valores intensidades. Nesse mesmo estágio fica evidente somente a presença dos picos (γ)(111) e (γ)(220), sendo que esse último assume uma intensidade próxima a assumida pelos picos mais intensos associados a martensita α' . De modo geral, com o progresso da redução das chapas e, conseqüentemente, da deformação, verificou-se que os picos de austenita γ decresceram em suas intensidades, enquanto os picos de martensita α' incrementaram. Esses resultados fazem coerência com as observações feitas por SOHRABI, MIRZADEH e DEGHANIAN (67), que observaram que ao aumentar a redução da espessura das chapas do aço AISI 304L os picos de martensita α' formam-se e aumentam suas intensidades, assim como a intensidade dos picos de austenita diminui. Esse comportamento era esperado, uma vez que o aço ASTM 201LN é passível ao efeito TRIP e os resultados obtidos na técnica de ferritoscopia indicaram que houve um aumento da fração de fase ferromagnética, onde a técnica de DRX confirma se tratar da martensita α' induzida por deformação.

Após a identificação das fases por DRX, foi realizada a quantificação das mesmas através de duas técnicas: ferritoscopia e refinamento de Rietveld com o auxílio do *software* TOPAS. A técnica de ferritoscopia foi empregada com o intuito de detectar o percentual de fase ferromagnética contido na amostra, que no caso do aço ASTM 201LN pode ser associada a martensita α' ou ferrita δ , e o refinamento de rietveld a partir dos difratogramas quantifica e distingue a fase detectada. Os valores da quantificação de fases podem ser consultados no Anexo B, que consta os percentuais de martensita obtidos pelos dois métodos com os valores de erro da análise de ferritoscopia e do do ajuste GOF (Goodness of fit) do refinamento de Rietveld. Os valores de GOF devem apresentar valores menor ou igual a 1,7 para se obter um bom refinamento. Sendo assim, verifica-se que todos os valores encontrados satisfizeram esta condição, comprovando assim a precisão da análise. O gráfico com as curvas obtidas da quantificação de fases está exposto na Figura 50.

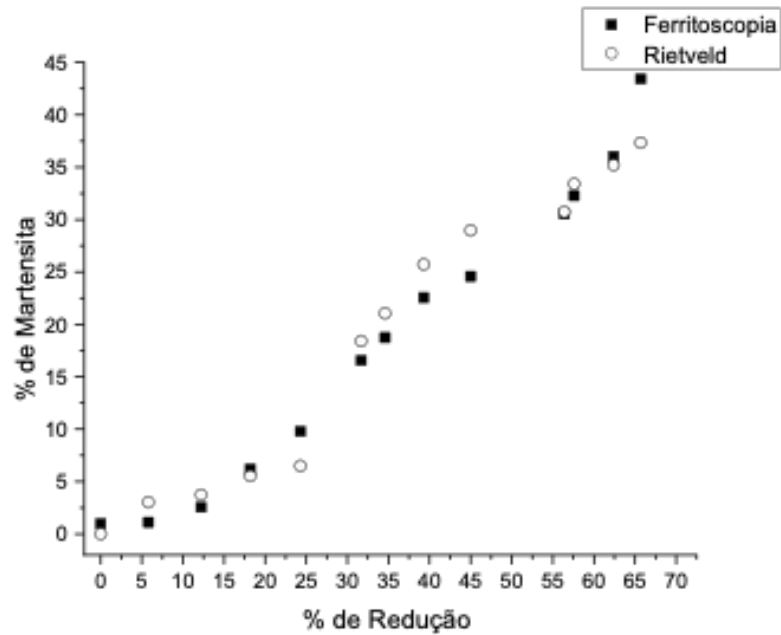


Figura 50 – Análise da evolução da fração volumétrica de martensita, realizada por ferritoscopia e Rietveld em função da percentual de redução, para as amostras laminadas a frio.

De modo geral, analisando os resultados obtidos para a quantificação de fases pelos métodos de ferritoscopia e Rietveld, observa-se que o percentual de martensita incrementa a medida que a deformação aumenta. Isto corrobora com o estudo feito por MOALLEMI et. al (65), em que observaram que a fração volumétrica da martensita induzida por deformação, em um aço inoxidável 201, incrementa com o aumento da redução de espessura. Esse comportamento também era esperado uma vez que, tendo em vista a estimativa das temperaturas M_i e M_{d30} calculadas para este aço (Tabela 6), estima-se que a temperatura ambiente o efeito TRIP ocorre através das transformação martensítica induzida por deformação. Verificou-se que o aumento do percentual de martensita passa a ser mais significativo a partir da amostra LF_32, ou seja, a partir de 30% de redução, chegando a um percentual de em torno de 40% de martensita para a amostra mais deformada com uma redução de 66%.

Tabela 6 – Valores de M_i e M_{d30} obtidos para o aço ASTM 201LN objeto de estudo desta proposta de tese, fornecido pela APERAM South América.

Material	M_i (°C)	M_{d30} (°C)
ASTM 201LN	-190,93	-5,84

O comportamento das curvas, tanto de ferritoscopia quanto a de Rietveld, apresentaram um comportamento similar mostrando que o percentual de martensita aumenta com o incremento da deformação. Entretanto, em algumas amostras foram observadas algumas diferença nos valores de percentual de martensita. Para exemplificar essa diferença, a amostra com 39% de redução a técnica de ferritoscopia apontou um percentual de 22,56% de martensita, sendo que pelo refinamento de Rietveld esse percentual foi de 25,72%. Essa diferença de percentuais obtidos pode estar relacionada a diferença do volume de material medido na de abrangência de cada método. Segundo TALONEN, ASPEGREN e HÄNNINEN (66), as medidas feitas por ferritoscopia possuem um erro inerente à técnica, que é baseada na determinação da permeabilidade magnética do material, que por sua vez é influenciada pelos defeitos gerados durante a deformação imposta. Essa interferência justificaria a maior dispersão de resultados com o aumento da deformação sofrida pelos materiais. TALONEN, ASPEGREN e HÄNNINEN (66) também explica que a técnica de DRX abrange uma fina camada sobre a superfície da amostra, que no caso de ligas ferrosas chega a valores inferiores a $10 \mu\text{m}$, enquanto a de ferritoscopia analisa um volume maior de material, com capacidade de alcance na espessura da amostra em análise a partir do ponto de contato da sonda do ferritoscópio.

Em posse dos resultados obtidos na quantificação de fases pelo método de Rietveld das amostras laminadas foi avaliada a taxa da transformação martensítica, por meio equação de função sigmoidal (Equação 5.2) utilizada por TAVARES et al. (67):

$$C_{\alpha'} = C_S \cdot e^{-e(-n(\epsilon-k))} \quad (5.1)$$

Sendo:

$C_{\alpha'}$ = Fração volumétrica de martensita;

C_S = Fração volumétrica de saturação de martensita;

n = constante associada à velocidade de precipitação, para situação em estudo "formação de martensita α' ";

ϵ = deformação verdadeira;

K = constante de tempo, associada ao estágio inicial de transformação.

A equação foi linearizada para obtenção dos coeficientes n e K como exposto na Equação 5.2.

$$\ln \left[-\ln \left(\frac{C_{\alpha'}}{C_S} \right) \right] = n \cdot \varepsilon + n \cdot k \quad (5.2)$$

Em seguida plotou-se a derivada desta curva em função da deformação verdadeira (Equação 5.4), obtendo a curva exposta na Figura 51.

$$\frac{dC_{\alpha'}}{d\varepsilon} = (n \cdot e^{-n(\varepsilon-k)}) \cdot (C_S \cdot e^{-e(-n(\varepsilon-k))}) \quad (5.3)$$

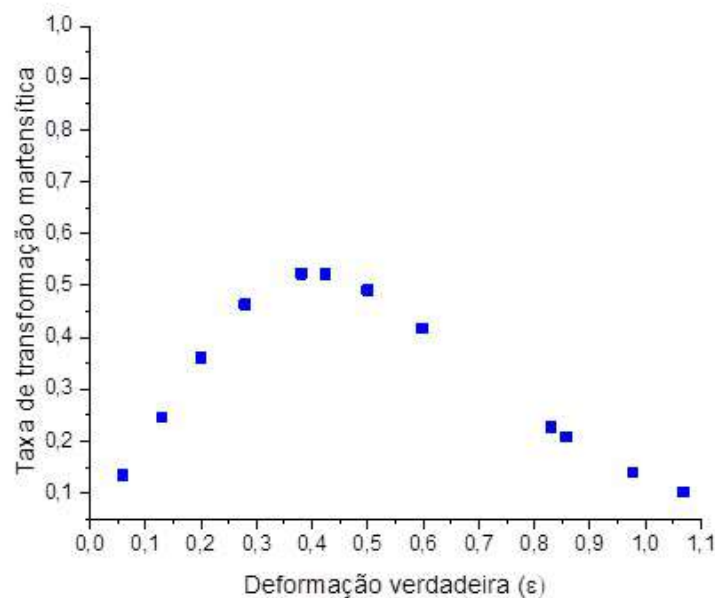


Figura 51 – Taxa de transformação de martensita induzida por deformação do aço ASTM 201LN.

O comportamento da curva obtida para a taxa de transformação martensítica foi similar a obtida no trabalho de TAVARES et al (67), que o obteve através da razão entre o valor de saturação de magnetização encontrado para cada amostra e o de saturação da transformação martensítica, $m_s = 140 \text{ m}^2/\text{kg}$. Foi considerado uma fração volumétrica de saturação de 100%. A curva de taxa de transformação em função da deformação foi construída com os valores da quantificação de fases obtidos pelo método de Rietveld e adotou-se como fração volumétrica de saturação o maior valor obtido dentre as amostras laminadas, ou seja, o da amostra LF 66. Os resultados obtidos mostraram que o aço ASTM 201LN apresentou uma taxa máxima de transformação de 0,52 para uma deformação verdadeira de 0,38, sendo que os valores de n e k para o aço ASTM 201LN foram 3,654 e 0,4861.

Analisando a curva da taxa de transformação martensítica nota-se que entre as deformações verdadeiras de 0,35 e 0,45 ocorre uma saturação da formação de martensita.

Também observa-se que próximo da deformação verdadeira de 0,8 ocorre uma mudança no comportamento da curva, sendo esse um ponto de inflexão da queda da taxa para o final da transformação, que ocorre próximo a deformação verdadeira de 1,1. Diante desse comportamento, decidiu-se nesse estudo realizar uma análise microestrutural mais detalhada para as amostras laminadas com 35, 56 e 66% de redução da espessura e realizar o tratamento térmico a partir destas reduções.

5.2.2 Análise da Densidade de Discordâncias

A análise da densidade de discordâncias foi realizada nas amostras laminadas a frio por meio do método computacional CMWP (*Convolutional Multiple Whole Profile*), a partir dos difratogramas obtidos pela análise de DRX para estas amostras. Para as amostras laminadas que apresentaram em sua microestrutura a presença das fases austenita e martensita α' , o refinamento dos difratogramas foi realizado de maneira independente para cada fase, obtendo assim a densidade de discordâncias para cada uma. Os resultados obtidos na análise da densidade de discordâncias para as amostras laminadas estão expostos no Anexo C e na Figura 52 está exposto o gráfico com a evolução da densidade de discordâncias em função das reduções de espessura avaliadas.

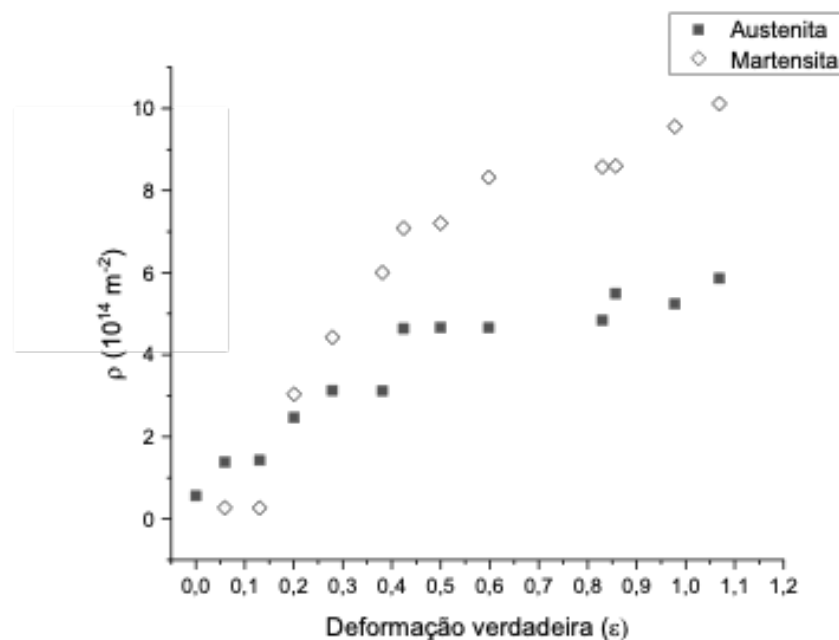


Figura 52 – Evolução da densidade de discordâncias em função da deformação para as amostras laminadas a frio.

Analisando a evolução da densidade de discordâncias para as amostras laminadas a frio observa-se, de modo geral, que a laminação a frio resultou em um aumento da densidade de discordâncias com o incremento da deformação. Esse resultado era esperado uma vez que, conforme pode ser observado na Tabela 7, o aço ASTM 201LN apresentou um valor baixo de EFE, de 1,78 mJ/m². De acordo com PADILHA e GUEDES (20), aços que apresentam valores baixos para a EFE apresentam uma densidade de discordâncias maior. Devido a isso, estes materiais apresentam uma maior taxa de encruamento, uma vez que devido a energia armazenada na deformação estas discordâncias se movimentarem tendem a forma emaranhados dificultando o deslizamento das mesmas.

Tabela 7 – Valor de EFE obtido para o aço ASTM 201LN.

Material	EFE Pickering (mJ/m ²)
ASTM 201LN	1,78

Analisando a evolução da densidade de discordâncias separadamente para as fases austenita e martensita, observa-se que a densidade de discordâncias da martensita (pontos da curva sem preenchimento) sobrepõe a da austenita (pontos da curva em preto), a partir da deformação verdadeira de 0,3. Isso pode ser explicado pelo fato da austenita com estrutura CFC apresentar sistemas de deslizamentos com planos e direções dos mais compactos entre as estruturas cúbicas e ser passível de deslizamentos cruzados, apresentando assim um baixo expoente de encruamento. De contrapartida, a martensita de estrutura CCC apresenta também 12 sistemas de deslizamentos, porém com direções sistemas menos compactos que o que se fazem presente na estrutura CFC, e não são passíveis ao deslizamento cruzado, com isto, as discordâncias tendem a se multiplicarem e acumularem. Desta forma a martensita tende a se formar e encruar mais a medida que a deformação incrementa.

Outra explicação pode ser baseada na observação de MOALLEMI et al. (65), que observou em seu estudo que o volume de martensita induzida por deformação incrementa com o aumento da deformação, até uma deformação de saturação. O autor ainda infere que partir desta deformação, a formação de martensita atinge um máximo e que deformações superiores à de saturação apenas aumentam a densidade de defeitos na martensita devido à sua fragmentação. Essa observação faz coerência com os resultados expostos no gráfico da Figura 51 que indicou que entre as deformações verdadeiras de 0,35 e 0,45 houve uma saturação da formação de martensita para o aço ASTM 201LN. Nota-se também no gráfico da Figura 52 que a partir dessas deformações ocorre uma certa estabilização na formação de discordâncias para a austenita, sendo que a martensita tem sua densidade de discordâncias aumentada até o último estágio de deformação.

De modo geral, as observações supracitadas acima para as três reduções analisadas (35, 56 e 66%) mostraram um aumento para a densidade de discordâncias para a fase

austenita, que por sua vez foi se tornando mais encruada e servindo de substrato para a nucleação da martensita, uma vez que esta nucleia-se preferencialmente nos contornos de grão entre austenita encruada e a austenita livre destes defeitos. No entanto, foi observado na curva do gráfico da Figura 52 que a quando a deformação atinge uma redução da espessura de 35%, o aumento da densidade para a austenita se torna mais discreto e que a partir deste ponto a martensita passa a acolher mais discordâncias, se tornando mais encruada.

5.2.3 Análise Microestrutural e Microtextural

As amostras laminadas a frio do aço ASTM 201LN submetidas ao tratamentos térmico de recozimento foram: LF_35, LF_56 e LF_66.

Com base na curva obtida para a taxa de transformação martensítica (Figura 51), para este estudo optou-se realizar a caracterização microestrutural das amostras LF_35, LF_56 e LF_66. Conforme explicado no tópico 5.2.1, foi observada uma saturação da taxa de transformação para a amostra com 35% de redução da espessura, assim como também uma inflexão da curva em 56% de redução e o fim da transformação em 66% de redução. Desta forma, decidiu-se avaliar os aspectos a evolução microestrutural ocorrida durante a deformação a frio em função destas reduções por meio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), sendo que foram utilizados os detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Os resultados obtidos nesta análise estão expostos nas seções a seguir.

5.2.4 Aspecto Microestrutural

As micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), com auxílio do detector de EBSD, para as amostras LF_35, LF_56 e LF_66 estão expostas nas Figuras 53, 54 e 55.

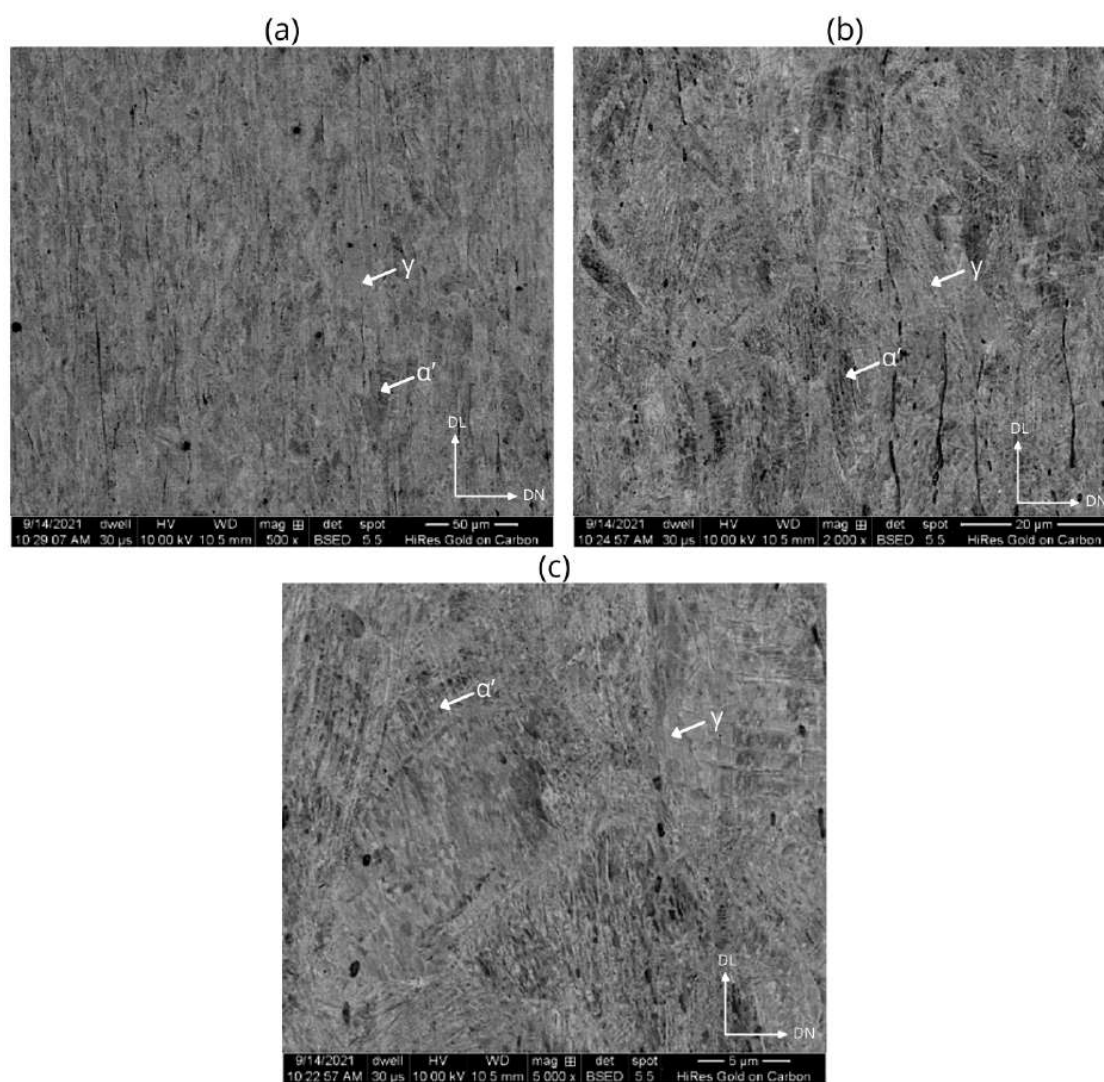


Figura 53 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição laminada com 35% de redução (LN_35), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X e (c)5000X.

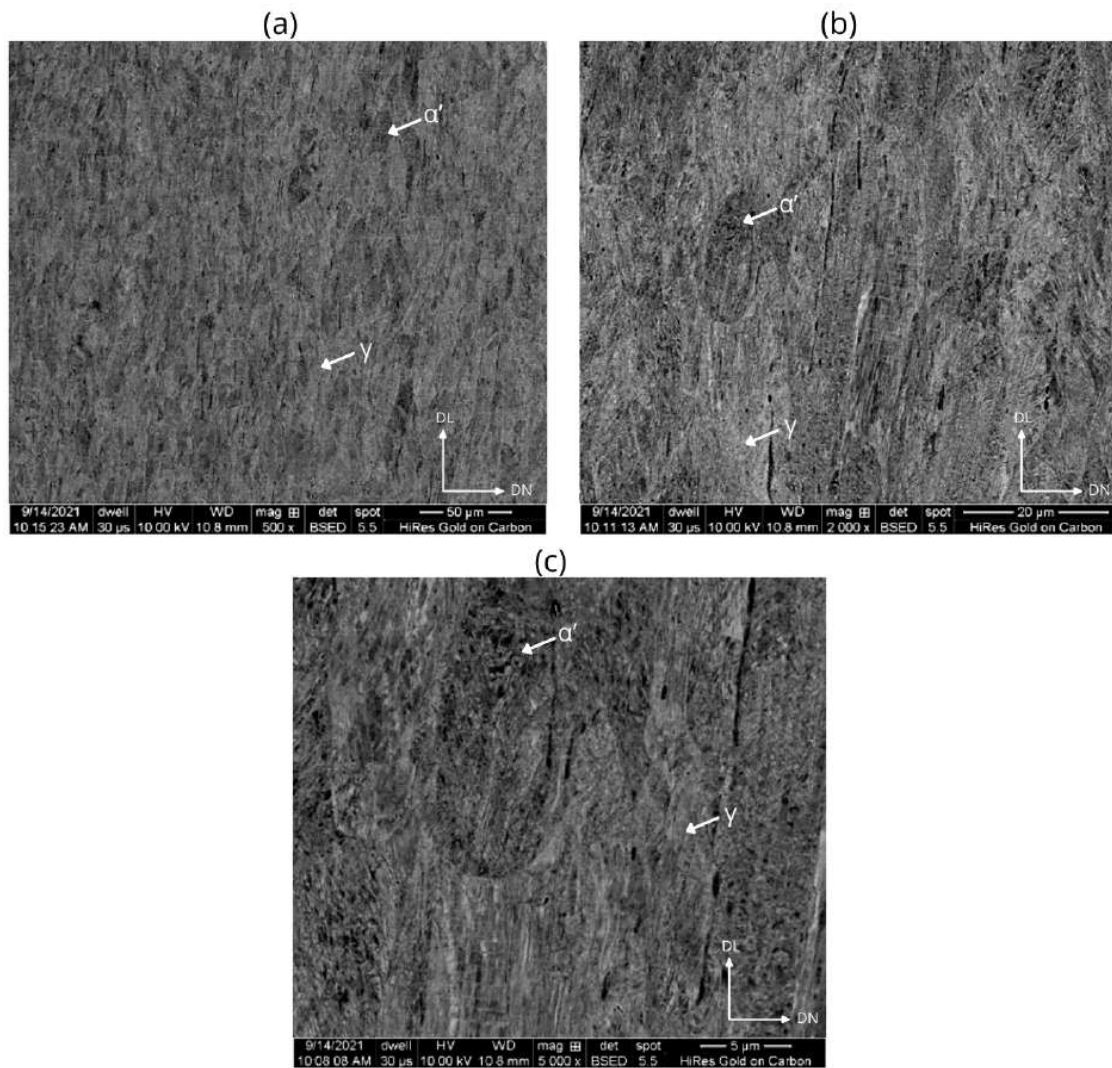


Figura 54 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição laminada com 56% de redução (LN_56), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X e (c)5000X.

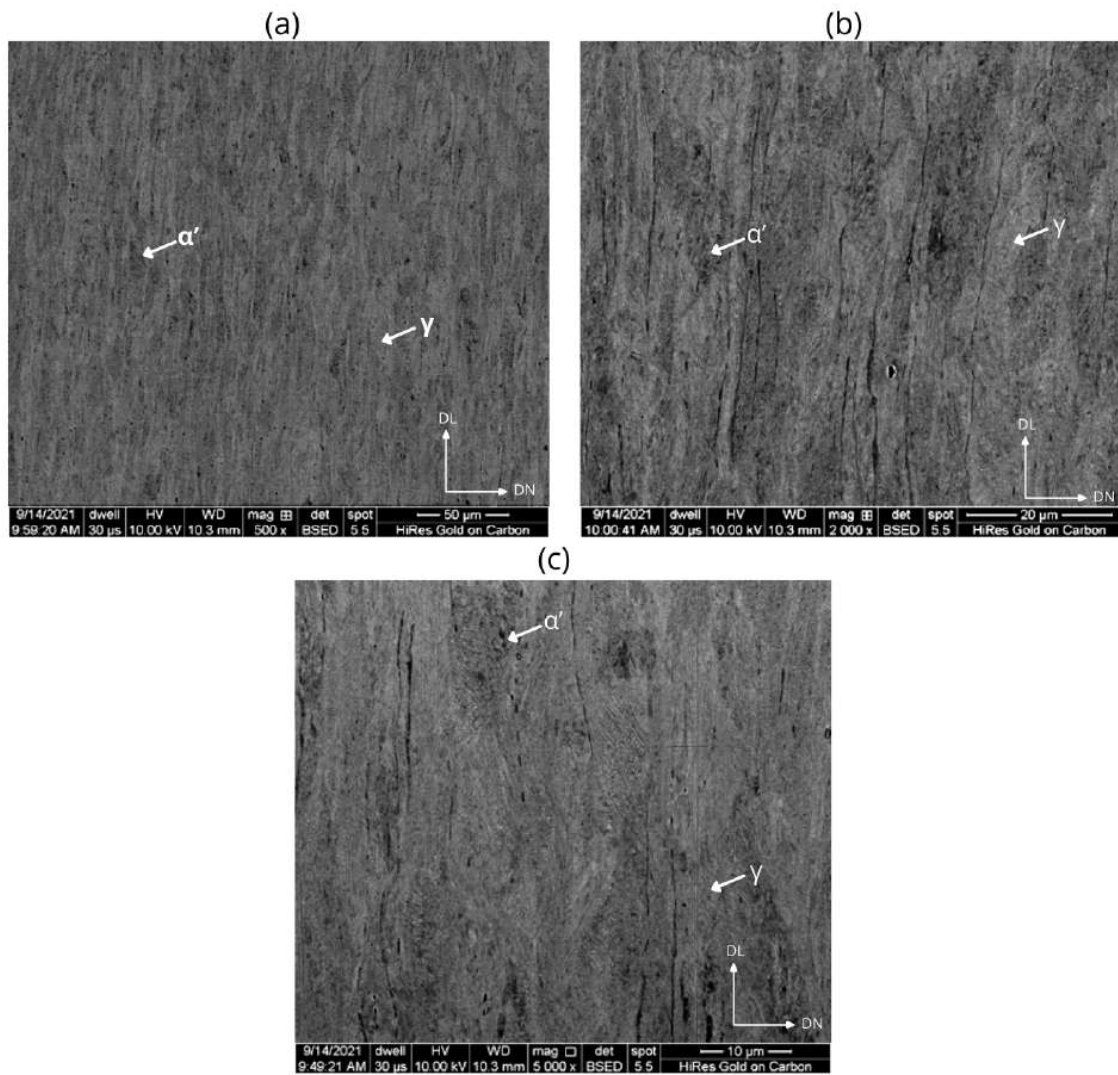


Figura 55 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição laminada com 66% de redução (LN_66), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X e (c)5000X.

Analisando as micrografias expostas nas Figuras 53, 54 e 55, observa-se regiões mais claras da microestrutura que são referentes a austenita, que por sua vez apresenta um aspecto mais encruada para a amostra mais deformada (LN_66). Também nota-se a presença de regiões mais escuras referentes a martensita α' , resultante da transformação martensítica induzida por deformação na laminação a frio, que se torna mais evidente com o aumento da deformação (70). TAKAKI, TOMIMURA e TOKUNAGA (64) e MISRA e ZHANG (71) realizaram estudos por MET que demonstraram que para reduções da espessura de até 50% resultariam em uma microestrutura quase completamente martensítica com morfologia em ripas de mesma orientação dentro de grãos de austenita. Porém, para reduções da espessura superiores a 50% a microestrutura tende a evoluir para uma estrutura com ripas refinadas e fragmentadas e, posteriormente, uma estrutura de células de discordâncias. Entretanto, no presente trabalho não foi possível avaliar os aspectos microestruturais desse material com esse nível de detalhamento, com as condições adotadas na técnica de EBSD/MEV somada a resolução. Mas desta forma, como a laminação realizada nesse estudo atingiu níveis de reduções da espessura da chapa superiores a 50%, sugere-se que tenha ocorrido a fragmentação da martensita nos níveis de deformação maiores. De modo geral, observa-se que à medida que ocorre o aumento da deformação, a microestrutura formada se apresenta com um aspecto mais encruada e com maior presença de martensita para a amostra mais deformada (Figura 55), quando compara com a microestrutura presente na amostra com menor deformação analisada (Figura 53).

5.2.5 Característica Microtextural

Com o objetivo de avaliar as alterações cristalográficas na microestrutura em função do encruamento na austenita e da transformação martensítica devido a deformação imposta por laminação a frio na microestrutura do aço ASTM 201LN, foi realizada a análise de EBSD para as amostras LF_35, LF_56 e LF_66 com 35, 56 e 66% de redução, respectivamente. Os resultados obtidos desta análise estão apresentados nas Figuras 56, 57 e 58. O pós processamento dos dados foi realizado através do *software Esprit*.

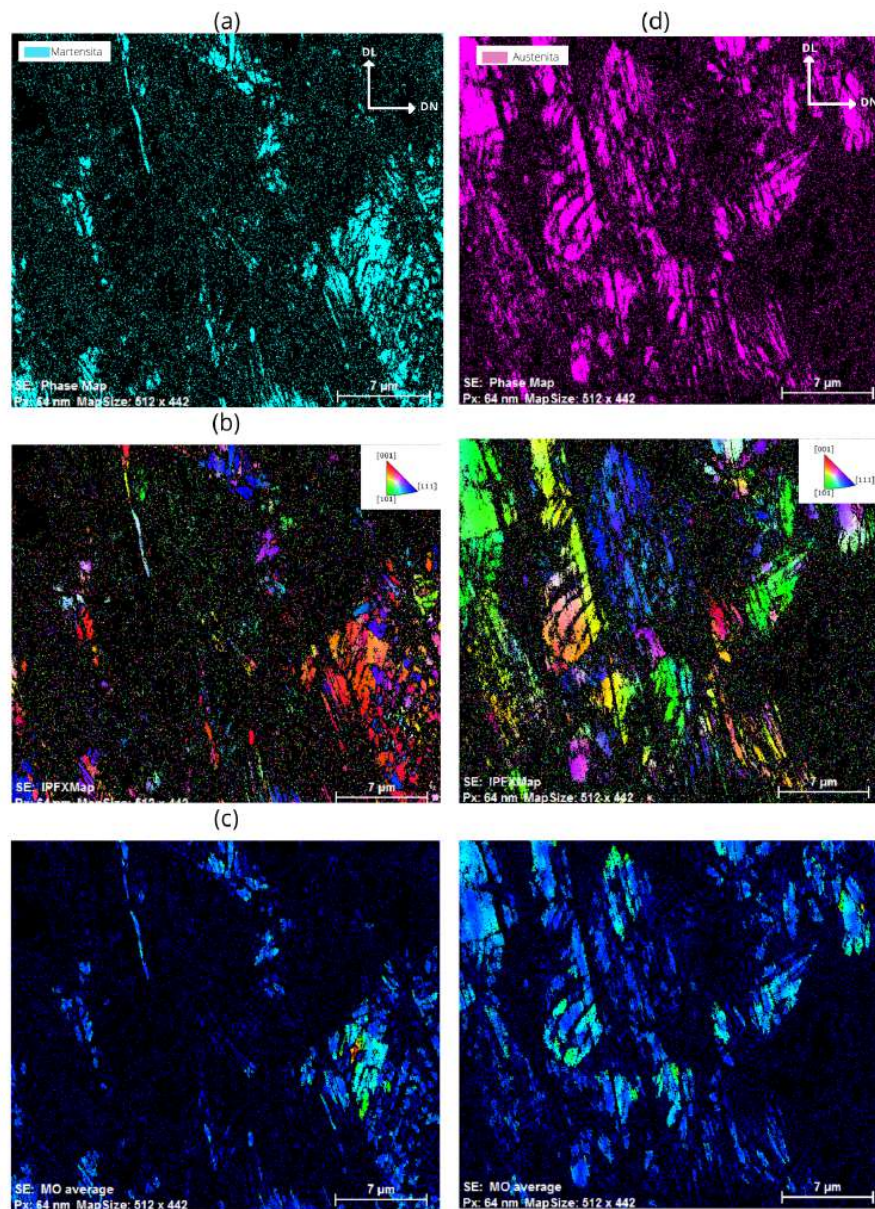


Figura 56 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (LF_35) com 35% de redução do aço ASTM 201LN, com um aumento de 2000x: (a,d) Mapa de fases, (b,e) Mapa de Orientação, (c,f) Mapa de misorientação.

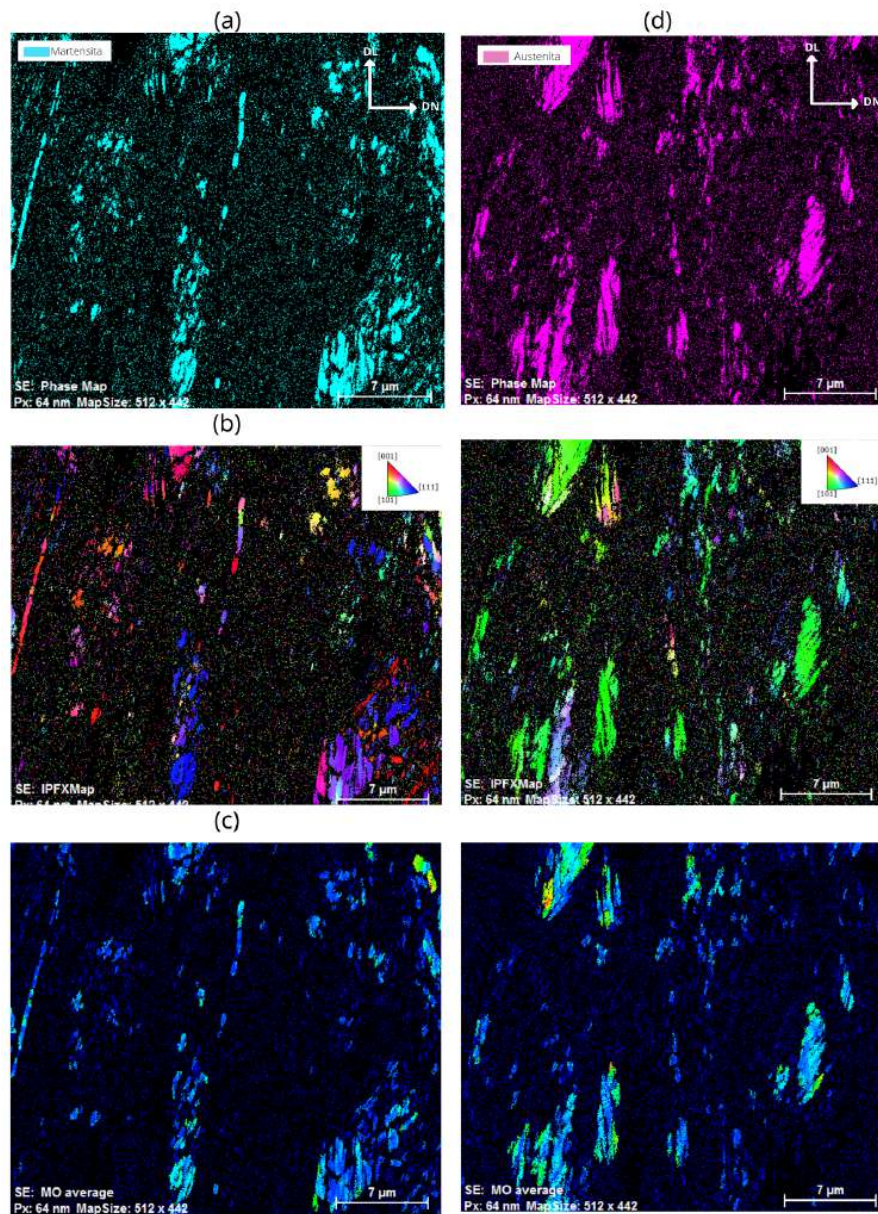


Figura 57 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (LF_56) com 56% de redução do aço ASTM 201LN, com um aumento de 2000x: (a,d) Mapa de fases, (b,e) Mapa de Orientação, (c,f) Mapa de misorientação.

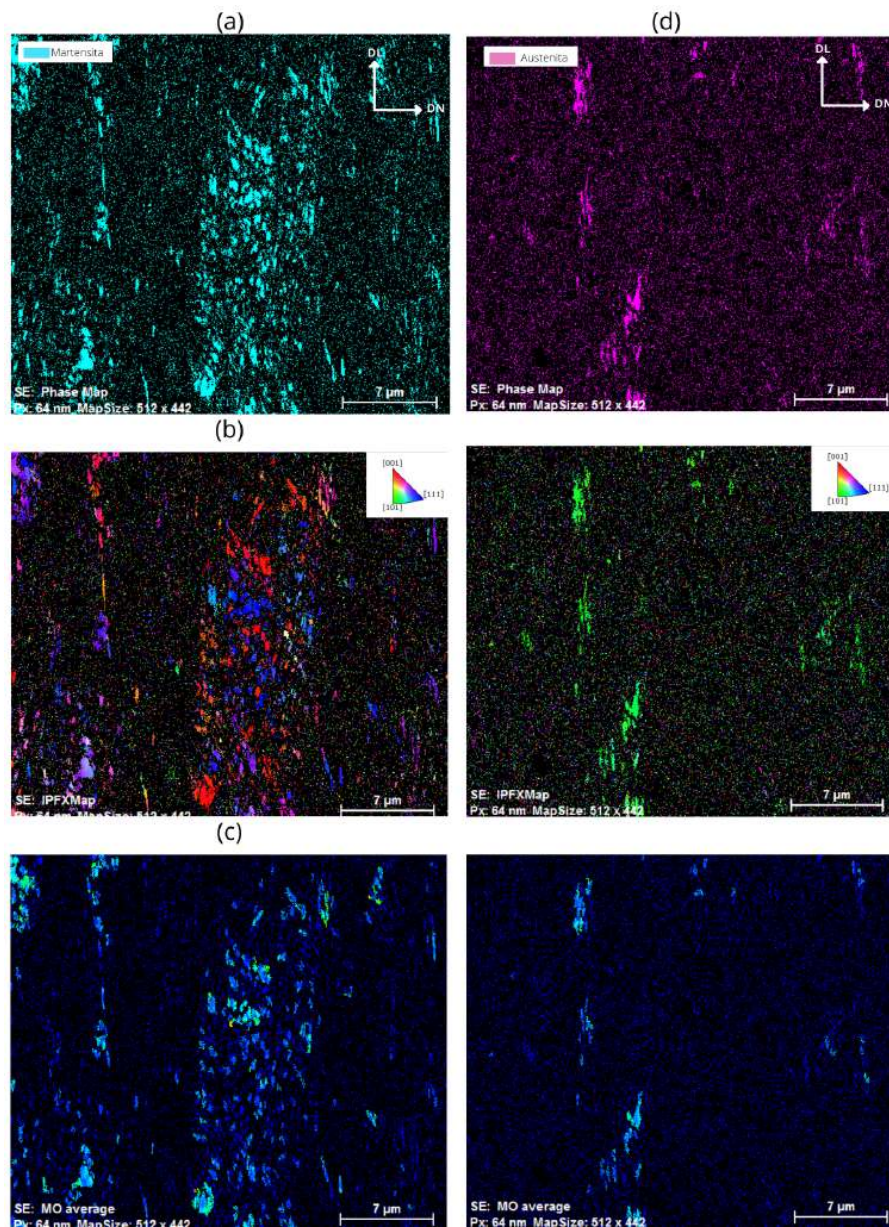


Figura 58 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (LF_66) com 66% de redução do aço ASTM 201LN ,com um aumento de 2000x: (a,d) Mapa de fases, (b,e) Mapa de Orientação, (c,f) Mapa de misorientação.

Os resultados apresentados da análise de EBSD, para as amostras laminadas a frio, são referentes aos mapas de fase, orientação e misorientação em separada para as estruturas CFC e CCC detectadas. Para melhor indentificação dos aspectos micotexturais, optou-se gerar os mapas de cada fase (austenita e martensita) de maneira individual. Iniciando a análise dos resultados primeiramente pelos mapas de fases, ou seja, nota-se a presença das fases austenita (tonalidade rosa) e martensita α' (tonalidade azul claro). Na amostra com 35% de redução a martensita se apresenta em formas de ripas e blocos, sendo que a medida que a redução da espessura aumenta de 35% (Figura 56) para 66% (Figura 58), a fase martensítica se torna mais fragmentada nas regiões analisadas. Esse resultado faz coerência com o feito por BEHJATI, KERMANPUR e NAJAFIZADEH (68), que observou uma maior fragmentação da martensita para níveis altos de deformação. Também observa-se que a microestrutura passa a apresentar um aspecto mais refinado. MISRA et al.(70) apontou que uma estrutura fortemente deformada, similar a obtida nesse estudo, favorece a formação de grãos ultrafinos de austenita revertida, devido ao aumento do número de sítios preferenciais para sua nucleação.

Com relação ao mapa de orientação de grãos para as três amostras analisadas e suas respectivas deformações, observa-se para a fase austenítica uma tendência de orientação de grãos na direção [101] com relação orientação cristalográfica normal ao plano da superfície da amostra, representada pela cor verde de acordo com a figura de polo inversa. Isto pode indicar que em função da deformação aplicada, as rotações que ocorreram no grão de austenita em função do encruamento e da formação de martensita. Para a fase martensítica observa-se uma tendência de seleção de variantes associadas a direção [001], representada pela cor vermelha. No entanto a medida que a deformação aumenta nota-se um aumento da presença das cores roxo>azul, indicando uma tendência de seleção de variantes associadas a direção [111]. RAABE (69) estudou os efeitos da laminação a frio de um aço inoxidável austenítico e apontou que a deformação a frio em aços austeníticos com textura fraca, além de resultar na formação de uma microestrutura austenita e martensita em função do efeito TRIP, desenvolve também uma textura para ambas as fases, que se aumenta com incremento do grau de deformação imposto.

A interpretação dos mapas de misorientação obtidos para a três amostras analisadas é feita por meio da análise da variação da tonalidade das cores, sendo que quanto mais claro o tom de azul maior a diferença de orientação em relação à região de tonalidade mais escura do mesmo grão. Ainda existem regiões que a misorientação são maiores chegando até mesmo transitar para os tons amarelo->laranja->vermelho, sendo o vermelho a indicação mais intensa de misorientação. Com o incremento de deformação há uma tendência no aumento do gradiente de cores, uma vez que a desorientação entre as regiões de um mesmo grão aumenta devido a uma porção dos grãos rotacionarem em outras direções de orientação para acomodar as deformações (60). Desta forma, analisando o mapa de misorientação da amostra com 35% de redução da espessura (Figura 56 (f))

nota-se que o gradiente de cores é bem evidente nas regiões em que a austenita se faz presente, que por sua vez está sendo deformada e acolhendo mais discordâncias. Isso se faz necessário para que ocorra a formação de martensita, uma vez que essa nucleia na interface da austenita encruada e da austenita não encruada. Esse mesmo comportamento é também observado na amostra com 56% de redução (Figura 57 (f)), porém já se observa um aumento do volume e da dispersão da fase martensítica que por sua vez também apresenta essa desorientação dos grãos. Por fim, quando a deformação aumenta atingindo a redução da espessura de 66% (Figura 58 (c)), a fase martensítica se torna mais evidente e passa a apresentar maiores gradientes de cores, indicando uma maior misorientação.

Observa-se também que com o aumento da deformação existe uma quantidade maior de pontos não indexados que se apresentam na cor preta. De acordo com VERBEKEN, VAN CAENEGEM e RAABE (70), quanto maior o grau de deformação e, conseqüentemente, maior a quantidade de defeitos, para microestruturas complexas com mais de duas fases presentes a captação inadequada de padrões pode proporcionar erros, diminuindo a capacidade de indexação. Estes pontos pretos se tornam mais evidentes nos mapas de orientação e misorientação, sendo realmente relevantes nas amostras com maiores deformações obtida via laminação a frio. Inclusive a presença deste pontos não indexados se torna mais pronunciada na amostra que se obteve o maior percentual de martensita (LF_66 com em torno de 40% de martensita).

5.2.6 Propriedades mecânicas

Com o intuito de obter informações sobre a resposta mecânica foram realizados ensaios de macrodureza Vickers e Ultramicrodureza Instrumentada. Os resultados obtidos nestes ensaios são apresentados e discutidos nessa seção.

5.2.7 Macrodureza Vickers

O ensaio de macrodureza Vickers foi realizado em todas as amostras laminadas a frio do aço ASTM 201LN, sendo que para este ensaio foi empregada uma carga de 40 Kgf. Os valores de dureza obtidos estão expostos no Anexo D. Com o objetivo de avaliar a evolução da dureza ao longo do processo de deformação a frio, foi plotado um gráfico (Figura 59) da evolução da macrodureza Vickers em função da deformação verdadeira. Analisado o gráfico exposto na Figura 59, observa-se que a dureza incrementa com a evolução da deformação. Esse comportamento era esperado e faz concordância com o estudo realizado por SHIRDEL e MIRZADEH (9), que observaram para o aço 304L laminado a frio um incremento da dureza com o progresso da deformação até 66% de redução em espessura, o qual foi justificado pelo aumento da densidade de discordâncias e formação de martensita. Essa observação corrobora com os resultados obtidos para a quantificação de fases, em que foi observado um crescente aumento do volume de fração de

martensita ao decorrer da laminação a frio. Esse aumento observado na dureza era esperado uma vez que, o próprio processo de laminação promove a introdução de discordâncias (50) na estrutura da austenita não transformada e na martensita induzida por deformação, e pelo fato da estrutura martensítica (CCC) apresentar maior resistência a deformação que a austenita (CFC) a temperatura ambiente. Dessa forma, pode-se atribuir o aumento da dureza ao aumento da fração de martensita induzida durante a deformação, que por sua vez se tornou mais encruada, conforme pode ser comprovado com os resultados obtidos na análise da densidade de discordâncias.

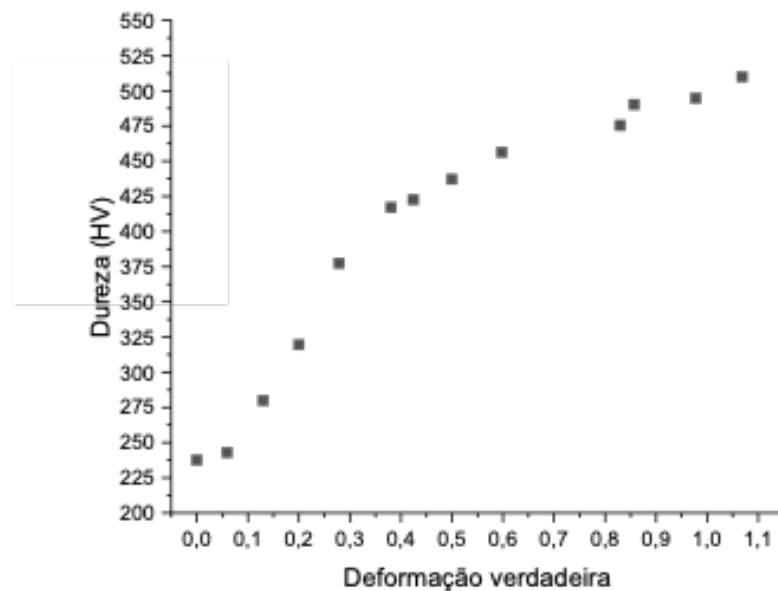


Figura 59 – Evolução da macrodureza Vickers em função da deformação verdadeira para as amostras do aço ASTM 201LN laminadas a frio.

5.2.8 Ultramicrodureza Instrumentada

A técnica de ultramicrodureza instrumentada foi empregada nas amostras laminadas a frio do aço ASTM 201LN nas três reduções de 35%, 56% e 66%. Assim como na análise microestrutural, a escolha destas amostras foi baseada na curva obtida da taxa de transformação martensítica (Figura 51). O objetivo desta análise é avaliar a evolução estrutural no material com o aumento da deformação quando comparada com os resultados obtidos no material de partida. Assim como para a amostra CR, também foram extraídas as seguintes propriedades: DHT115-1 (Dureza dinâmica elasto-plástica), DHT115-2 (Dureza dinâmica plástica), Eit (Módulo de indentação), Hit (Dureza de indentação), Wt (Trabalho total), We (Trabalho elástico) e Wp (Trabalho plástico).

Na Figura 60 está exposta a evolução das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Hit e Eit, obtidas com carga aplicada 20 gf para as amostras LF_35, LF_56 e LF_66. Os valores obtidos nesta análise podem ser consultados no Anexo E. De modo geral, analisando a evolução das propriedades com o aumento da deformação, nota-se um incremento entre os valores das amostras laminadas a frio em comparação aos da CR e entre as amostras laminadas essa diferença foi muito menor. Este resultado corrobora com os demais já expostos nesse estudo, sugerindo que a transformação martensítica se torna menos eficiente com o progresso da deformação para reduções maiores e indicando que o incremento da dureza para o aço ASTM 201LN é fortemente influenciado pela presença de martensita induzida por deformação.

Os resultados obtidos para as durezas DHT115-1, DHT115-2 e Hit, revelam uma diferença considerável entre os valores da amostra como recebida CR e da amostra laminada com 35% de redução (LF_35). No entanto, nota-se uma tendência de estabilização destas propriedades com o progresso da deformação para 56 e 66% de redução (LF_56 e LF_66). Esse mesmo comportamento foi observado para os valores de Eit. Isso sugere que, para as amostras laminadas a partir de 50% de redução, a transformação martensítica tenha atingido saturação e, por isso, influenciado cada vez menos na dureza do material. Essa observação corrobora com a curva da Figura 51 deste estudo, na qual observa-se que a taxa máxima de transformação martensítica foi obtida em aproximadamente 35% de redução a frio. No trabalho realizado por REZAEE et al. (79) com o aço 201 também foi observado a saturação da transformação martensítica em torno dos mesmos 35% de redução. Essa observação corrobora com os resultados expostos no gráfico da Figura 51 que indicou que a partir da deformação verdadeira próxima de 0,4, que corresponde a amostra com redução da espessura de 35%, a densidade de discordâncias da austenita aumenta de maneira mais discreta, tendendo a uma saturação da formação destes defeitos para esta fase.

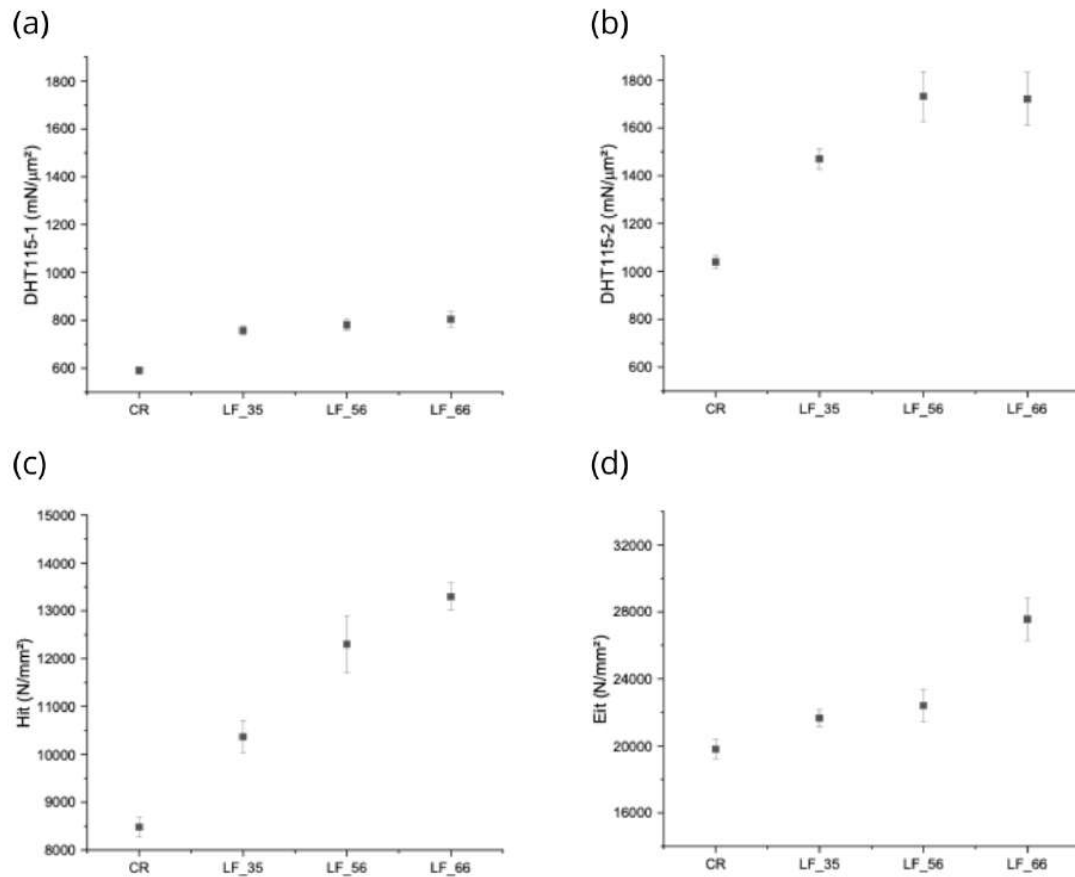


Figura 60 – Evolução das propriedades mecânicas de: DHT115-1 (a), DHT115-2 (b), Hit (c) e Eit (d) para as amostras laminadas a frio.

Na Figura 61 está exposta a evolução do trabalho total (W_t), elástico (W_e) e trabalho plástico (W_p), e os respectivos valores encontrados podem ser consultados no Anexo E. Na Figura 62 estão expostas as curvas de carregamento e descarregamento obtidas para as amostras laminadas a frio.

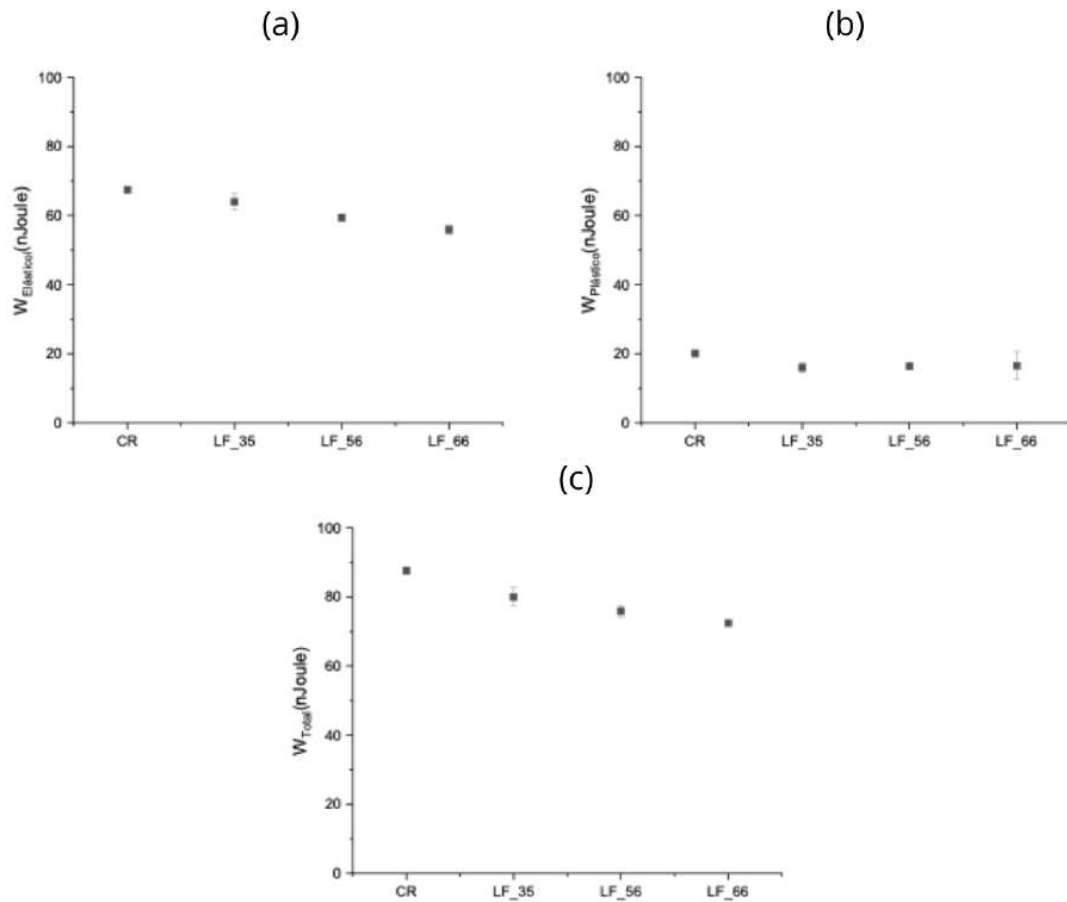


Figura 61 – Evolução dos trabalhos elástico (a), plástico (b) e total (c) para as amostras laminadas a frio.

Observando a evolução do trabalhos W_t , W_e e W_p em função do aumento da deformação, observa-se que estes decrescem suas magnitudes a medida que a deformação evolui da redução da espessura de 35% para 66%. Esse comportamento também reflete no comportamento das curvas de carregamento e descarregamento (Figura 62), uma vez que nota-se que as áreas entre estas curvas decresce para reduções maiores de espessura, seguindo a seguinte ordem: $LF_{35} > LF_{56} > LF_{66}$. Essa observação demonstra que a profundidade de indentação maior sofre um decréscimo com o aumento da deformação, indicando que houve um incremento na dureza em função do aumento da redução da espessura, o que corrobora com os demais resultados obtidos nesta análise de ultramicrodureza para as amostras laminadas a frio, assim como também os resultados obtidos na análise de macrodureza Vickers.

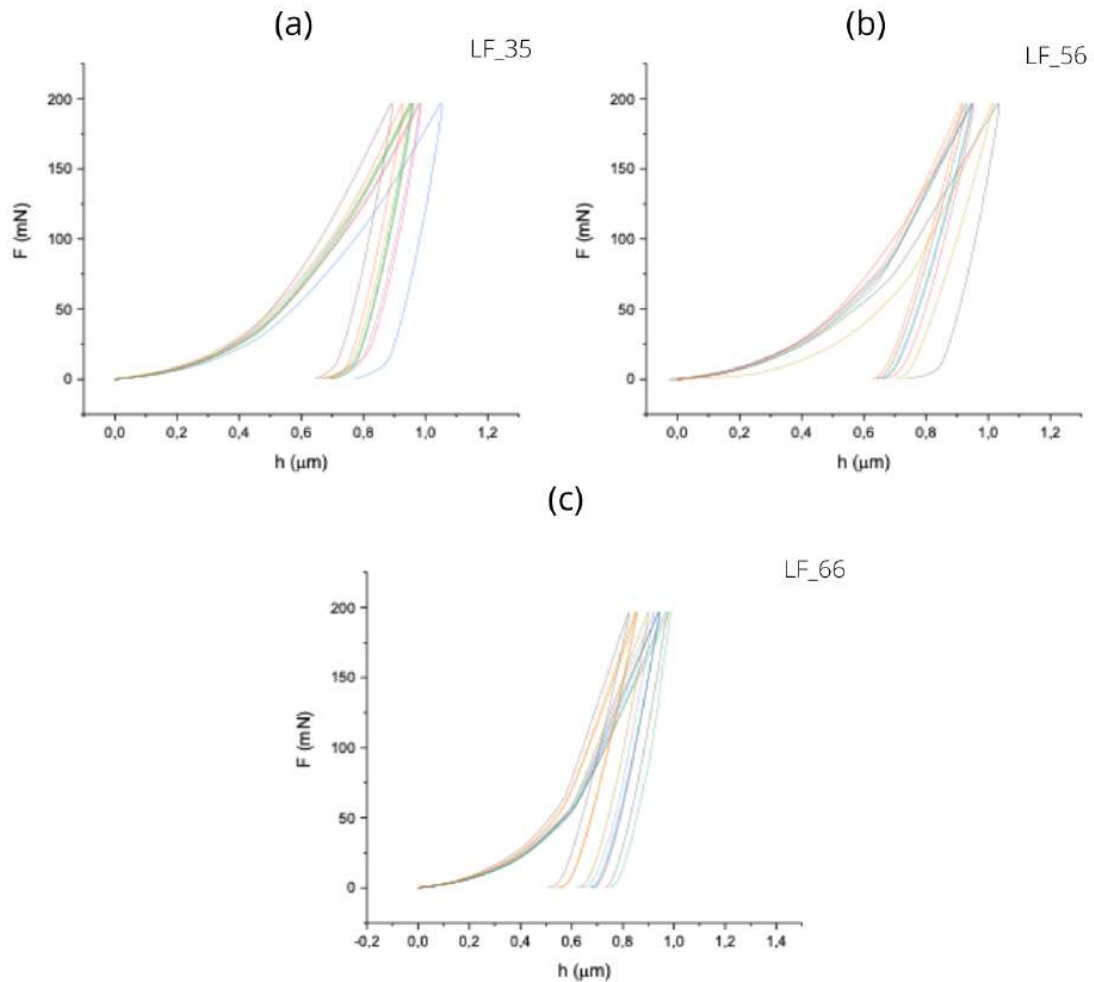


Figura 62 – Curvas de Força (mN) versus Profundidade (m) (carga máxima 20 gf/196,2 mN - carregamento e descarregamento) para as amostras laminadas a frio, respectivamente: (a, b) LF_35, (c, d) LF_56 e (e, f) LF_66.

5.3 Material Recozido

Nesta etapa do estudo o aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, após a etapa de laminação a frio, foi submetido a um tratamento térmico de recozimento para reversão martensítica. Para este tratamento térmico foram selecionadas as amostras previamente laminadas a frio com 35%, 56% e 66% de redução da espessura. Estas amostras foram recozidas a uma temperatura de 900 °C com tempos de encharque entre 15 e 180 segundos, sendo que foram obtidas amostras a cada 15 segundos. Em todas as amostras recozidas foram realizadas as técnicas de DRX, quantificação de fases por ferritoscopia e método de Rietveld, medidas de densidade de discordâncias e análise de macrodureza Vickers. Já a análise de Ultramicrodureza Instrumentada e caracterização microestrutural e microtextural, com auxílio dos detectores de BSE e EBSD no MEV. Essas análises foram

conduzidas nas amostras selecionadas a partir dos resultados das análises anteriores. O tratamento térmico de recozimento e as técnicas de caracterização conduzidas nesta etapa estão detalhados na Figura 63.

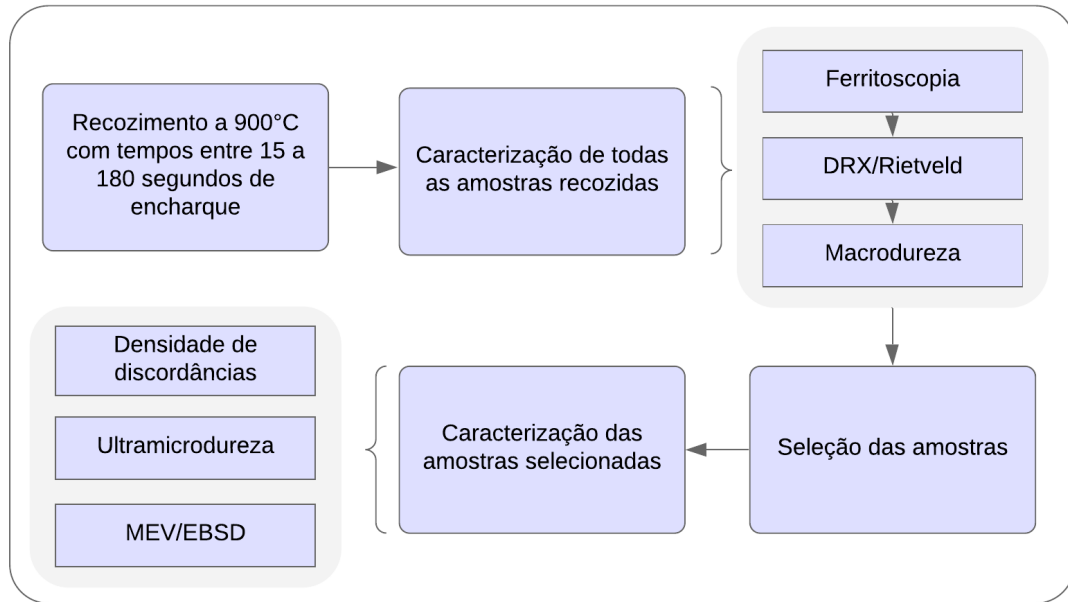


Figura 63 – Detalhamento do tratamento térmico de recozimento e as técnicas de caracterização conduzidas.

5.3.1 Identificação e Quantificação das Fases

Com o objetivo de identificar as fases nas amostras obtidas após o tratamento térmico de recozimento, foram realizadas análises de difração de raios X, sendo que estas fases foram quantificadas por meio da técnica de ferritoscopia e refinamento de Rietveld. Nas Figuras 64 a 69 estão expostos os resultados obtidos da análise de raios X para as amostras recozidas a 900 °C, com distintos tempos de encharque, com 35%, 56% e 66% de redução da espessura.

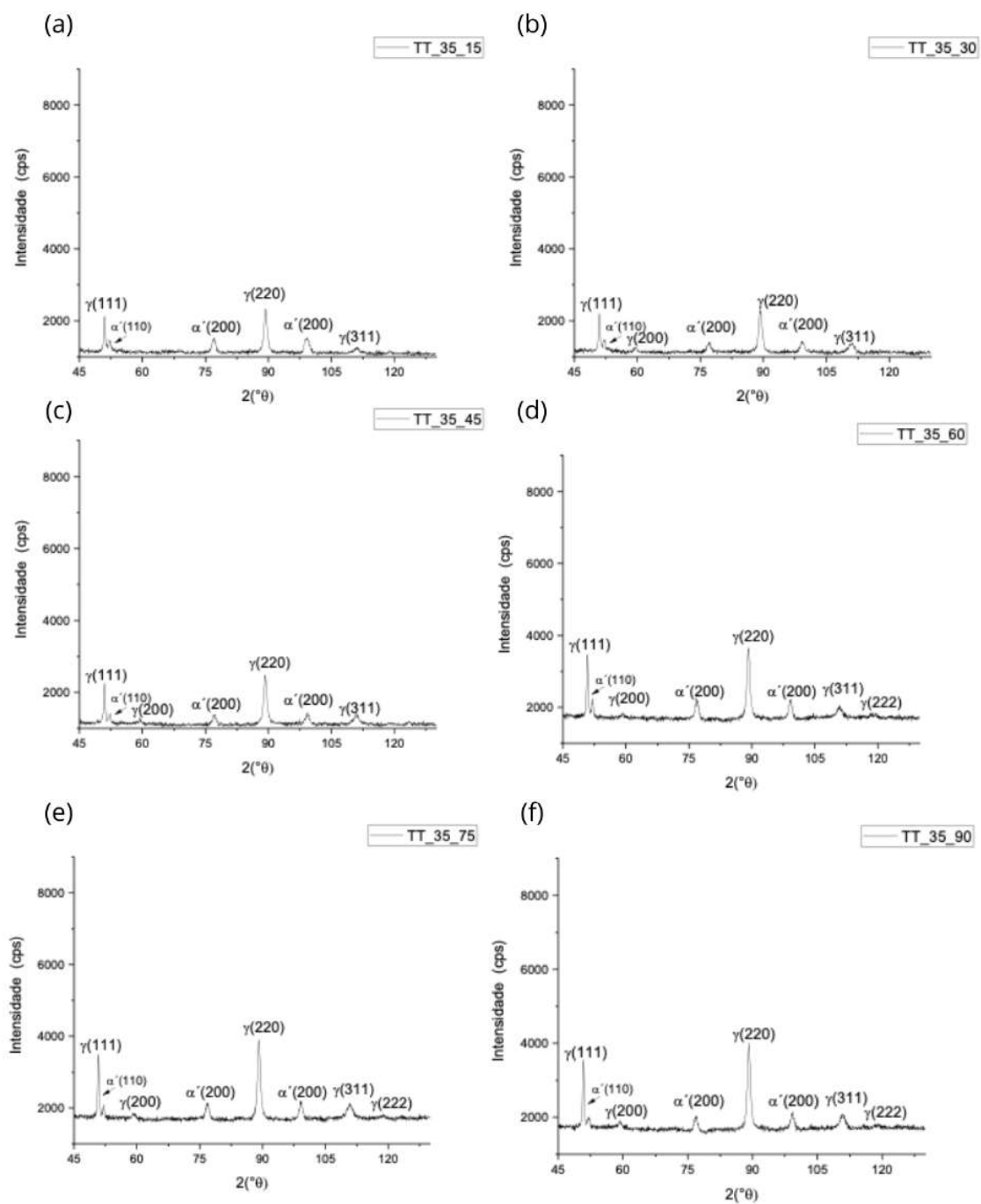


Figura 64 – Difratoogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 35% de redução recozida a 900 °C por : (a)15 s; (b)30 s; (c)45 s; (d)60 s; (e)75 s; (f) 90 s.

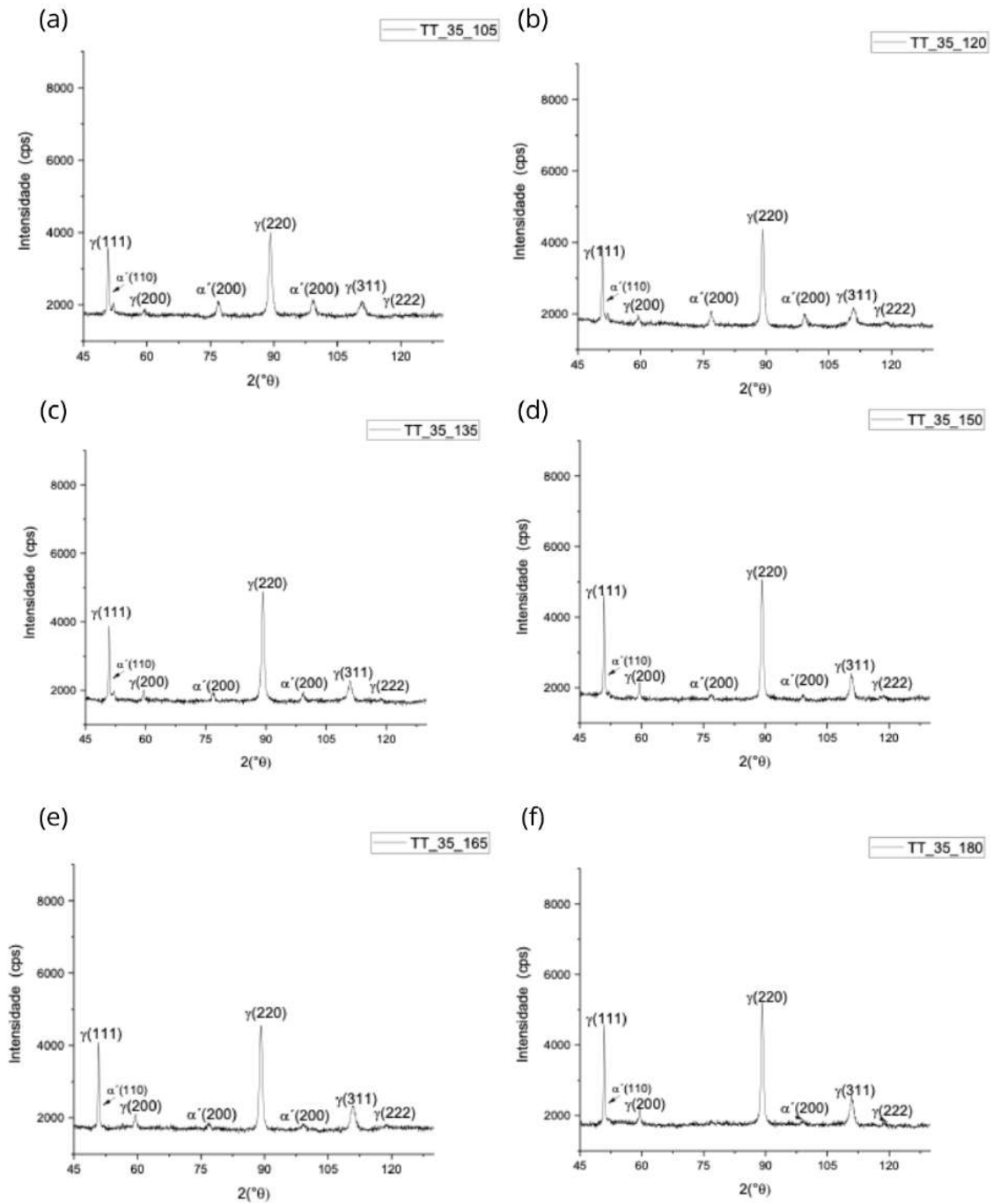


Figura 65 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 35% de redução recozida a 900 °C por : (a)105 s; (b)120 s; (c)135 s; (d)150 s; (e)165 s; (f) 180 s.

Analisando os difratogramas da amostra recozida entre 15 e 180 segundos com 35% de redução da espessura, foram identificados os picos associados tanto a fase austenita (γ) quanto a martensita (α'), em todos os tempos de recozimento. No início do recozimento nota-se a predominância de picos associados a austenita (γ), sendo o pico (γ)(220) o mais intenso. No entanto, entre 15 e 60 segundos, os picos associados a martensita α' (200) e α' (211) apresentam-se com suas intensidades relativas altas. Esse comportamento corrobora com os resultados obtidos na quantificação de fases das amostras laminadas a frio uma vez que, antes de recozer, a amostra LF_35 alcançou um percentual de martensita próximo de 20%.

A medida que o recozimento evolui para tempos maiores nota-se o decréscimo dos picos α' (200) e α' (211), associados a fase martensita e, partir de 150 s de recozimento, observa-se que estes mesmos picos tendem a desaparecer. Por fim, quando o recozimento atinge 180 s os picos α' (110) e α' (211) são os únicos picos associados a martensita presentes. De modo geral, os resultados da amostra com 35% de redução da espessura recozida entre 15 e 180 segundos demonstram que com o decorrer do recozimento os picos associados a martensita se tornaram menos intensos e alguns foram totalmente suprimidos, indicando que esta fase foi consumida ao longo do tratamento térmico de reversão. Quanto a austenita, os resultados obtidos mostraram que os picos associados a esta fase tiveram suas intensidades incrementadas com o decorrer do recozimento, indicando que houve uma reversão da fase martensita que se fazia presente no início do recozimento.

Nas Figuras 66 e 67 estão expostos os difratogramas obtidos para a amostra com 56% de redução recozida a 900 °C entre 15 e 180 segundos de tempo de encharque.

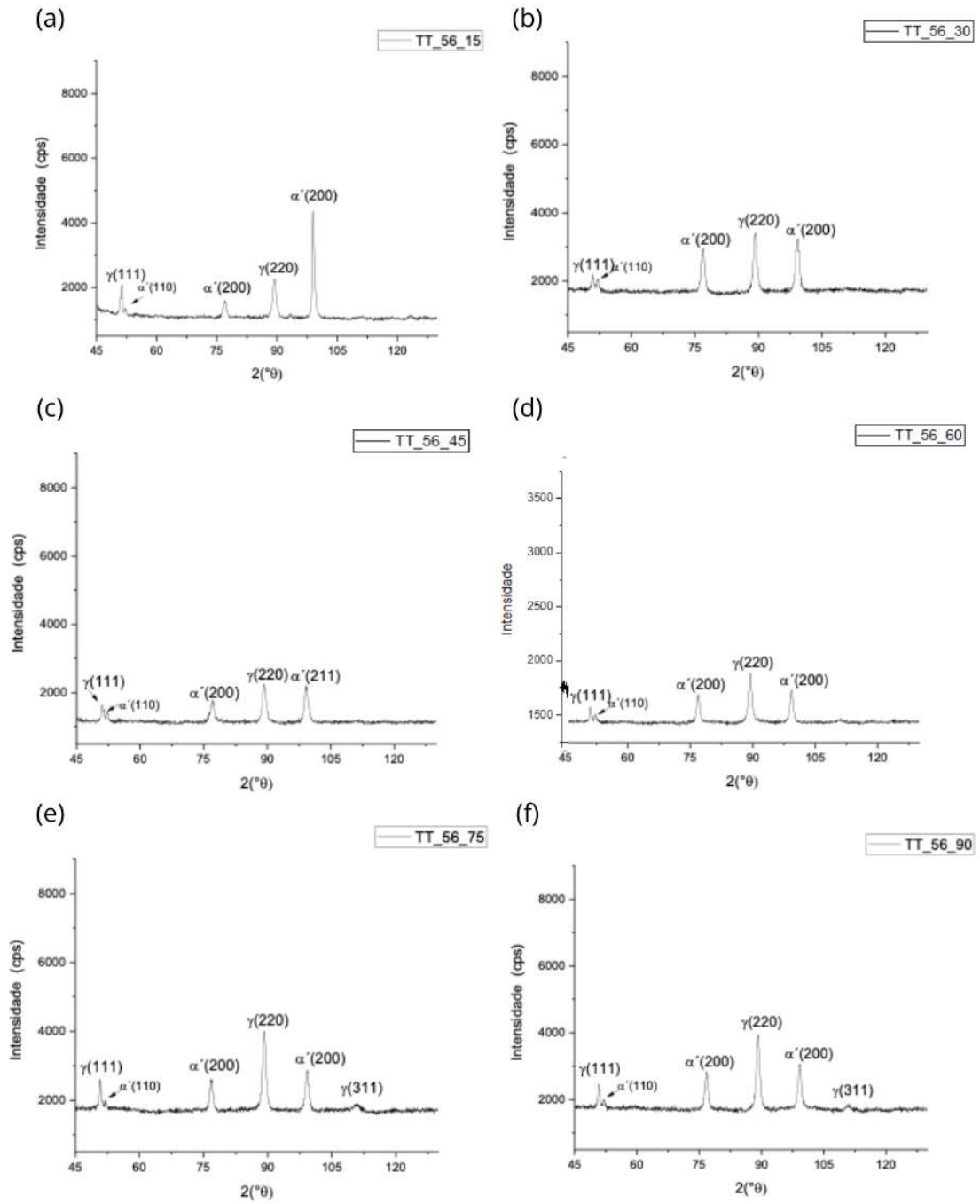


Figura 66 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 56% de redução recozida a 900 °C por : (a)15 s; (b)30 s; (c)45 s; (d)60 s; (e)75 s; (f) 90 s.

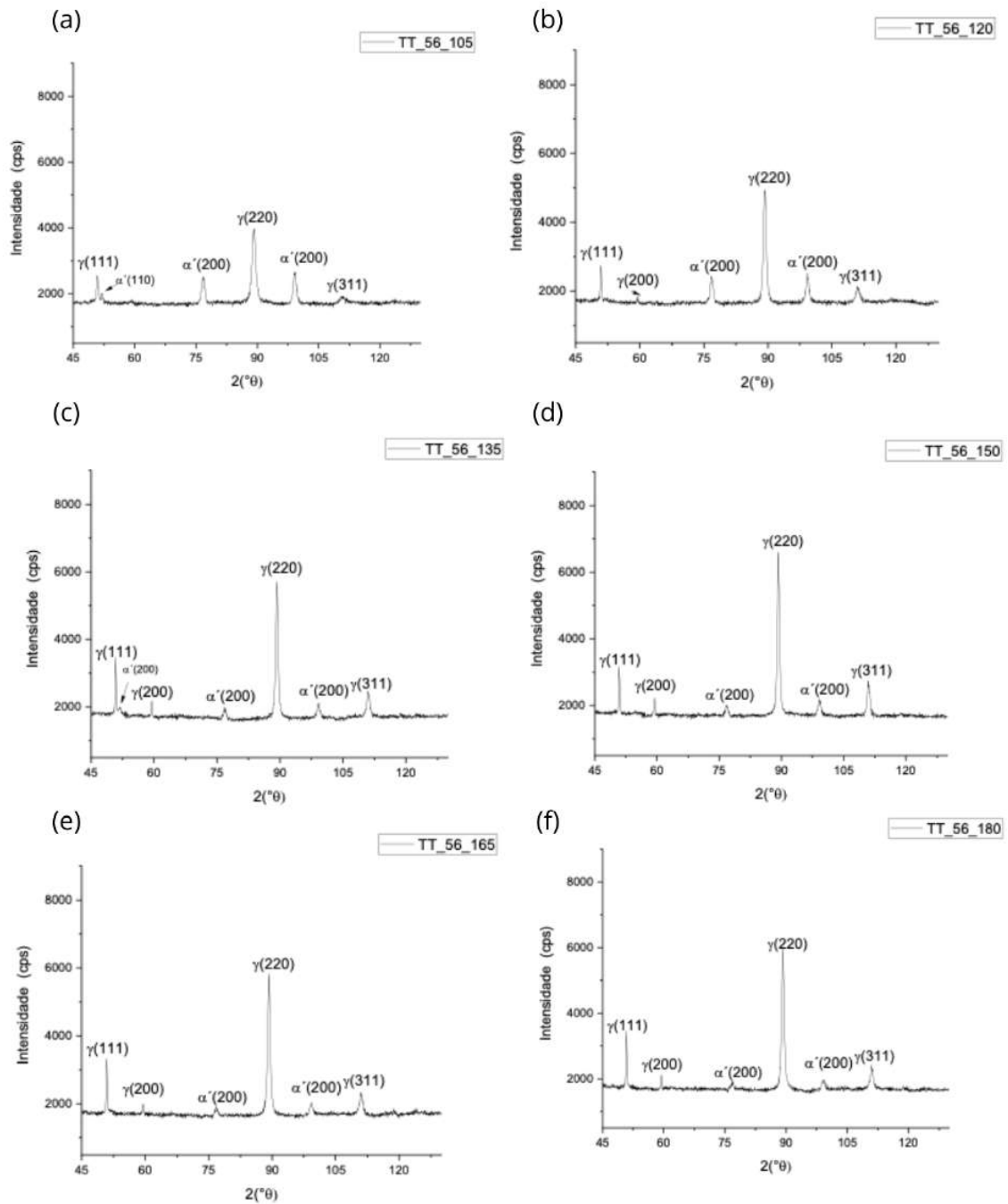


Figura 67 – Difractogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 56% de redução recozida a 900°C por : (a)105 s; (b)120 s; (c)135 s; (d)150 s; (e)165 s; (f)180 s.

Analisando os difratogramas da amostra com 56% de redução recozida entre 15 e 180 segundos, foram identificados os picos associados tanto a fase austenita (γ) quanto a martensita (α'), em todos os tempos de recozimento, ou seja, não é possível observar a reversão completa nestas condições. No entanto, ao contrário da amostra com 35% de redução, nota-se que no início do recozimento ocorre a predominância de picos associados a martensita (α'), sendo o pico (α')(211) o mais intenso. Esse comportamento corrobora com os resultados obtidos na quantificação de fases das amostras laminadas a frio (Tabela 10) uma vez que, antes de recozer, a amostra somente LF_56 apresentou um percentual próximo de 32% martensita, percentual bem superior do que o obtido pela amostra LF_35 que teve seu recozimento avaliado anteriormente.

A medida que o recozimento evolui, o pico (α')(211) deixa de ser o mais intenso e o pico (γ)(220) assume a maior intensidade a partir de 30 segundos. Quando se atinge 60 segundos de recozimento, nota-se o decréscimo dos picos α' (200) e α' (211), associados a fase martensita. Esse comportamento se mantém até 120 segundos. A medida que o recozimento evolui para tempos maiores os picos associados a martensita se tornam cada vez menores, indicando que esta fase foi consumida ao longo do tratamento térmico de reversão parcial e os picos associados a austenita incrementam suas intensidades. A partir dessa análise pode-se inferir que houve uma reversão também da martensita, formada na amostra com 56% de redução de espessura em austenita, porém mais avançada que na amostra com 35% de redução.

Nas Figuras 68 e 69 estão expostos os difratogramas obtidos para a amostra com 66% de redução recozida a 900 °C entre 15 e 180 segundos de tempo de encharque.

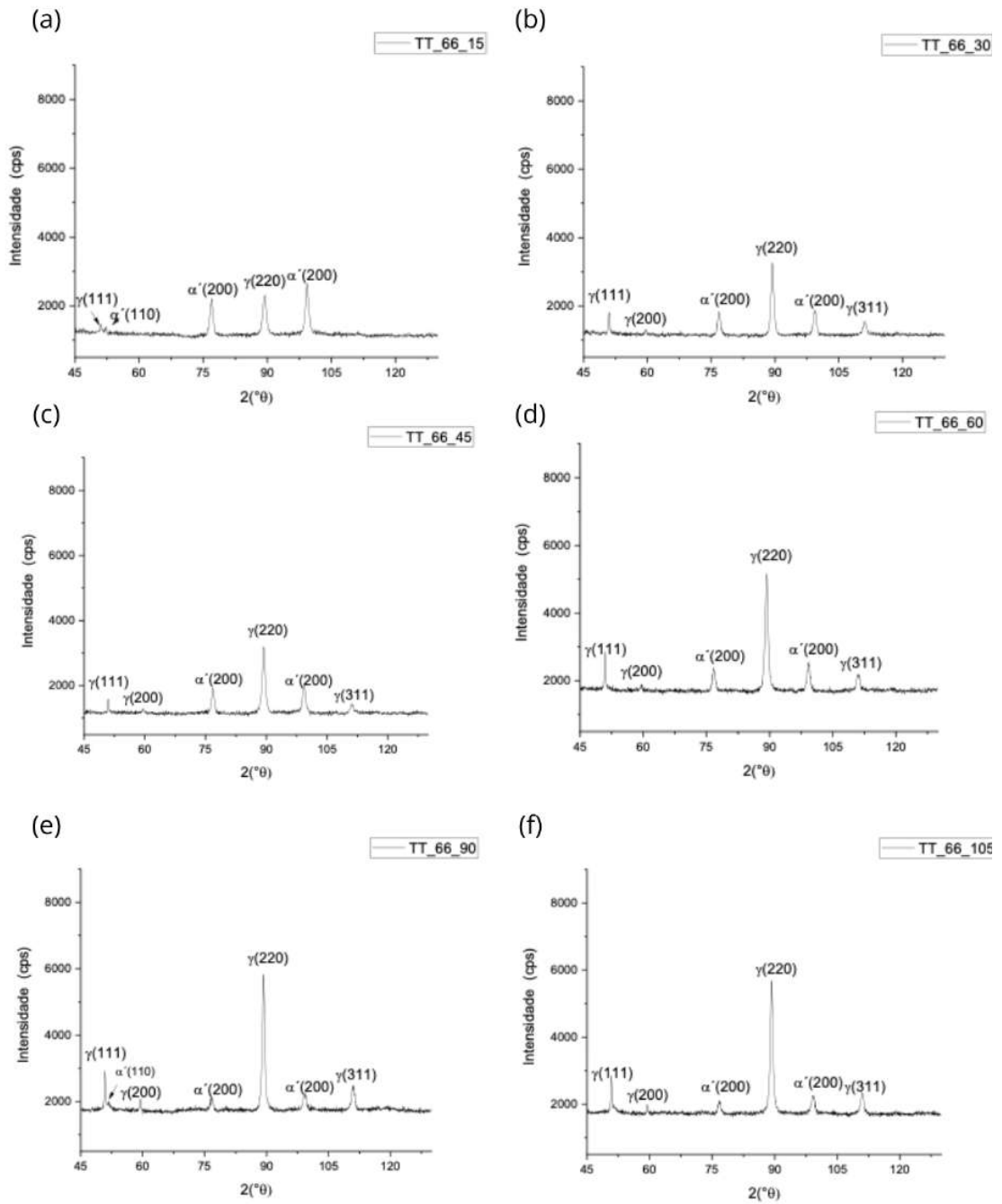


Figura 68 – Difratogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 66% de redução recozida a 900°C por : (a) 15 s; (b) 30 s; (c) 45 s; (d) 60 s; (e) 75 s; (f) 90 s.

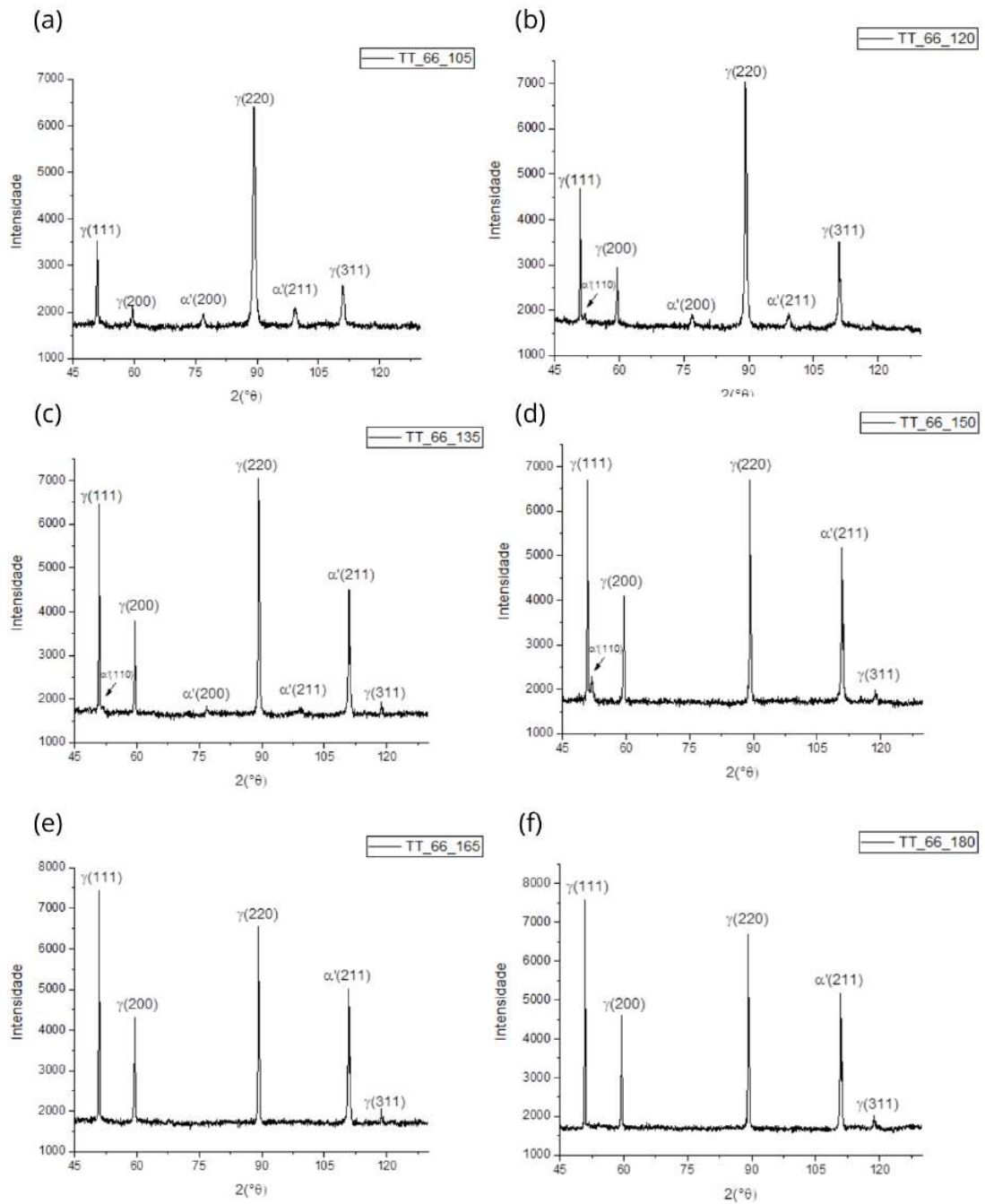


Figura 69 – Difratogramas obtidos com radiação de $\text{CoK}\alpha$ da amostra com 66% de redução recozida a 900°C por : (a)105 s; (b)120 s; (c)135 s; (d)150 s; (e)165 s; (f) 180 s.

Analisando os resultados obtidos para a amostra com 66% de redução recozida entre 15 e 60 segundos, assim como nas amostras LF_35 e LF_56, foram observados picos associados as fases martensita α' e austenita γ no início do recozimento. Nota-se que com 15 segundos o pico α' (211) se apresenta mais intenso porém, a partir de 30 segundos os picos associados a martensita decaem suas intensidades e o pico γ (220) passa a assumir maior intensidade. No entanto, enquanto nas outras reduções avaliadas anteriormente, o decréscimo dos picos de martensita se torna mais evidente em torno 120 s. Já para a amostra com 66% de redução esse decréscimo já se torna mais evidente a partir de 75 s, indicando que o processo de reversão se deu de maneira mais rápida para essa redução. Após 165 s de recozimento, todos os difratogramas apresentaram-se 100% austeníticos, indicando que a fase martensítica foi consumida durante o tratamento térmico e indicando uma reversão completa dessa fase em austenita.

Assim como foi procedido nas amostras laminadas a frio, após a identificação das fases por DRX, foi realizada a quantificação das mesmas através de duas técnicas: ferritoscopia e refinamento de Rietveld com o auxílio do *software* TOPAS. Os valores obtidos da quantificação de fases estão expostos no Anexo B, que constam os percentuais de martensita obtidos pelos dois métodos com os valores de erro da análise de ferritoscopia e do do ajuste GOF (Goodness of fit) do refinamento de Rietveld, que por sua vez comprovaram um bom refinamento pois apresentaram valores menor ou igual a 1,7. Os gráficos com as curvas obtidas da quantificação de fases estão expostos na Figura 70.

Analisando os resultados obtidos para a quantificação de fases para as amostras recozidas a 900 °C pelos métodos de ferritoscopia e Rietveld observa-se, de modo geral, que o percentual de martensita decresce com o decorrer do recozimento para as três reduções avaliadas. Nota-se também a ausência dos valores do método de Rietveld para amostras TT_66_165 e TT_66_180. Isso é devido ao fato destas amostras terem apresentados em seus difratogramas picos associados somente a fase austenita e como esse método é feito com base no refinamento dos difratogramas em função dos picos existentes de cada fase, essas amostras por se apresentarem monofásicas diante deste método se apresentam 100% austeníticas. No entanto, os resultados obtidos pela técnica de ferritoscopia apontaram percentuais de martensita inferiores a 2% para estas amostras, indicando assim a presença de martensita residual para os tempos de 165 e 180 segundos para as amostras com 66% de redução da espessura.

A partir destes valores foram plotadas as curvas da fração de martensita obtidas pelas duas técnicas, com o objetivo de comparar o desempenho de ambas e avaliar a evolução da reversão da martensita com o progresso do recozimento.

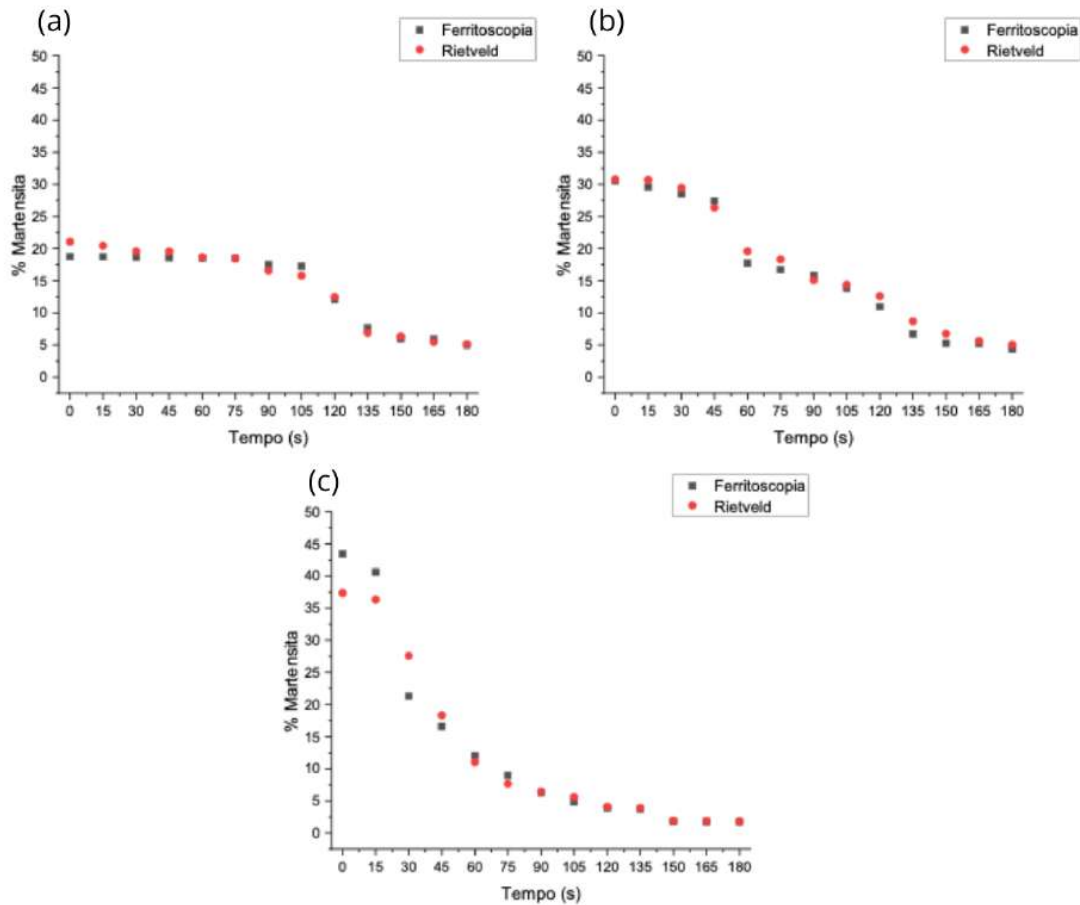


Figura 70 – Análise da evolução da fração volumétrica de martensita, realizada por ferritoscopia e Rietveld em função do tempo de recozimento, para as amostras recozidas a 900 °C em função do tempo de recozimento a partir de (a) 35%, (b) 56% e (c) 66% de redução.

Analisando as curvas da Figura 70, nota-se que nos tempos iniciais do recozimento, entre 15 e 75 segundos, para as amostras com reduções de 35% (Figura 70 (a)) e 56% (Figura 70 (b)), o volume de martensita decaiu sem grandes variações de volume. No entanto, a partir de 105 s de recozimento para essas duas reduções o percentual de martensita diminui de maneira mais significativa, chegando a valores inferiores a 10% a partir de 135 s de tempo de encharque. Já para a amostra com 66% (Figura 70 (c)) de redução, observa-se que desde o início do recozimento o volume de martensita diminui gradativamente com o aumento do tempo de encharque, chegando a percentuais em torno de 1,8% nos tempos finais (165 e 180 s). Esses resultados mostram que quando maior o percentual de martensita formada na laminação e densidade de discordâncias presente nesta, maior é propensão da reversão da martensita alfa linha em austenita. Esta explicação corrobora com a observação feita por MISRA et al.(71), que afirma que quanto maior for a deformação maior será fragmentação na martensita formada, o que favorece a formação

mais sítios para nucleação da austenita no processo de reversão durante recozimento.

5.3.2 Análise da Densidade de Discordâncias

A análise da densidade de discordâncias foi conduzida nas amostras recozidas a 900 °C selecionadas por meio do método computacional CMWP (*Convolutional Multiple Whole Profile*), a partir dos difratogramas obtidos pela análise de DRX para estas amostras. Assim como nas amostras laminadas a frio, para as amostras recozidas que apresentaram em sua microestrutura a presença das fases austenita e martensita α' , o refinamento dos difratogramas foi realizado de maneira independente para cada fase, obtendo assim a densidade de discordâncias para cada uma. Os resultados obtido na análise de densidade de discordâncias para as amostras recozidas estão expostos no Anexo C e na Figura 71 está ilustrado o gráfico com a evolução da densidade de discordâncias em função dos tempos de recozimento avaliados.

Analisando a evolução da densidade de discordâncias para as amostras recozidas a 900 °C nota-se, de modo geral, que houve uma redução da densidade de discordâncias a medida que tempo de recozimento incrementa. Isso pode ser explicado que com o aumento do tempo de recozimento em conjunto com a elevada temperatura proporciona uma maior mobilidade média das discordâncias. Desta forma, discordâncias de sinais opostos que se encontram no mesmo plano de escorregamento podem se aniquilar, movimentando-se uma em direção a outra. O processo de recuperação promove uma restauração parcial das propriedades mecânicas do material, as quais foram modificadas durante processo de deformação (50).

Comparando a evolução da densidade de discordâncias em relação as reduções acumuladas da espessura nota-se, de modo geral para as fases austenita e martensita, que o decréscimo da densidade foi mais acentuado para as amostras com 66% de redução, seguindo das amostras com 56% de redução e menos acentuado para as amostras com 35% de redução. Esse comportamento deixa explícito que para as amostras com maiores reduções de espessura o recozimento se dá de maneira mais eficiente no sentido de promover uma recuperação maior de uma estrutura mais livre de defeitos, obtendo ao final do recozimento valores próximos da densidade de discordâncias observada na amostra como recebida.

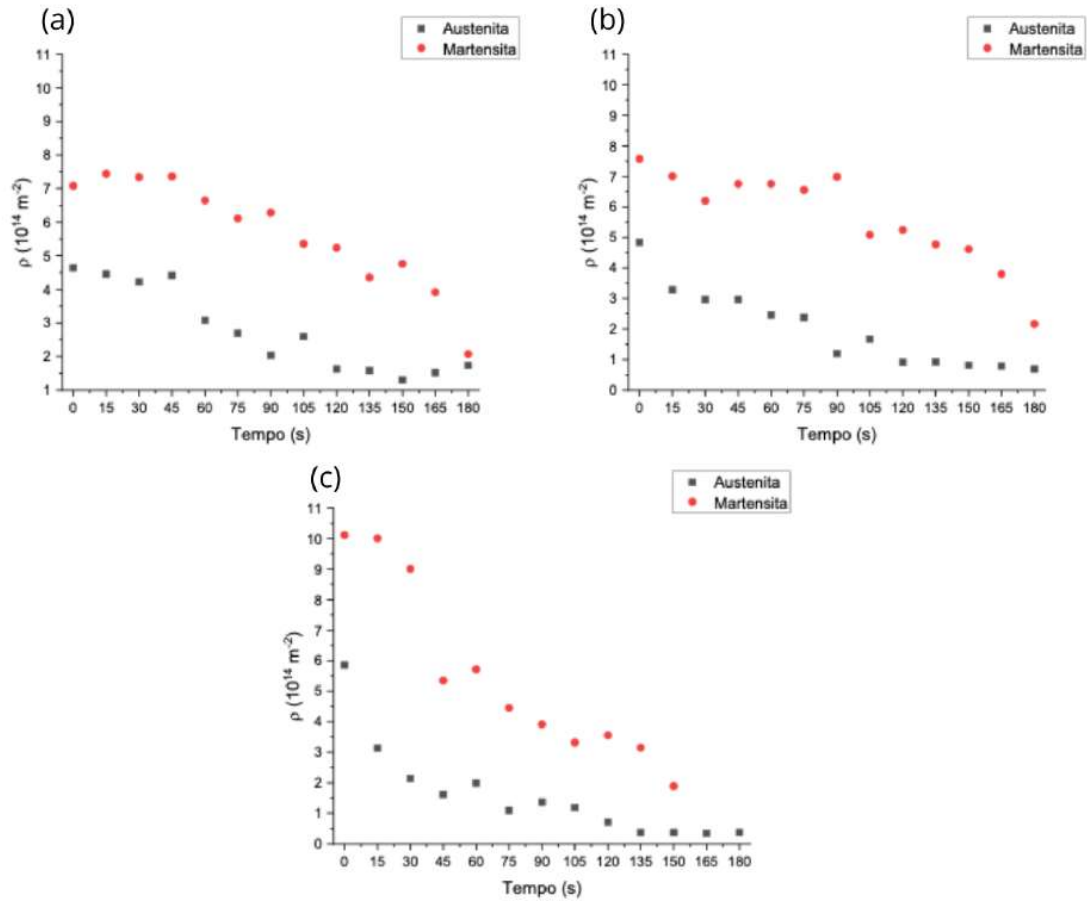


Figura 71 – Evolução da densidade de discordâncias para as amostras recozidas a $900 \text{ }^\circ\text{C}$ em função do tempo de recozimento para as reduções: (a) 35%, (b) 56% e (c) 66%.

Analisando a evolução da densidade de discordâncias para as fases austenita e martensita observa-se que, assim como nas amostras laminadas, a densidade de discordâncias da martensita (curva em vermelho) sobrepõe a da austenita (curva em preto). Isso pode ser explicado pelo fato da fase martensita ter acolhido mais discordâncias durante a laminação a frio, conforme visto na Figura 71, e por sua vez ter encruado mais do que a austenita. Desta forma, mesmo após o recozimento, nota-se que a fase produto (martensita) ainda apresenta uma alta densidade de discordâncias o que permite inferir que o processo de reversão da martensita em austenita se deu através do cisalhamento martensítico (66).

Outro ponto importante observado é a ausência dos valores da densidade de discordâncias para as amostras TT_66_165 e TT_66_180. A quantificação da densidade de discordâncias ocorreu por meio do método CMWP, que por sua vez, é realizado com base nos difratogramas de DRX. No entanto, o refinamento foi realizado para cada fase (austenita e martensita) de maneira individual, com base nos picos observados para cada fase para todas condições laminadas e subsequentemente recozidas, exceto para as amostras

TT_66_165 e TT_66_180 que se apresentaram totalmente austeníticas, assim, foram obtidos valores de densidade de discordâncias somente para a fase austenita.

5.3.3 Microestrutura e Microtextura

Os aspectos microestruturais e microtexturais das amostras recozidas a 900°C do aço ASTM 201LN foram analisados por meio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), sendo que foram utilizados os detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Os resultados obtidos nesta análise para as amostras TT_35_180, TT_56_180 e TT_66_180 estão expostos nas seções a seguir.

5.3.4 Aspecto Microestrutural

Para esta análise optou-se escolher as amostras recozidas a 900°C no estágio final do recozimento, ou seja, após 180 segundos de tempo de encharque. Essa escolha foi feita com o objetivo de analisar os aspectos estruturais no final do recozimento para cada espessura avaliada, ou seja, 35%, 56% e 66%. As amostras recozidas selecionadas foram caracterizadas por meio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com auxílio do detector de BSED. As micrografias obtidas para estas amostras estão apresentadas nas Figuras 72, 73 e 74.

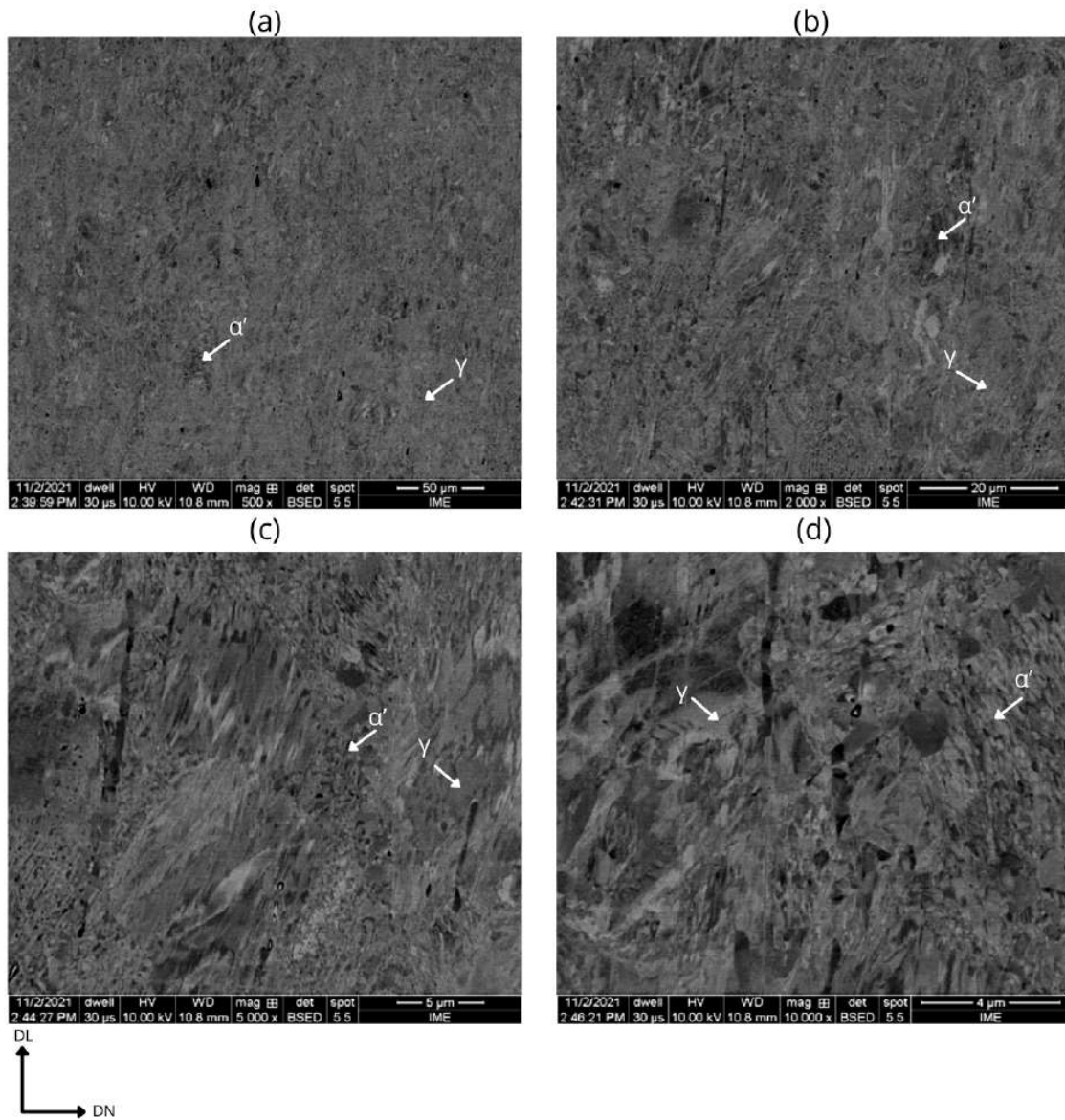


Figura 72 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição recozida a 900 °C por 180 segundos com 35% de redução (TT_35_180), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X, (c)5000X e (d) 10000X.

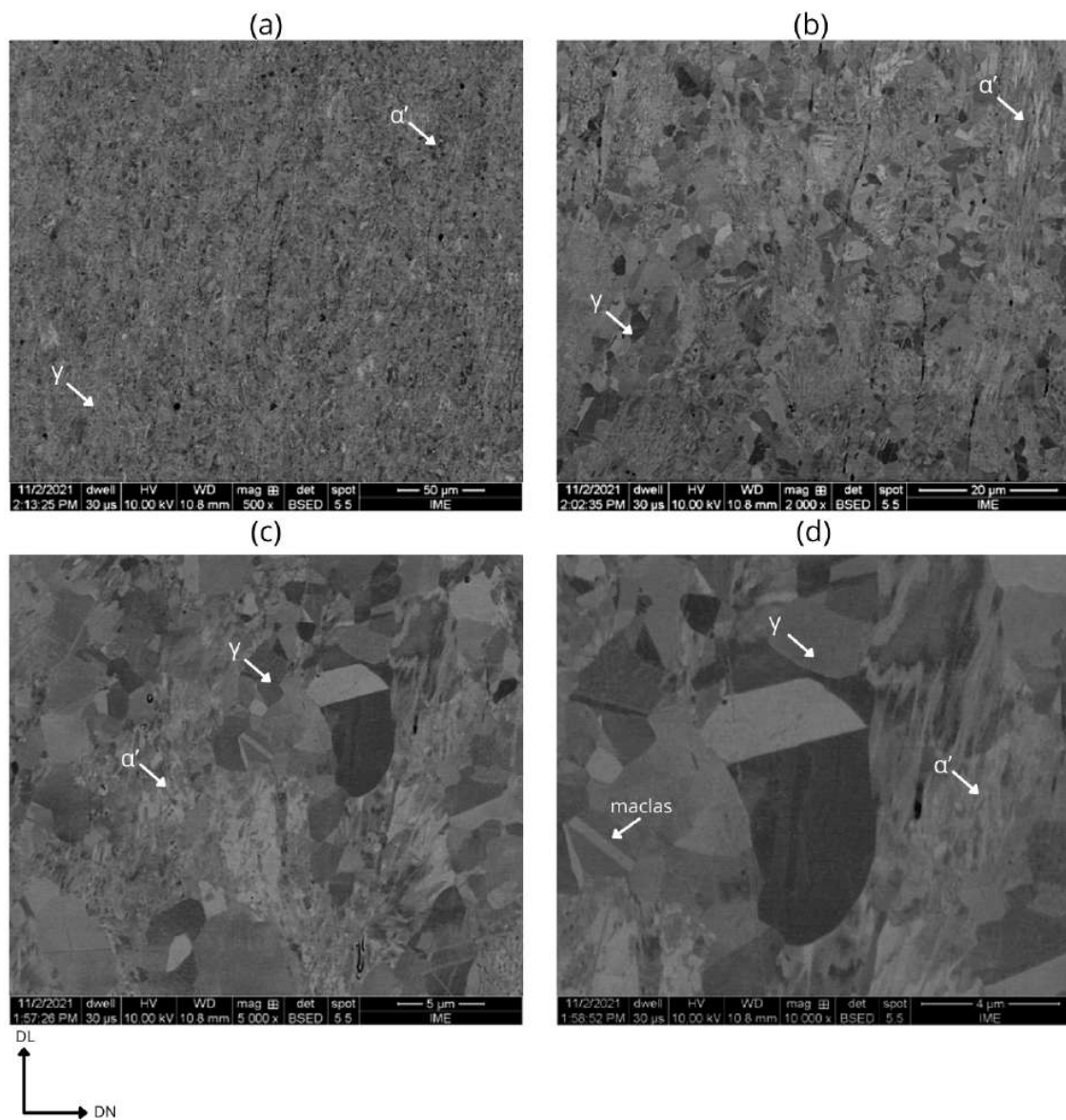


Figura 73 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição recozida a 900 °C por 180 segundos com 56% de redução (TT_56_180), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X, (c)5000X e (d) 10000X.

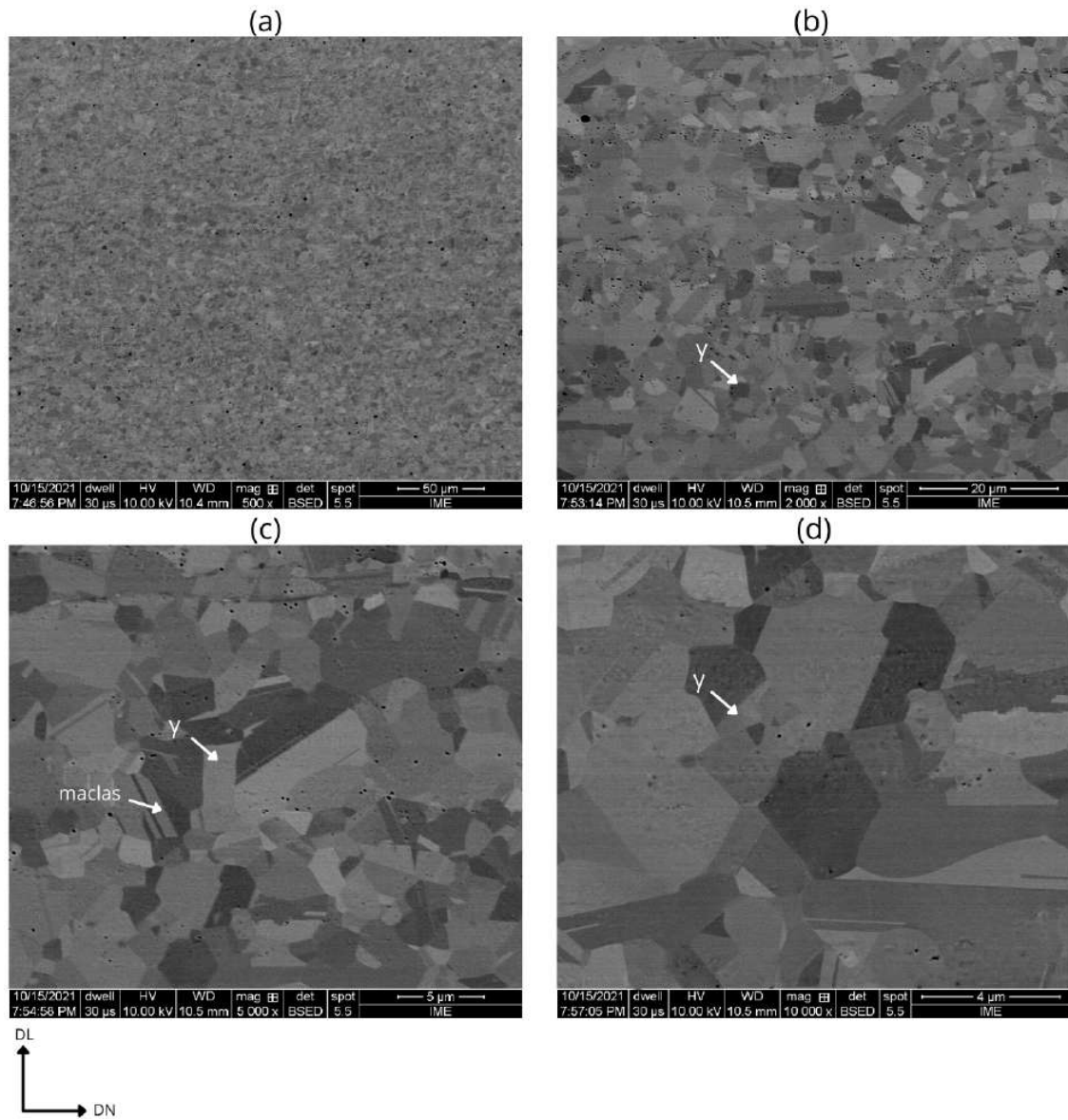


Figura 74 – Micrografias com uso de detector de elétrons retroespalhados/MEV na espessura do aço ASTM 201LN na condição recozida a 900 °C por 180 segundos com 66% de redução (TT_66_180), com os seguintes aumentos: (a)500X, (b)2000X, (c)5000X e (d) 10000X.

Iniciando a análise pela micrografia obtida para amostra recozida TT_35_180 (Figura 72), observa-se um microestrutura composta por martensita em agulhas, austenita encruada e grãos equiaxiais que, possivelmente, são grãos de austenita revertida. Os resultados obtidos na quantificação de fases por ferritoscopia e DRX apontaram que para essa mesma amostra, decorrido os 180 segundos de recozimento a temperatura de 900°C, ainda havia um percentual de martensita em torno de 5%. No entanto, nota-se ainda uma microestrutura ainda bem encruada para essa redução da espessura (35%). Os resultados obtidos na análise da densidade de discordâncias mostraram que após decorrido os 180 s de recozimento houve uma queda na densidade destes defeitos para essa redução da espessura. Porém a fase austenita apresentou um valor maior de discordâncias em comparação com o valor obtido para a amostra CR. Diante disso, pode-se inferir que o recozimento não foi o suficiente para promover uma recuperação microestrutural para esta amostra a nível de uma estrutura mais livre de defeitos. Neste caso, para se obter uma recristalização maior da austenita a 900 °C para essa mesma redução da espessura seria necessário recozer o material em tempos maiores que 180 segundos.

Analisando a micrografia obtida para amostra recozida TT_56_180 (Figura 73), observa-se um microestrutura composta por martensita em agulhas, austenita encruada e uma quantidade maior de grãos de austenita revertida quando comparada com a micrografia da amostra anterior. Assim como na amostra TT_35_180, os resultados obtidos na quantificação de fases por ferritoscopia e DRX também apontaram um percentual de martensita em torno de 5% para essa amostra após os 180 segundos de recozimento a temperatura de 900 °C. Nota-se que, ao contrário da amostra com 35% de redução, a microestrutura apresenta-se menos encruada e com uma recristalização maior da austenita. Isso corrobora com os resultados obtidos na análise da densidade de discordâncias que mostraram que essa amostra apresentou valores inferiores da densidade, quando comparado com os valores observados para a amostra com 35% de redução. No entanto, nota-se que a austenita revertida apresenta uma granulometria composta por grãos ainda grosseiros.

Por fim, analisando a micrografia obtida para a amostra recozida TT_66_180 (Figura 74), fica evidente a completa reversão austenítica e a ausência de martensita. Isso é possível ser observado somente analisando a imagem com um aumento de 500X, em que já é possível identificar os grãos austeníticos, e com a progressão deste aumento para 10000x, são exibidos grãos menores que indicam o começo de uma recristalização. Também é possível inferir que houve um refinamento da microestrutura quando comparada com a micrografia obtida para a amostra na condição como recebida (Figura 42), sendo que para a amostra na condição de partida a imagem com um aumento de 500x exibe uma granulometria mais grosseira. Esse refinamento grão pode ser verificado de maneira mais detalhada por meio da análise de EBSD que é discutida no próximo tópico.

5.3.5 Microtextura (MEV/EBSD)

Os resultados obtidos na análise de EBSD para as amostras TT_35_180, TT_56_180, TT_66_165 e TT_66_180 com 35, 56 e 66% de redução, na laminação a frio, e recozidas por 165 e 180 segundos na temperatura de 900 °C estão apresentados nas Figuras 75, 76, 77 e 78. O pós processamento dos dados foi realizado através do *software Esprit*.

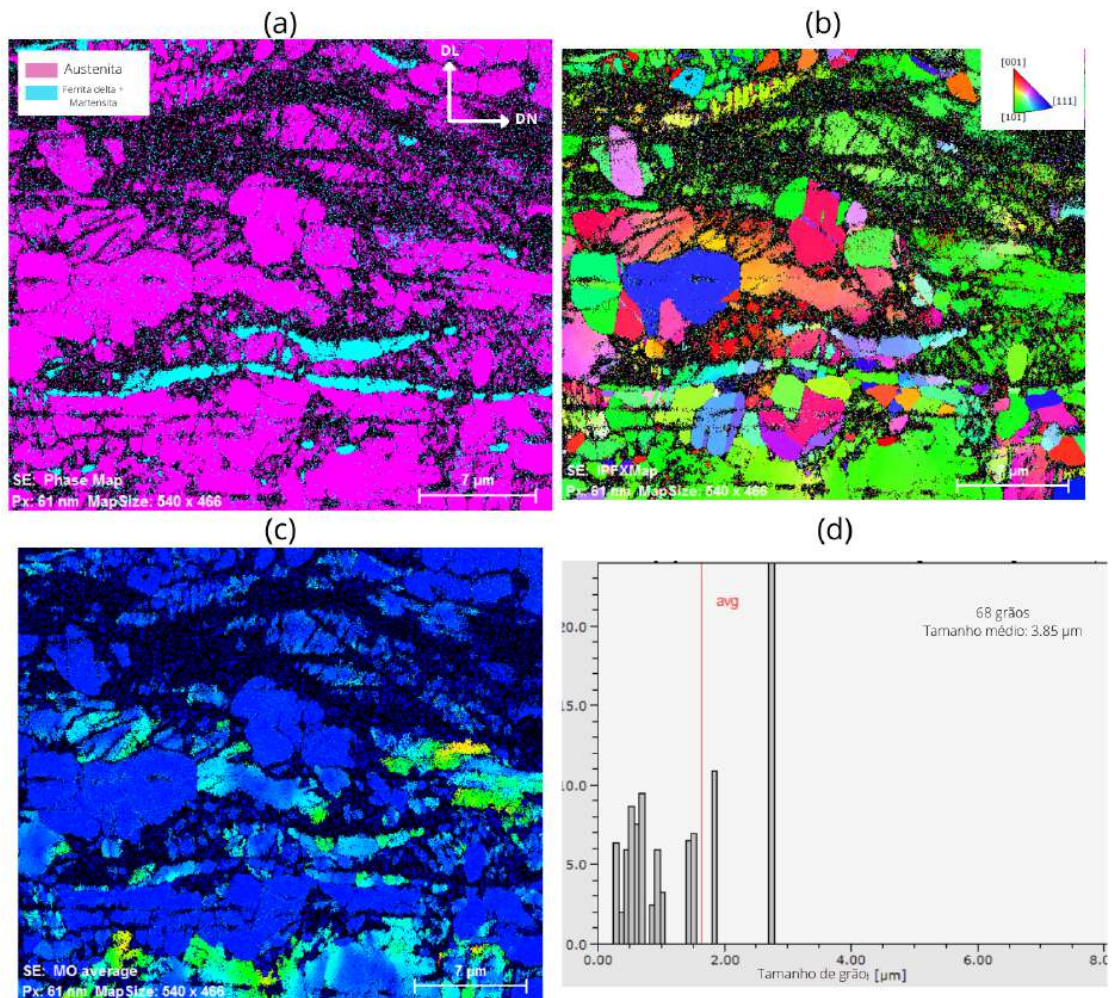


Figura 75 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_35_180) com 35% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 180 segundos, com um aumento de 2000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos.

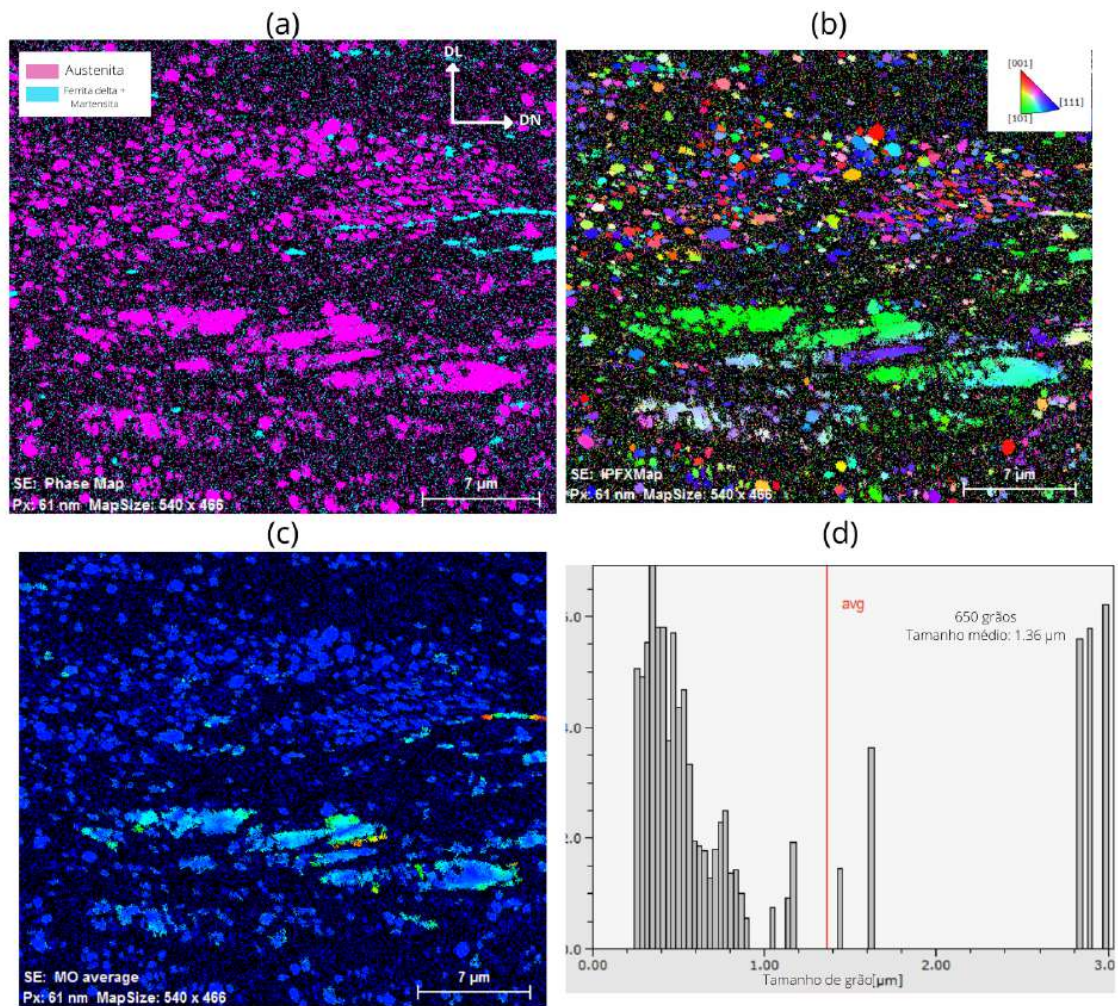


Figura 76 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_56_180) com 56% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 180 segundos, com um aumento de 5000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos.

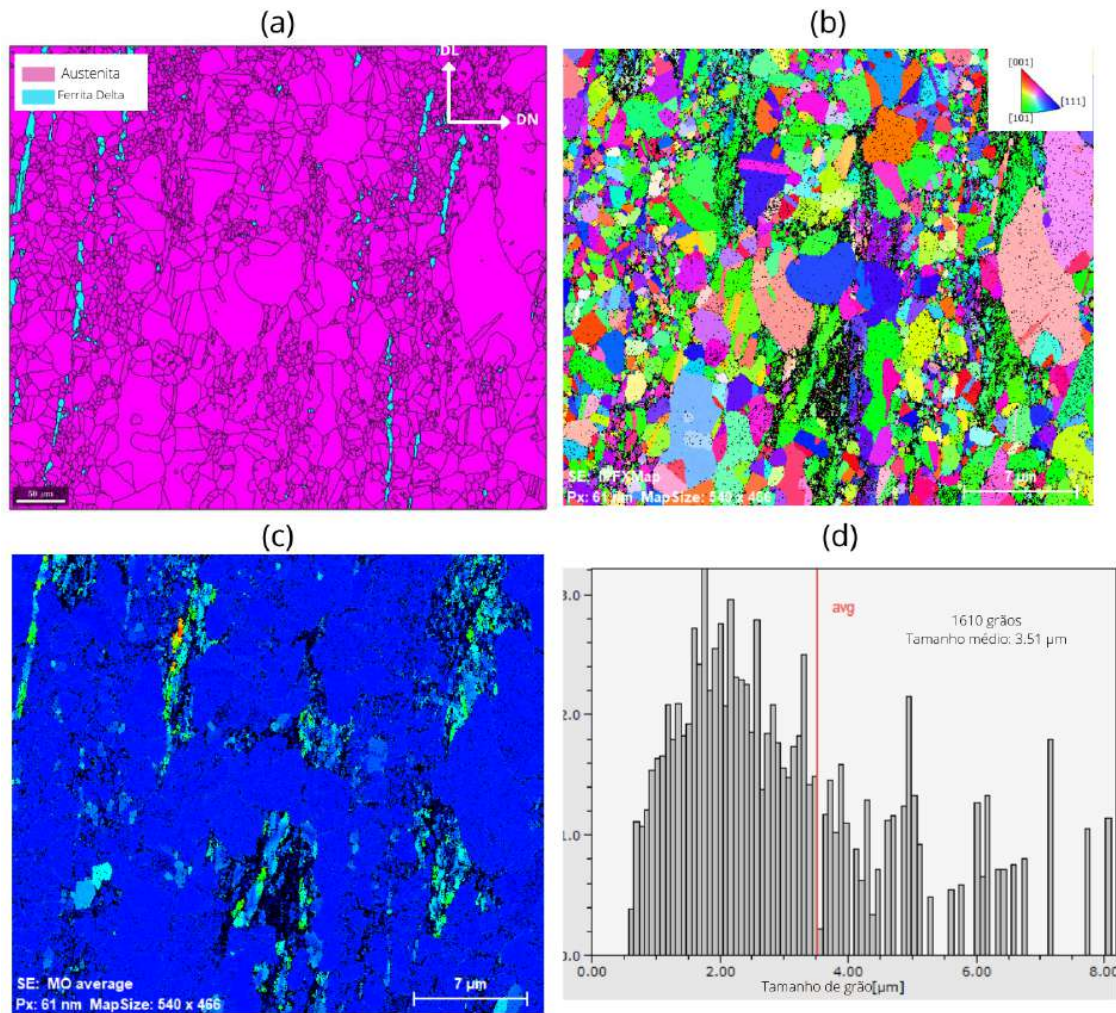


Figura 77 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_66_165) com 66% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 165 segundos, com um aumento de 5000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos.

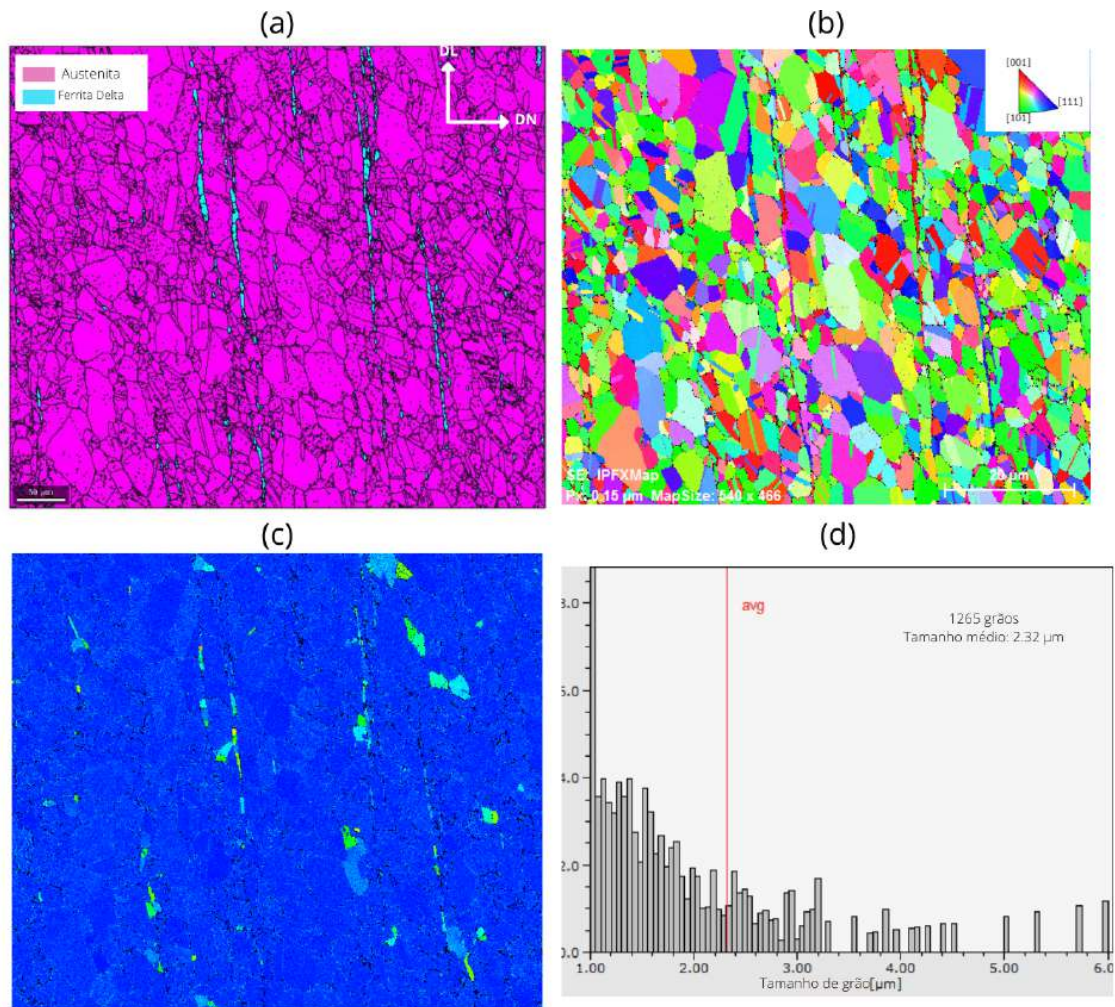


Figura 78 – Resultados da análise de EBSD para a amostra laminada a frio (TT_66_180) com 66% de redução do aço ASTM 201LN recozida a 900 °C por 180 segundos, com um aumento de 5000x: (a) Mapa de fases, (b) Mapa de Orientação, (c) Mapa de misorientação e (d) Histograma de tamanho de grãos

Os resultados apresentados da análise de EBSD para as amostras selecionadas recozidas a 900 °C por 180 segundos, são referentes aos mapas de fase, orientação, misorientação, assim como os histogramas de tamanho de grãos e a figura de polo inversa. Assim, como foi feito nos resultados obtidos para as amostras laminadas a frio, a análise destes resultados será iniciada primeiramente pelos mapas de fases, ou seja, item (a) das Figura 75, 76, 77 e 78, onde nota-se a presença das fases austenita (tonalidade rosa) e de estrutura CCC, ou seja, a ferrita delta e a martensita alfa linha residuais, (tonalidade azul claro) nas três amostras analisadas. No entanto, na amostra com 35% de redução (TT_35_180) recozida a 900 °C por 180 segundos (Figura 75 (a)) observa-se que a austenita se encontra encruada com uma granulometria grosseira e ainda com um aspecto encruado. Quanto a martensita, esta nas regiões onde se encontra grãos provavelmente associados a austenita revertida, mais precisamente próxima aos contornos destes grãos. Esse resultado corrobora com os resultados obtidos na quantificação de fases por ferritoscopia e por DRX, em que foi encontrado para essa amostra um percentual de 5,29% de fase ferromagnética, onde ao menos 0,98% são da ferrita delta residual detectada no material como recebido e o restante da martensita α' .

Prosseguindo com a interpretação dos mapas de fases, agora para amostra com 56% de redução (TT_56_180) recozida a 900 °C por 180 segundos (Figura 76 (a)), observa-se uma maior presença de austenita, devido a reversão da martensita e a recristalização da austenita encruada, quando comparada ao mapa de fases obtido na amostra TT_35_180. Também observa-se que a fase martensítica se apresenta mais fragmentada pela microestrutura, provavelmente próxima aos grãos da austenita revertida. Ao contrário do que foi observado na amostra TT_35_180, os grãos associadas as fases CCC se apresentam mais refinados. Essa mesma amostra apresentou um percentual de fase ferromagnética de 5,97%, onde ao menos 0,98% são da ferrita delta residual detectada no material como recebido e o restante da martensita alfa linha, mostrando que esse resultado corrobora com os valores obtidos na quantificação de fases por ferritoscopia e por DRX.

Para a redução da espessura de 66% foi realizada a análise de EBSD nos tempos de 165 e 180 segundos, uma vez que para estes dois tempos a quantificação de fases por ferritoscopia apontou valores bem aproximados de fase ferromagnética após o recozimento, ou seja, 1,80% para a amostra TT_66_165 e 1,75% para a amostra TT_66_180. No entanto, os difratogramas destas amostras apresentaram picos associados somente a austenita. Sendo assim, analisando os mapas de fases obtido para estas duas amostras (item (a) Figura 77 e 78), observa-se em ambas a presença de austenita, ou seja, uma mistura de revertida e recristalizada, e a presença de lamelas entre os contornos de grãos austeníticos que podem ser associadas a ferrita δ , similar a identificada na amostra CR, e também algumas poucas regiões isoladas e não lamelares que pode ser associada a uma martensita alfa linha residual. No entanto, para a amostra recozida a 165 s nota-se que ainda uma distribuição de grãos bimodal, ou seja, uma mistura de grãos grosseiros

e refinados de austenita. Quanto a amostra recozida a 180 s nota-se uma distribuição granulométrica mais homogênea para a fase austenita em comparação a amostra recozida a 165 s para esta mesma redução da espessura.

Os mapas de misorientação obtidos para a quatro amostras recozidas analisadas estão expostos no item (c) das Figuras 75, 76, 77 e 78. Como já mencionado anteriormente na seção 5.2.4.2, a interpretação destes mapas é feita por meio da análise da variação da tonalidade das cores, sendo que quanto mais claro o tom de azul maior a diferença de orientação em relação à região de tonalidade mais escura do mesmo grão e em regiões maiores de misorientação podem transitar do amarelo->laranja->vermelho. Analisando este mapa obtido para a amostra TT_35_180 nota-se a predominância da tonalidade azul, sendo que em algumas regiões essa tonalidade varia de um tom azul mais claro, transitando para o verde e amarelo, indicando que nessas regiões possuem uma maior misorientação. Quando é feita a comparação com o mapa de fases dessa mesma amostra (Figura 75 (a)), nota-se que essa diferença de orientação está associada a austenita, principalmente nas regiões onde esta se apresenta ainda não recristalizada. Isso indica que nessas regiões a austenita ainda se encontra deformada e, possivelmente, mais encruada. Prosseguindo para o mapa de misorientação da amostra TT_56_180 ((Figura 76 (c))), nota-se que as regiões onde a austenita recristalizada se faz presente a predominância da tonalidade azul e onde essa tonalidade apresenta uma gradiente maior está relacionada as regiões onde a austenita ainda se encontra possivelmente encruada, além das regiões onde a fase de estrutura CCC, seja martensita alfa linha ou ferrita delta, se faz presente.

Analisando o mapa de mapa de misorientação da amostra TT_66_165 verifica-se também a predominância da tonalidade azul, com variações de tonalidades tanto em regiões que apresenta martensita quanto em regiões onde os grãos austeníticos se apresentam mais refinados. Por fim, analisando a amostra TT_66_180 nota-se que a microestrutura se apresenta predominantemente na tonalidade azul, indicando ausência de misorientação dos grãos nessas regiões e algumas pequenas regiões apresentam um gradiente de coloração, sendo estas associadas a a fase de estrutura CCC, seja martensita alfa linha ou ferrita delta, e algumas em grãos de austenita que possivelmente acolheram alguma deformação durante o processo de preparação da amostra.

Assim como observado nos resultados de EBSD das amostras laminadas a frio, os mapas de misorientação e orientação das amostras TT_56_180 e TT_66_180 apresentaram uma certa quantidade de pontos não indexados que se apresentam na cor preta. Isso está associado ao grau de deformação ainda presente nessas duas amostras que, consequentemente, ainda apresentam uma certa quantidade de defeitos microestruturais, como por exemplo discordâncias. Conforme VERBEKEN et al.(70) estes defeitos acarretam em uma captação inadequada de padrões que podem proporcionar erros, diminuindo a capacidade de indexação.

Com relação ao mapa de orientação de grãos para as três amostras recozidas analisadas, para as amostras TT_35_180 e TT_56_180 observa-se, assim como nas amostras laminadas a frio, uma tendência de orientação de grãos na direção [101] com relação orientação cristalográfica normal ao plano da superfície da amostra, representada pela cor verde de acordo com a figura de polo inversa (item (e) das Figuras 75, 76, 77 e 78). Isto pode está relacionado a deformação ainda presente nessas amostras oriunda do processo de laminação a frio que por sua vez causou rotações no grão de austenita em função do encruamento e da formação de martensita.

Quanto aos mapas de orientação das amostras TT_66_165 e TT_66_180, estes apresentaram pouca variação de orientação dentro dos grãos austeníticos e, assim como nos mapas obtidos para a amostra CR (Figuras 43), a coloração destes grãos se apresentaram homogêneas sem o aspecto de degradê, comprovando um bom padrão de qualidade em toda área analisada. Também constatou-se, assim como na amostra CR, a presença somente de grãos equiaxiais de austenita e que alguns grãos possuem maclas visíveis. Quanto a análise do tamanho de grão obtido no final do recozimento a 900 °C após 180 segundos, partir dos histogramas gerados pelo programa *Esprit*, para as três reduções analisadas (35%, 56% e 66%) foi verificado um refinamento dos grãos quando comparado com o TG da amostra CR, que por sua vez apresentou um TG médio de 16,3 μm . Os valores obtidos para os TG das amostras TT_35_180, TT_56_180, TT_66_165 e TT_66_180 foram 3,85 μm , 1,36 μm , 3,51 μm e 2,32 μm , respectivamente.

Analisando os resultados obtidos para as amostras recozidas do aço ASTM 201LN nota-se que o grau de deformação e, conseqüentemente, espessura final das chapas obtidas durante a laminação tem uma forte influência no processo de reversão e recristalização da austenita (67, 39, 71). Observa-se que a amostra TT_35_180 não obteve uma recristalização completa da austenita após o 180 s de recozimento a 900 °C. As micrografias obtidas por MEV indicaram que esta amostra apresentou-se ainda encruada após o recozimento, fato este que também foi confirmado nos resultados da análise de discordâncias que indicaram para esta amostra uma densidade de discordâncias superior para ambas as fases (martensita e austenita) em comparação as demais amostras recozidas analisadas. Diante destes resultados pode-se inferir que para essa redução da espessura seria necessário trabalhar com um tempo de recozimento superior a 180 s para se obter uma completa recristalização da austenita a uma temperatura de 900 °C. A amostra TT_56_180 apresentou uma maior recristalização da austenita em comparação a amostra TT_35_180. No entanto, conforme foi verificado nas micrografias obtidas por MEV, essa amostra apresentou após o recozimento uma microestrutura composta de grãos grosseiros e refinados, além de uma estrutura ainda encruada. Os resultados obtidos na análise da densidade de discordâncias apontaram ainda uma quantidade considerável destes defeitos para esta amostra. Assim, como para amostra TT_35_180, seria também necessário incrementar o tempo de recozimento para a mesma de temperatura de trabalho. Por fim, as amostras analisadas

com a menor redução de espessura (66%), TT_66_165 e TT_66_180, apresentaram-se totalmente recristalizadas após o recozimento com grãos austeníticos equiaxiais, com tamanho inferior a $2 \mu\text{m}$ e com presença de maclas de recozimento. Esse resultado faz coerência com o estudo realizado por ODNOBOKOVA e YANUSHKEVICH (11) que obtiveram uma microestrutura totalmente recristalizada após o recozimento a $800 \text{ }^\circ\text{C}$ para o ASS's 316L.

5.3.6 Propriedades Mecânicas

Com o intuito de obter informações sobre a resposta mecânica e tendo em vista que a reversão martensítica para este material após o tratamento térmico de recozimento, foram realizados ensaios de macrodureza Vickers e Ultramicrodureza Instrumentada. Os resultados obtidos nestes ensaios são apresentados e discutidos nessa seção.

5.3.7 Dureza Vickers

O ensaio de macrodureza Vickers foi realizado em todas as amostras do aço ASTM 201LN com reduções da espessura de 35%, 56% e 66% recozidas a $900 \text{ }^\circ\text{C}$ nos tempos entre 15 e 180 segundos, sendo que para este ensaio foi empregada uma carga de 40 Kgf. Os valores de dureza obtidos estão expostos na Tabela 16 do Anexo D.

Com o objetivo de avaliar a evolução da dureza ao longo do tratamento térmico de recozimento, foram plotados os gráficos (Figura 79) da evolução da macrodureza Vickers em função do tempo de recozimento para as três reduções avaliadas (35%, 56% e 66%). Analisando os gráficos da Figura 79 observa-se que, de modo geral, para a três reduções a macrodureza diminui com o decorrer do recozimento quando comparada a dureza das amostras LF_35, LF_56 e LF_66 antes de serem recozidas. Esses resultados corroboram com os resultados obtidos na quantificação de fases, em que foi observado para as três reduções o decréscimo do volume de martensita com o decorrer do tempo de recozimento, o que contribuiu para a redução de dureza apresentada por estas amostras.

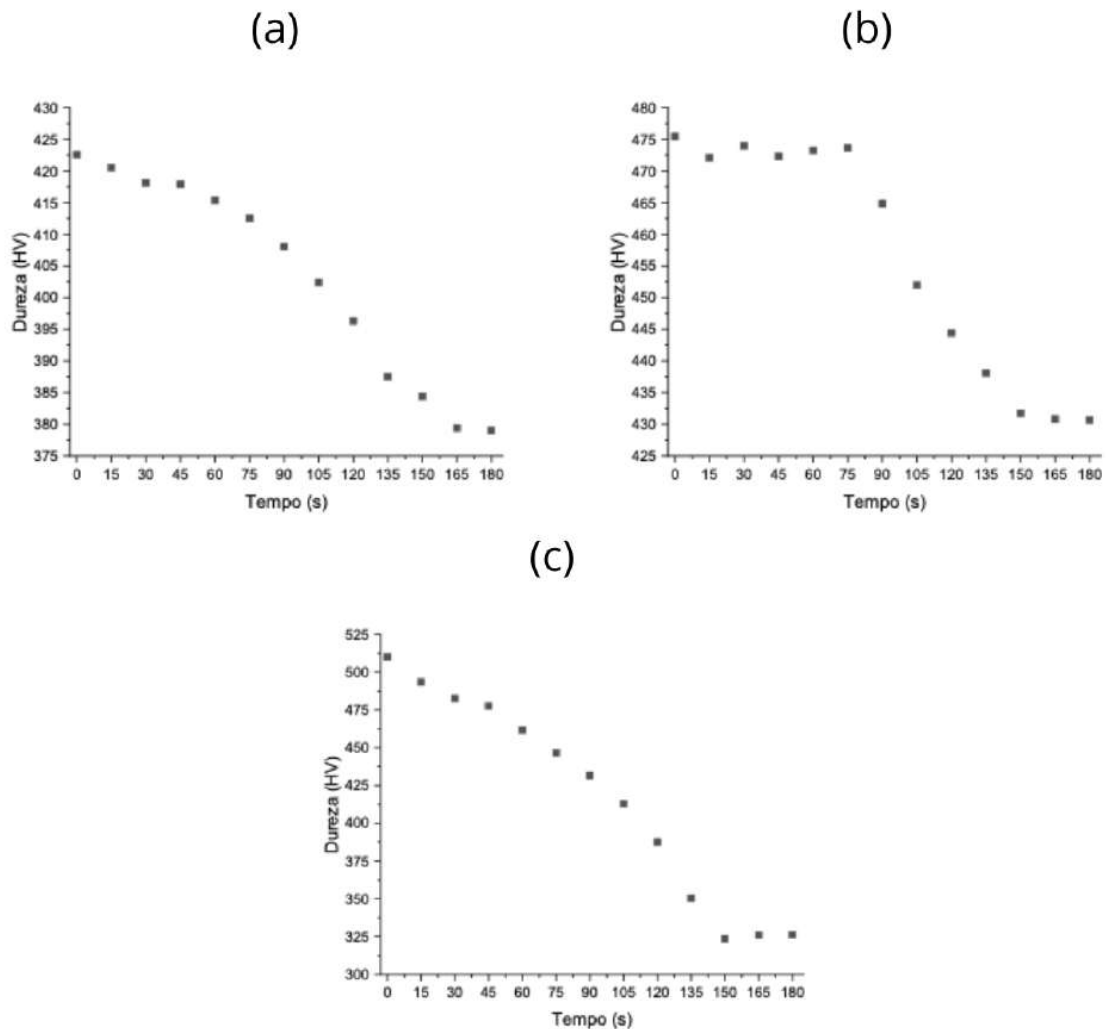


Figura 79 – Evolução da macrodureza Vickers em função do tempo de recozimento para as amostras do aço ASTM 201LN para as amostras recozidas a 900 °C com (a) 35%, (b) 56% e (c) 66% de redução.

Com o objetivo de fazer uma comparação do decréscimo da dureza no recozimento para a três reduções avaliadas foi plotado o gráfico exposto na Figura 80. Observando o comportamento das curvas nota-se que para as amostras com 35% de redução da espessura (pontos pretos), nota-se que a dureza decaiu em torno de 40 HV no final do recozimento, um decréscimo de 10% quando comparada com a dureza da amostra com a mesma redução antes de recozer. Essa manutenção da dureza pode estar associada a presença de martensita ainda presente nesta amostra associada a considerável densidade de discordâncias de que esta amostra apresentou após o recozimento, mostrando que embora houve uma considerável reversão da martensita em austenita, conforme visto nos resultados obtidos na quantificação de fases, a austenita apresenta-se ainda bastante encruada como pode ser também observado na caracterização microestrutural por MEV e EBSD.

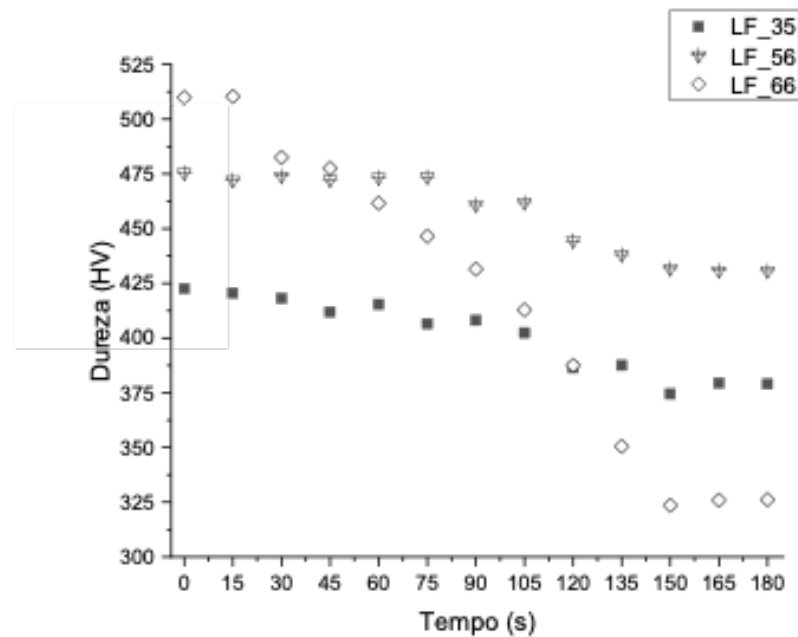


Figura 80 – Evolução do decréscimo da macrodureza Vickers em função do tempo de recozimento para as amostras do aço ASTM 201LN para as amostras recozidas nas três reduções avaliadas.

Também foi observado uma certa manutenção da dureza para as amostras com 56% de redução da espessura (pontos vermelhos), que embora estas amostras apresentaram valores de dureza superiores as com 35%, no final do recozimento, o decréscimo do valor de dureza também foi em torno de 10%. Neste caso esse decréscimo reduzido de dureza observada para essa redução pode estar associada a presença de martensita em coexistência com a da austenita observada pelos resultados de MEV e EBSD, sendo que a austenita recristalizada se apresenta com uma granulometria mais refinada quando comparada com a amostra 35% de redução da espessura.

No entanto, analisando a curva para as amostras com 66% de redução da espessura (pontos azuis), observa-se que a dureza decresce mais significativamente quando comparada com as outras reduções. Nota-se neste caso que a dureza decresceu em torno de 180 HV, ou seja, aproximadamente 35% da dureza inicial (510 HV). Os resultados obtidos na quantificação de fases para a amostras recozidas mostraram que a reversão da martensita em austenita ocorreu de maneira mais eficiente nas amostras com maior redução da espessura. Desta forma, pode-se inferir que a reversão da martensita em austenita contribui para o decréscimo da dureza, sendo que este se torna mais evidente quanto maior for o percentual de deformação acumulada na laminação a frio. No entanto, quando é feita a comparação da dureza apresentada pela amostra com 66% de redução da espessura recozida a 180 segundos com a amostra CR, nota-se que houve incremento na dureza uma

vez que a amostra TT_66_180 apresentou uma dureza de 326,16 HV contra 227,59 HV da amostra CR, ou seja, um ganho em torno de 100 HV. Isso pode estar associado ao fato da amostra TT_66_180 ter apresentado um tamanho de grão da ordem de 2 μm , bem inferior ao apresentado pela amostra CR que foi da ordem de 18 μm . Sendo assim, pode associar esse aumento da dureza em relação a condição CR ao refinamento de grão promovido durante o tratamento termomecânico.

5.3.8 Ultramicrodureza Instrumentada

A técnica de ultramicrodureza instrumentada foi empregada nas amostras do aço ASTM 201LN recozidas a 900 °C por 180 segundos, nas três reduções de 35%, 56% e 66%. O objetivo desta análise é obter uma melhor compreensão da transformação da reversão da martensita em austenita final do recozimento no material para as três reduções, quando comparada com os resultados obtidos no material de partida. Nesta análise foram extraídas as seguintes propriedades: DHT115-1 (Dureza dinâmica elasto-plástica), DHT115-2 (Dureza dinâmica plástica), Eit (Módulo de indentação), Hit (Dureza de indentação), Wt (Trabalho total), We (Trabalho elástico) e Wp (Trabalho plástico).

No Anexo E estão descritos os valores e na Figura 81 está exposta a evolução das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Hit e Eit, obtidas com carga aplicada 20 gf para as amostras TT_35_180, TT_56_180 e TT_66_180, juntamente com os valores para a amostra CR a título de comparação.

Analisando os resultados obtidos para as durezas dinâmica elasto-plástica (DHT115-1), dureza dinâmica plástica (DHT115-2) e dureza de indentação (Hit), nota-se um aumento dos valores obtidos para as amostras TT_35_180, TT_56_180 e um decréscimo para amostra TT_66_180, se aproximando em magnitude dos valores obtidos para a amostra CR. Este mesmo comportamento foi observado para o módulo de indentação (Eit). As propriedades DHT115-1 e DHT115-2, relacionadas as durezas dinâmicas elasto-plástica e plástica, respectivamente, Hit, relacionado a dureza da identificação que está associada ao início da deformação plástica, e o módulo Eit é influenciado pela dureza do material, que por sua vez é medido no descarregamento da carga aplicada durante a penetração do indentador, tendo seus valores associados ao retorno elástico com correspondência direta com a martensita formada em conjunto com a austenita não transformada, ao final do patamar de permanência do indentador na carga máxima. Desta forma, os resultados obtidos na análise de ultramicrodureza corroboram com os valores obtidos de dureza Vickers para estas amostras que mostraram que, decorrido os 180 s de recozimento, as amostras com 35% e 56% de redução apresentaram uma manutenção de suas durezas nas condições somente laminadas, observando-se somente uma perda de dureza em torno de 10% ao longo do recozimento. A análise da dureza Vickers também apontou que a amostra com 66% de redução apresentou uma menor dureza decorrido os 180 s de recozimento,

comparada as demais reduções. Para esta amostra o decréscimo de dureza foi em torno de 35% quando comparada a da condição somente laminada. Isso sugere que no final do recozimento, na amostra com 66% de redução houve uma recuperação microestrutural ao nível da amostra na condição como recebida.

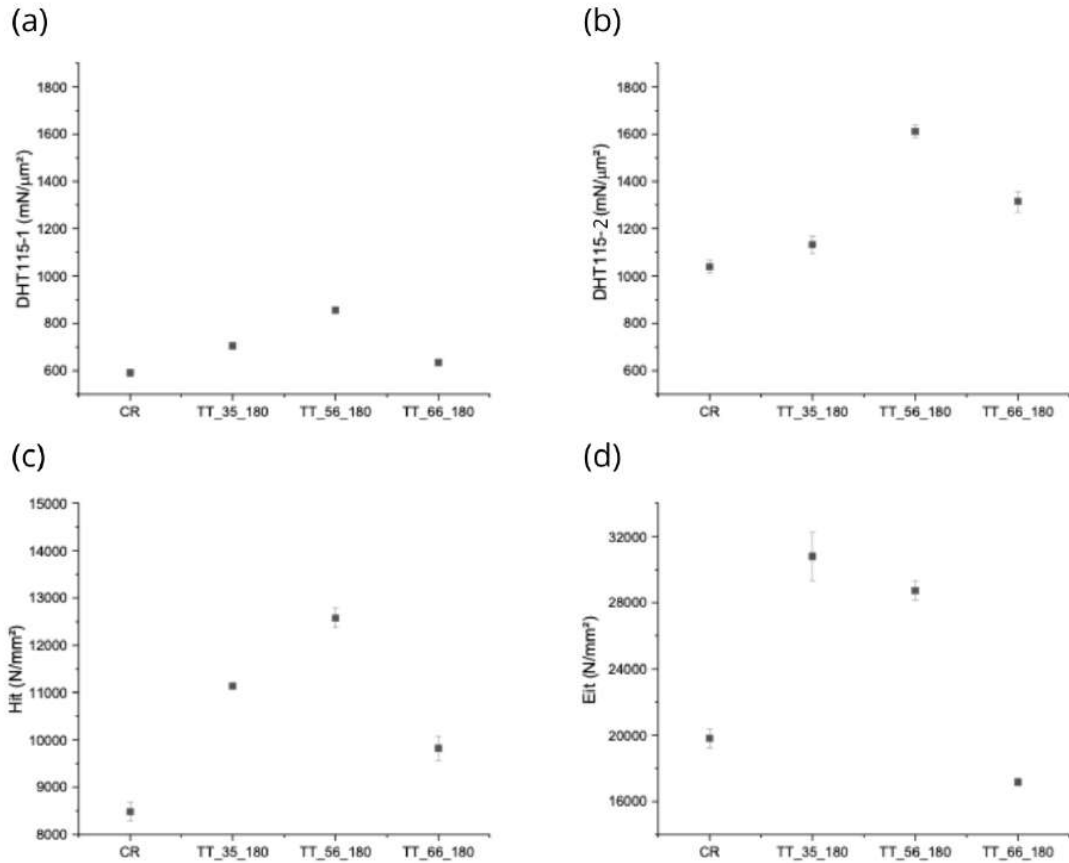


Figura 81 – Evolução das propriedades mecânicas de: DHT115-1 (a), DHT115-2 (b), Hit (c) e Eit (d) para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos.

Na Figura 82 está exposta a evolução do trabalho total (W_t), elástico (W_e) e trabalho plástico (W_p), e na Figura 83 as curvas de carregamento e descarregamento obtidas para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos.

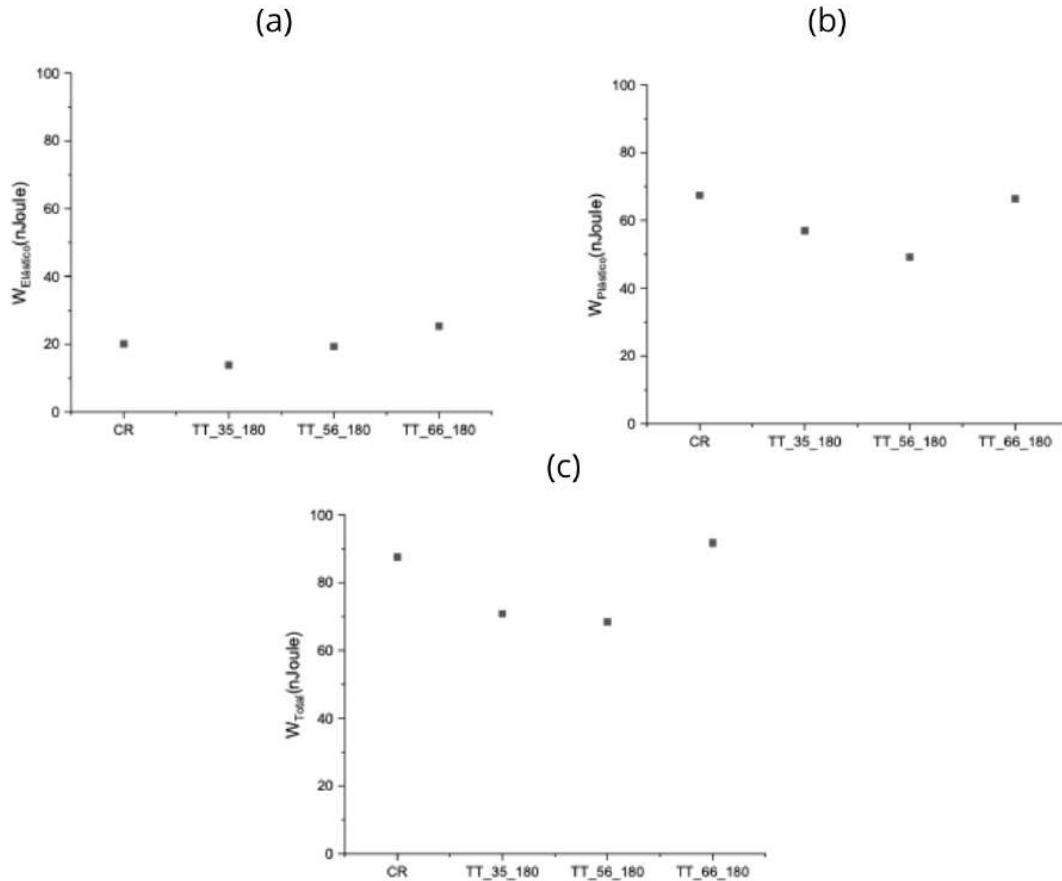


Figura 82 – Evolução dos trabalhos elástico (a), plástico (b) e total (c) para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos.

Observando a evolução dos trabalhos W_t , W_e e W_p para as três amostras avaliadas recozidas a a 900 °C por 180 segundos e comparando com os valores obtidos para a amostra CR nota-se, de maneira geral, um decréscimo dos valores para as amostras com 35% e 56% de redução em relação a amostra como recebida e a amostra com 66% de redução apresentou valores superiores as demais reduções e ligeiramente maior que os obtidos pela amostra CR. Desta forma, pode-se dizer que a amostra CR e a TT_66_180 apresentaram maiores áreas abaixo da curva de descarregamento (W_e) e entre as curvas de carregamento e descarregamento (W_p), após a aplicação do indentador e subsequente retorno elástico após a remoção do mesmo. Esse comportamento também pode ser observado no comportamento das curvas de carregamento e descarregamento (Figura 83), no qual as curvas obtidas para a amostra TT_66_180 apresentou uma profundidade de indentação maior, indicando que esta amostra possui uma dureza inferior em comparação as demais amostras. Essas observações corroboram com os demais resultados obtidos nesta análise de ultramicrodureza para as amostras recozidas, assim como os de macrodureza Vickers que demonstraram que após o recozimento a amostra TT_66_180 apresentou um dureza inferior as demais

amostras recozidas avaliadas. Por outro lado, quando se observa principalmente os aspectos da curva de carregamento das amostras selecionadas após recozimento (Figura 83) não se verifica de forma tão acentuada a mudança de declividade como observado para condição como recebida, o que pode ser atribuída a uma menor propensão ao efeito TRIP. Esta inferência corrobora com estudos anteriores conduzidos pelo grupo da Linha de Pesquisa em Materiais Metálicos do PPGCM/IME para este aço submetido a condições similares deste processamento termomecânico, em temperaturas de encharque inferiores, que exibiram frações menores de martensita formada quando submetidos a ensaios de tração uniaxial em comparação a condição como recebida (13, 12, 16)

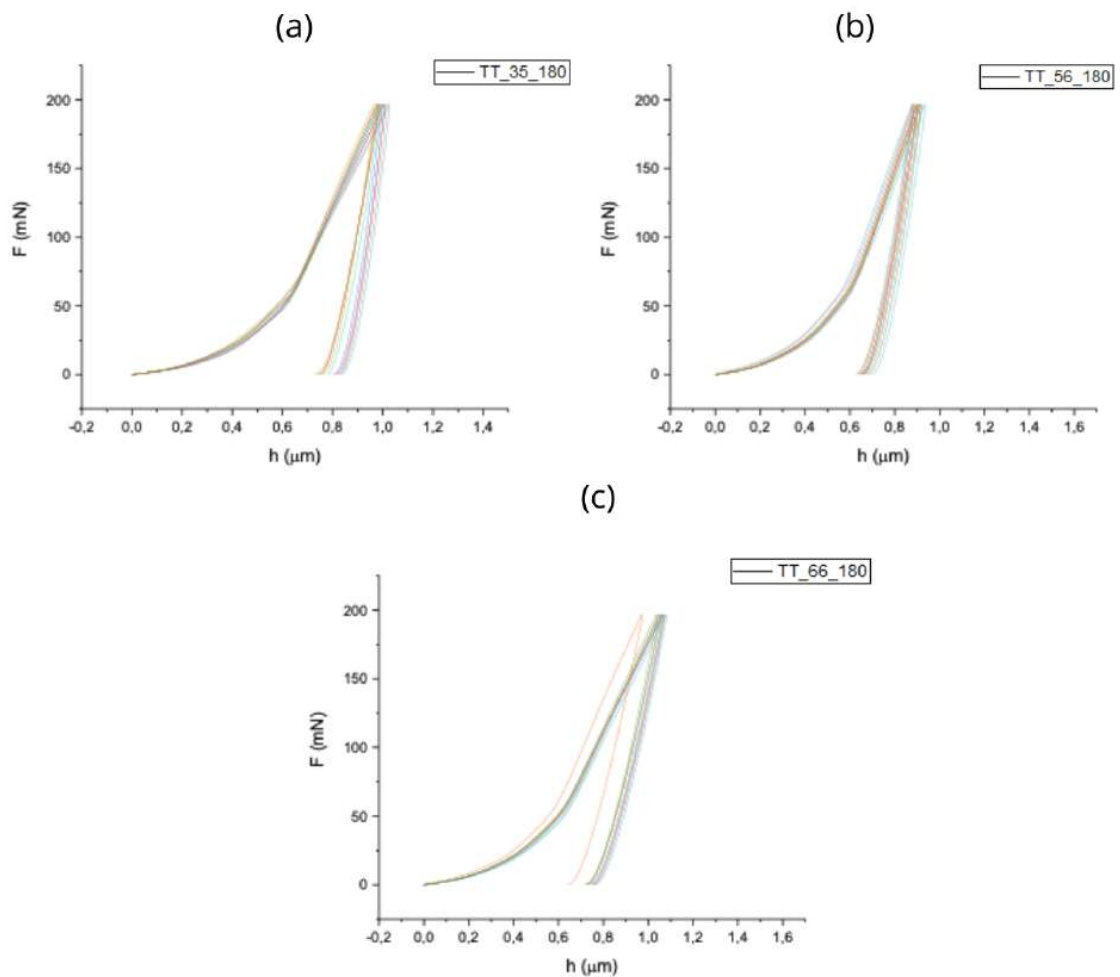


Figura 83 – Curvas de Força (mN) versus Profundidade (m) (carga máxima 20 gf/196,2 mN - carregamento e descarregamento) para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos, respectivamente: (a) TT_35_180, (b) TT_56_180 e (c) TT_66_180.

Analisando os resultados de ultramicrodureza obtidos nas amostras recozidas observa-se que, de modo geral, um significativo incremento nas propriedades mecânicas

que traduzem a resistência mecânica do aço ASTM 201LN em comparação aos resultados obtidos para amostra na condição como recebida (CR). Esses resultados demonstraram que existe uma forte influência do tamanho de grão para esta evolução na resistência mecânica. Os resultados obtidos nas análise de EBSD mostraram que amostra CR apresentou um tamanho de grão austenítico próximo de $18 \mu\text{m}$ e um TG de $2 \mu\text{m}$ para a amostra TT_66_180. Esses resultados fazem coerência com as observações feitas por MISRA e ZHANG (68), que ao realizarem ensaios de nanoindentação instrumentada no ASS's 301LN verificaram que este material após o recozimento (grãos nanométricos) apresentou uma dureza superior ao material no estado como recebido (grãos grosseiros).

6 CONCLUSÃO

Diante do estudo realizado nessa tese de doutorado sobre a evolução estrutural do aço ASTM 201LN, que visou avaliar o comportamento deste material durante o tratamento termomecânico adotado neste estudo, composto de laminação a frio seguido de recozimento a 900 °C entre 15 e 180 segundo de encharque, foi possível chegar às seguintes conclusões:

- A fração volumétrica de martensita α' induzida por deformação incrementou à medida que a deformação aumentava e, conseqüentemente, com o aumento da redução de espessura imposta durante a laminação a frio. Diante disso foi possível concluir que o processo de laminação adotado nesse estudo foi promissor em promover o efeito TRIP nesse aço;

- A densidade de discordâncias, tanto da austenita quanto da martensita α' , incrementaram de maneira geral com aumento da deformação a frio. No entanto foi observado que a partir da redução da espessura de 35% foi observada uma estabilização na introdução de discordâncias na fase austenita indicando uma saturação na transformação martensítica induzida por deformação, sendo que a partir desse ponto os grãos associados a fase martensítica passaram a acolher mais discordâncias com o progresso da laminação;

- A macrodureza Vickers incrementou com o aumento da deformação acompanhada do aumento da fração volumétrica de martensita α' . Isso indica que a presença de martensita α' na microestrutura desse material possui grande influência no aumento da dureza;

- A avaliação microestrutural por MEV das amostras laminada mostrou que com o aumento da deformação a microestrutura apresentou-se com mais evidências de regiões encruadas em conjunto ao aumento da presença de martensita nas amostras avaliadas;

- A cinética para reversão da martensita em austenita, com base na temperatura de encharque adotada (900°C) no recozimento, se mostrou mais promissora para as amostras com redução de espessura de 66%, em que foi possível obter após 180 segundos de recozimento uma reversão praticamente completa da austenita;

- Os resultados de EBSD mostraram que durante o processo de laminação a frio houve uma maior fragmentação da martensita para a redução da espessura de 66%, o que promoveu a formação da austenita com uma granulometria mais refinada com um tamanho de grão de 2 μm , bem inferior ao da amostra CR (18 μm);

- Após 180 segundos de encharque no recozimento, foi observado um decréscimo pouco significativo da dureza para as amostras com 35% e 56% de redução da espessura. No entanto, para a amostra com 66% de redução da espessura foi observada uma maior decréscimo da dureza. Porém, a dureza final obtida ainda foi superior a da amostra

CR, sendo que isso pode ser atribuído ao refinamento grão obtido durante o tratamento termomecânico;

- Os resultados obtidos nas análises de macrodureza e de ultramicrodureza indicaram um aumento significativo na resistência mecânica do aço ASTM 201LN após o tratamento termomecânico. Esse incremento foi atribuído ao refinamento do grão austenítico em função da aplicação do tratamento térmico de recozimento.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o efeito do percentual de deformação em faixas de deformação total acima e abaixo da deformação acumulada máxima avaliada no presente trabalho, com isto verificar a partir de qual redução acumulada o potencial para reversão e recristalização torna-se semelhante.

- Realizar ensaios de tração concomitantemente com a técnica de ferritoscopia com o intuito de observar a formação da martensita em função da deformação resultante, comparando as amostras austeníticas nas condições como recebida e recozidas do presente estudo, de forma a avaliar a ocorrência do efeito TRIP;

- Conduzir análises de EBSD e MET nas condições de tempos intermediários de encharque no recozimento de modo a observar a evolução estrutural da estrutura mista de austenita e martensita quanto a ocorrência dos processos de recuperação e recristalização da estrutura encruada da austenita, como também da reversão da martensita em austenita, a fim de compreender a sequência de transições estruturais que resulta em uma microestrutura completamente austenítica ao final do processo de recozimento para reversão do Aço ASTM 201LN nas condições do processamento termomecânico adotado nesta Tese de Doutorado;

- Avaliar o comportamento balístico do aço ASTM 201LN no estado austenítico, quando recozido em condições para recristalização completa (1050 °C) em comparação as condições do processamento termomecânico do presente estudo.

REFERÊNCIAS

- 1 TALONEN, J.; et al. Effect of strain rate on the strain-induced γ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 36, p. 421–432, 2005.
- 2 GORNI, A. A. *Aços avançados de alta resistência: Microestrutura e propriedades mecânicas*. [S.l.]: Corte & Conformação de Materiais, 2008.
- 3 FORUM, I. I. *Stainless Steel in Figures 2021*. [S.l.: s.n.], 2021.
- 4 OUTOKUMPU. *Handbook of Stainless Steel*. [S.l.: s.n.], 2013.
- 5 CHARLES, J.; MITHIEUX, J.D.; SANTACREU, P.O. The ferritic stainless steel family: the appropriate answer to nickel volatility? *Science and Market*, v. 6, p. 703–717, 2008.
- 6 MOALLEMI, M.; et al. Deformation-induced martensitic transformation in a 201 austenitic steel: the synergy of stacking fault energy and chemical driving force. *Materials Science and Engineering*, v. 653, p. 147–152, 2016.
- 7 FILHO, I. R. S. Effects of strain-induced martensite and its reversion on the magnetic properties of aisi 201 austenitic stainless steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 419, p. 156–165, 2016.
- 8 ZACKAY, F.; PARKER, E. R. The Enhancement of Ductility in High-Strength Steels. *Transactions of the ASM*, v. 60, p. 252, 1967.
- 9 SHIRDEL, M.; MIRZADEH, H.; PARSA, M. H. Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect. *Materials Characterization*, v. 103, p. 150 – 161, 2015.
- 10 HAMADA, A. S.; KISKO, A. P. Microstructural development due to long-term aging and ion irradiation behavior in weld metals of austenitic stainless steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 628, p. 154–159, jan 2015.
- 11 ODNOBOKOVA, M.; Yanushkevich, Z. The Strength of a 316L-Type Stainless Steel Subjected to Cold or Warm Rolling Followed by Annealing. *Materials*, v. 13, 2020.
- 12 ALVES, Y. M. S. *Reversão da transformação martensítica em aço inoxidável austenítico ASTM 201LN laminado a frio*. Dissertação (Mestrado) — Instituto Militar de Engenharia, 2020.
- 13 SOUZA, C. O. *Desenvolvimento de Estruturas de Grãos Ultrafinos em Aço inoxidável ASTM 201LN Via Múltiplas Etapas de Laminação a Frio e Recozimento para Reversão*. Dissertação (Mestrado) — Instituto Militar de Engenharia, 2019.
- 14 CRUZ, R. B. D. *Influência do tratamento termomecânico de reversão martensítica nas propriedades de um aço inoxidável austenítico 201LN deformado via ECAP*. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia,, 2019.

- 15 DA SILVA, C.S. Formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN. Dissertação (Mestrado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro – RJ, 2017.
- 16 MORAES, N. C. *Soldagem a laser Yb:fibra do aço inoxidável austenítico ASTM 201 LN com efeito TRIP submetido a processamento termomecânico para reversão*. Tese (Doutorado) — IME, 2020.
- 17 STEELS, S. *An Introduction and Their Recent Developments*. [S.l.: s.n.], 2012.
- 18 HANDBOOK, A. S. *Stainless Steels*. [S.l.]: ASM International, Materials Park, 1994.
- 19 SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R.; Aços e Ligas Especiais. [S.l.]: Metals Park, 2006.
- 20 PADILHA, A.F.; GUEDES, L.C. Aços inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades. *ISIJ International*, v. 43, p. 135–143, 2003.
- 21 PARR, J. G.; HANSON, A. An Introduction to Stainless Steel. Ohio: ASM International: Metals Park, 1966. v. 1.
- 22 PRODUTOS., A. I. B. T. C. de. <http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/11/cat-amib.pdf>, 2011.
- 23 SHEN, Y.; et al. Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*, v. 555, 2012.
- 24 FUNAKUBO, H.; KENNEDY, J. Shape memory alloys. [S.l.]: Gordon and Breach, 1987.
- 25 NISHIYAMA, N. *Martensitic Transformation*. [S.l.]: Academic Press, Inc., 1978.
- 26 BHADESHIA, H. *Worked examples in the Geometry of Crystal*. [S.l.]: The Institute of Metals, 2001. v. 2^a ed.
- 27 WAYMAN, C.; BHADESHIA, H. Phase transformations, nondiffusive. *Physical Metallurgy*, p. 1507–1554, 1996.
- 28 KELLY, P. M.; NUTTING, J. The Martensite Transformation in Carbon Steels. *Mathematical and Physical*, v. 259, n. 1296, p. 45–58, 1960.
- 29 WAYMAN, C. Phase transformations, nondiffuse. *Physical Metallurgy of Steel*, v. 2, 1996.
- 30 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. Shape Memory Materials. *Cambridge University Press*, 1998.
- 31 DATTA, K.; et al. A low-temperature study to examine the role of épsilon martensite during strain-induced transformations in metastable austenitic stainless steels,. *Acta Materialia*, v. 57, p. 3321–3326, 2009.
- 32 JUNG, Y.S; et. al. Effect of grain size on strain- induced martensitic transformation start temperature in an ultrafine grained metastable austenitic steel,. *Metals and Materials Internations*, v. 17, p. 553–556, 2011.

- 33 COHEN, M.; WAYMAN, M.C. Fundamentals of Martensitic Reactions. *US-China Bilateral Metallurgy Conference: Treatises in Metallurgy*, 1981.
- 34 OLSON, G. B.; COHEN, M. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. [S.l.]: *Journal of the Less Common Metals*, 1972. v. 28. (1, v. 28).
- 35 ANGEL, T. Formation of martensite in austenitic stainless steels. *Journal of Iron and Steels Institute*, v. 177, p. 165–174, jan 1954.
- 36 CINA, B. Effect of cold work on the ' transformation in some fe-ni-cr alloys. *Journal of the Iron and Steel Institute*, v. 177, n. 8, p. 406–422, 1954.
- 37 ANDRADE-CAMPOS, A.; TEIXEIRA-DIAS, F.; Effect of Strain Rate, Adiabatic Heating and Phase Transformation Phenomena on the Mechanical Behaviour of Stainless Steel. *Strain*, v. 46, p. 283–297, 2010.
- 38 OLSON, G. B.; COHEN, M. Kinetics of nucleation strain-induced martensitic. [S.l.]: *Metall. Mater.*, 1975. v. 6.
- 39 PADILHA, A. *Materiais de engenharia - microestrutura e propriedades*. [S.l.]: Hemus, 1975. v. 6.
- 40 CAHN, R.W.; HAASEN, P. *Physical Metallurgy*. [S.l.]: North Holland, 1996.
- 41 BAIN, E.C.; PAXTON, H.W. *Alloying elements in steel*. Ohio: Metals Park, 1996. v. 2^a ed.
- 42 VITOS, L.; NILSSON, J.O.; JOHANSSON, B. Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory. *Acta Mater*, v. 54, p. 3821–3826, 2006.
- 43 HAMADA, A.; et al. Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two Cr–Mn grade austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, v. 559, p. 336–344, jan 2013.
- 44 HEDAYATI, et al. The effect of cold rolling regime on microstructure and mechanical properties of AISI 304L stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 210, n. 8, p. 1017–1022, jun 2010.
- 45 PINTO, H. *Effect of temperature and environment on the deformation mechanisms of austenitic steels during cryogenic wear*. Tese (Doutorado) — Technische Universität Berlin,, Berlin, Germany, 2005.
- 46 NAGY, E.; et al. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 387–389, p. 873–881, 2004.
- 47 TOURKI, Z. B. H. S. H. The kinetic of induced martensitic formation and its effect on forming limit curves in the aisi 304 stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 166, p. 330–336, 2005.
- 48 KHATAK, H. S; RAJ, B. Corrosion of austenitic stainless steels: Mechanism, mitigation and monitoring. *Materials Park, ASM international*, p. 19–26, 2002.

- 49 DIETER, G. *Mechanical Metallurgy*. [S.l.]: New York McGraw Hill, 1976. v. 2° ed.
- 50 PADILHA, A. F.; SICILIANO JUNIOR, F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. [S.l.]: Associação Brasileira de metalurgia e Materiais, 2005.
- 51 HEDSTRÖM, P.; et al. Elastic strain evolution and -martensite formation in individual austenite grains during in situ loading of a metastable stainless steel. *Materials Letters*, v. 62.2, p. 338–340, jan 2008.
- 52 KISKO, A; et al. The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15Cr–9Mn–Ni–Cu stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2013.
- 53 CHOI, J.Y.; JIN, W. Strain induced martensite formation and its effect on strain hardening behavior in the cold drawn 304 austenitic stainless steels. *Scripta Materialia*, v. 36.1, p. 99–104, 1997.
- 54 CHIAVERINI, V. *Aços e ferros fundidos*. [S.l.]: Abm, 1979.
- 55 TIER, M. A. D. *Avaliação da resistência ao desgaste do aço AISI M2 nitretado a plasma*. Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1998.
- 56 COSTA, A. L. de M. Processos de conformação de metais por deformação plástica severa: Desafios e oportunidade. [S.l.: s.n.], 2010.
- 57 VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in materials science, Elsevier*, v. 51, n. 7, p. 881–981, 2006.
- 58 VINCENTIS, N. D.; et al. Evaluation of microstructure anisotropy on room and medium temperature ecap deformed f138 steel. *Materials Characterization, Elsevier*, v. 107, p. 98–111, 2015.
- 59 MIYAMOTO, H. Corrosion of ultrafine grained materials by severe plastic deformation, an overview. *MATERIALS TRANSACTIONS, The Japan Institute of Metals and Materials*, v. 57, n. 5, p. 559–572, 2016.
- 60 ROLLET, A.; WRIGHT, S. Texture and anisotropy. Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties,. [S.l.]: Cambridge University Press, 1998.
- 61 NOHARA, K.; ONO, Y; OHASHI, N. Composition and grain size dependencies of strain induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steel. *Iron Steel Inst.*, v. 63, p. 212–222, 1977.
- 62 RAJASEKHARA, S; FERREIRA, P.J. Martensite → austenite phase transformation kinetics in an ultrafine-grained metastable austenitic stainless steel. *Acta Mater*, v. 59, p. 738–748, 2011.
- 63 BBELYAKOV, A.; ODNOBOKOVA, M. Microstructural Evolution and Strengthening of Stainless Steels During Cold Rolling. *Springer Nature Singapore*, 2018.
- 64 TAKAKI, S. T. K. U. S. Effect of induced pre-cold-working on diffusional reversion of deformation martensite in metastable austenitic stainless steel. *ISIJ Int*, v. 34, p. 522–527, 1994.

- 65 TOMIMURA, K.; TAKAKI, S.; TOKUNAGA, Y. Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless steels. *Isij International*, v. 31, n. 12, p. 1431–1437, 1991.
- 66 TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HÄNNINEN, H. Comparison of different methods for measuring strain induced ϵ -martensite content in austenitic steels. *Materials Science and Technology*, v. 20, p. 1506–1511, 2004.
- 67 TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M. Deformation induced martensitic transformation in a 201-modified austenitic stainless steel. *Materials Characterization*, v. 60, p. 907–911, 2009.
- 68 BEHJATI, P.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A. Application of martensitic transformation fundamentals to select appropriate alloys for grain refining through martensite thermomechanical treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 44, n. 8, p. 3524–3531, 2013.
- 69 RAABE, D. Texture and microstructure evolution during cold rolling of a strip cast and of a hot rolled austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, v. 45, n. 3, p. 1137–1151, 1997.
- 70 VERBEKEN, K.; CAENEGEM, N. V.; RAABE, D. Identification of ϵ martensite in a Fe-based shape memory alloy by means of EBSD. *Micron*, v. 40, p. 151–156, 2009.
- 71 MISRA, R.D.K.; NAYAK, S. Nanograined/Ultrafine-grained structure and tensile deformation behavior of shear phase reversion-induced 301 austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*, v. 41A, p. 2162–217, 2010.

ANEXO A – NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS

Condição de Processamento	Redução acumulada (%)	Tempo de recozimento (s)	Nomenclatura Final
Como Recebida	0	N/A	CR
Laminada a frio	5,8	N/A	LF_6
	12,2		LF_12
	18,2		LF_18
	24,3		LF_24
	31,7		LF_32
	34,6		LF_35
	39,3		LF_39
	45		LF_45
	56,4		LF_56
	57,6		LF_58
	62,4		LF_62
	65,7		LF_66
Recozida	34,6	60	TT_35_60
		75	TT_35_75
		90	TT_35_90
		105	TT_35_105
		120	TT_35_120
		135	TT_35_135
		150	TT_35_150
		165	TT_35_165
		180	TT_35_180
	56,4	60	TT_56_60
		75	TT_56_75
		90	TT_56_90
		105	TT_56_105
		120	TT_56_120
		135	TT_56_135
		150	TT_56_150
	65,7	165	TT_56_165
		180	TT_56_180
		60	TT_66_60
		75	TT_66_75
		90	TT_66_90
		105	TT_66_105
		120	TT_66_120
		135	TT_66_135
150	TT_66_150		
165	TT_66_165		
180	TT_66_180		

Figura 84 – Nomeclatura adotada para as amostras estudadas nessa tese de doutorado.

ANEXO B – VALORES REFERENTES A QUANTIFICAÇÃO DE FASES

Tabela 8 – Percentuais de martensita obtidos na quantificação de fases por ferritoscopia com os respectivos erros e pelo refinamento de Rietveld com os valores do ajuste GOF (Goodness of fit) que resultaram no gráfico da Figura 50.

Amostra	Ferritoscopia	Erro	Refinamento de Rietveld	GOF
CR	0,98%	±0,05	–	–
LF_6	1,11%	±0,07	3,03%	1,237
LF_12	2,55%	±0,11	3,73%	1,442
LF_18	6,24%	±0,28	5,53%	1,116
LF_24	9,79%	±0,43	10,49%	1,260
LF_32	16,56%	±0,42	18,41%	1,552
LF_35	18,74%	±0,27	21,14%	1,514
LF_39	22,56%	±0,54	25,72%	1,440
LF_45	24,58%	±0,36	27,97%	1,085
LF_56	32,52%	±0,37	32,74%	1,310
LF_58	32,28%	±0,75	33,41%	1,417
LF_62	36,04%	±0,68	35,21%	1,470
LF_66	40,43%	±0,67	37,74%	1,136

Tabela 9 – Valores obtidos da quantificação de fases por ferritoscopia com os respectivos erros para as amostras recozidas 900 °C com distintos tempos de encharque (a partir das reduções de 35, 56 e 66%) que resultaram no gráfico da Figura 70.

Amostra	Martensita (%)	Erro	Amostra	Martensita (%)	Erro	Amostra	Martensita (%)	Erro
TT_35_15	18,70	0,23	TT_56_15	29,58	0,38	TT_66_15	39,6	0,43
TT_35_30	17,75	0,21	TT_56_30	28,50	0,33	TT_66_30	31,3	0,39
TT_35_45	17,55	0,26	TT_56_45	27,40	0,37	TT_66_45	26,6	0,33
TT_35_60	16,61	0,22	TT_56_60	25,82	0,35	TT_66_60	12,05	0,23
TT_35_75	16,65	0,27	TT_56_75	26,82	0,32	TT_66_75	8,95	0,28
TT_35_90	15,47	0,24	TT_56_90	22,71	0,28	TT_66_90	6,27	0,21
TT_35_105	14,27	0,21	TT_56_105	17,85	0,27	TT_66_105	4,82	0,18
TT_35_120	12,62	0,19	TT_56_120	14,92	0,21	TT_66_120	3,91	0,10
TT_35_135	11,1	0,24	TT_56_135	10,92	0,25	TT_66_135	3,75	0,12
TT_35_150	5,27	0,17	TT_56_150	6,75	0,18	TT_66_150	1,78	0,05
TT_35_165	5,22	0,19	TT_56_165	5,35	0,19	TT_66_165	1,80	0,07
TT_35_180	5,29	0,18	TT_56_180	5,97	0,16	TT_66_180	1,75	0,05

Tabela 10 – Valores obtidas da quantificação de fases pelo refinamento de Rietveld com os respectivos valores de GOF para as amostras recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque (a partir das reduções de 35, 56 e 66%) que resultaram no gráfico da Figura 70.

Amostra	Martensita (%)	GOF	Amostra	Martensita (%)	GOF	Amostra	Martensita (%)	GOF
TT_35_15	20,84	1,513	TT_56_15	30,14	1,217	TT_66_15	35,97	1,436
TT_35_30	19,23	1,237	TT_56_30	28,35	1,349	TT_66_30	32,01	1,257
TT_35_45	18,82	1,435	TT_56_45	26,13	1,356	TT_66_45	23,43	1,478
TT_35_60	17,98	1,261	TT_56_60	24,83	1,478	TT_66_60	12,89	1,346
TT_35_75	16,13	1,378	TT_56_75	24,45	1,516	TT_66_75	7,76	1,459
TT_35_90	15,05	1,479	TT_56_90	18,90	1,431	TT_66_90	6,89	1,367
TT_35_105	14,78	1,576	TT_56_105	16,14	1,267	TT_66_105	4,98	1,563
TT_35_120	11,36	1,438	TT_56_120	15,34	1,318	TT_66_120	4,05	1,345
TT_35_135	9,50	1,256	TT_56_135	11,32	1,456	TT_66_135	3,19	1,548
TT_35_150	7,82	1,178	TT_56_150	8,15	1,379	TT_66_150	1,96	1,279
TT_35_165	6,15	1,465	TT_56_165	6,23	1,578	TT_66_165	–	–
TT_35_180	5,97	1,563	TT_56_180	4,86	1,364	TT_66_180	–	–

ANEXO C – VALORES REFERENTES A DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS

Tabela 11 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras laminadas a frio que resultaram no gráfico da Figura 52.

Amostra	Deformação verdadeira	Austenita (m⁻²)	Martensita (m⁻²)
CR	0	0,56E+14	–
LF_6	0,06	1,38E+14	0,27E+14
LF_12	0,13	1,42E+14	0,27E+14
LF_18	0,20	2,47E+14	3,04E+14
LF_24	0,28	3,13E+14	4,43E+14
LF_32	0,38	3,12E+14	6,00E+14
LF_35	0,42	4,64E+14	7,08E+14
LF_39	0,50	4,66E+14	7,20E+14
LF_45	0,58	4,71E+14	8,32E+14
LF_56	0,83	4,84E+14	8,58E+14
LF_58	0,86	5,49E+14	8,60E+14
LF_62	0,97	5,24E+14	9,56E+14
LF_66	1,07	5,86E+14	1,01E+15

Tabela 12 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque a partir da redução de 35% que resultaram no gráfico da Figura 71. .

Amostra	Austenita (m⁻²)	Martensita (m⁻²)
TT_35_15	4,45E+14	7,44E+14
TT_35_30	4,22E+14	7,34E+14
TT_35_45	4,41E+14	7,36E+14
TT_35_60	3,08E+14	6,65E+14
TT_35_75	2,69E+14	6,11E+14
TT_35_90	2,03E+14	6,28E+14
TT_35_105	2,59E+14	5,36E+14
TT_35_120	1,62E+14	5,24E+14
TT_35_135	1,58E+14	4,35E+14
TT_35_150	1,30E+14	4,76E+14
TT_35_165	1,52E+14	3,92E+14
TT_35_180	1,73E+14	2,07E+14

Tabela 13 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque a partir da redução de 56% que resultaram no gráfico da Figura 71.

Amostra	Austenita (m⁻²)	Martensita (m⁻²)
TT_56_15	3,28E+14	7,00E+14
TT_56_30	2,96E+14	6,20E+14
TT_56_45	2,96E+14	6,75E+14
TT_56_60	2,46E+14	6,75E+14
TT_56_75	2,37E+14	6,56E+14
TT_56_90	1,19E+14	6,98E+14
TT_56_105	1,67E+14	5,09E+14
TT_56_120	9,10E+13	5,24E+14
TT_56_135	9,21E+13	4,77E+14
TT_56_150	8,11E+13	4,62E+14
TT_56_165	7,85E+13	3,80E+14
TT_56_180	6,85E+13	2,16E+14

Tabela 14 – Densidade de discordâncias obtida pelo método CMWP para as amostras recozidas a 900 °C com distintos tempos de encharque a partir da redução de 66% que resultaram no gráfico da Figura 71.

Amostra	Austenita (m⁻²)	Martensita (m⁻²)
TT_66_15	3,13E+14	1,01E+15
TT_66_30	2,14E+14	1,01E+15
TT_66_45	1,62E+14	5,35E+14
TT_66_60	1,99E+14	5,72E+14
TT_66_75	1,09E+14	4,45E+14
TT_66_90	1,37E+14	3,91E+14
TT_66_105	1,19E+14	3,32E+14
TT_66_120	7,09E+13	3,55E+14
TT_66_135	3,66E+13	3,15E+14
TT_66_150	3,66E+13	1,89E+14
TT_66_165	3,45E+13	–
TT_66_180	3,71E+13	–

ANEXO D – VALORES REFERENTES A A MACRODUREZA VICKERS

Tabela 15 – Resultados de macrodureza Vickers obtido para as amostras laminadas a frio do aço ASTM 201LN que resultaram no gráfico da Figura 59.

Amostra	Dureza (HV)	Erro	Amostra	Dureza (HV)	Erro
LF_6	242,89	±2,15	LF_39	437,08	±5,03
LF_12	279,89	±3,52	LF_45	456,29	±4,04
LF_18	319,52	±3,66	LF_56	475,44	±5,24
LF_24	377,38	±4,88	LF_58	490,29	±4,57
LF_32	417,05	±4,42	LF_62	494,77	±3,98
LF_35	422,58	±5,19	LF_66	509,92	±2,98

Tabela 16 – Resultados de macrodureza Vickers obtido para as amostras recozidas a 900 °C, com distintos tempos de encharque (a partir das reduções de 35, 56 e 66%), do aço ASTM 201LN que resultaram no gráfico da Figura 79.

Amostra	Dureza (HV)	Erro	Amostra	Dureza (HV)	Erro	Amostra	Dureza (HV)	Erro
TT_35_15	420,54	±5,73	TT_56_15	472,07	±3,62	TT_66_15	510,34	±4,67
TT_35_30	418,13	±6,44	TT_56_30	473,99	±4,73	TT_66_30	482,55	±3,81
TT_35_45	411,92	±4,20	TT_56_45	472,31	±3,20	TT_66_45	477,56	±3,83
TT_35_60	415,37	±5,70	TT_56_60	473,26	±2,85	TT_66_60	461,63	±4,07
TT_35_75	406,53	±4,94	TT_56_75	473,64	±4,74	TT_66_75	446,49	±4,47
TT_35_90	408,07	±4,36	TT_56_90	464,86	±5,06	TT_66_90	431,53	±3,16
TT_35_105	402,41	±6,67	TT_56_105	461,98	±2,38	TT_66_105	412,86	±4,14
TT_35_120	386,33	±4,93	TT_56_120	444,45	±2,59	TT_66_120	387,48	±4,49
TT_35_135	387,51	±5,78	TT_56_135	438,11	±3,75	TT_66_135	350,48	±3,26
TT_35_150	374,42	±3,84	TT_56_150	431,75	±4,85	TT_66_150	323,54	±4,70
TT_35_165	379,42	±4,66	TT_56_165	430,8	±5,03	TT_66_165	325,9	±4,07
TT_35_180	379,01	±3,77	TT_56_180	430,68	±4,20	TT_66_180	326,16	±3,67

ANEXO E – VALORES REFERENTES A ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA

Tabela 17 – Valores das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Eit, Hit obtidos para a amostra CR que resultaram nos gráficos da Figura 44.

Posição relativa	DHT115-1 (mN/mm ²)	DHT115-2 (mN/mm ²)	Hit (N/mm ²)	Eit (N/mm ²)
1/4	595,99 ±12,09	1037,39 ±26,67	8496,32 ±192,04	20115 ±628,88
1/2	622,85 ±14,98	1041,67 ±25,34	8621,19 ±225,83	23542 ±667,58
3/4	553,82 ±8,78	1038,25 ±27,02	8319,37 ±177,00	15758 ±411,57

Tabela 18 – Valores dos trabalhos total (Wt), elástico (We) e trabalho plástico (Wp), obtidos para a amostra CR que resultaram nos gráficos da Figura 45.

Posição relativa	W total	W elástico	W plástico
1/4	84,32 ±0,79	65,73 ±0,73	18,59 ±0,66
1/2	85,25 ±1,35	66,24 ±1,26	19,01 ±0,63
3/4	92,95 ±0,78	70,27 ±0,86	22,68 ±0,44

Tabela 19 – Valores das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Eit, Hit obtidos para as amostras laminadas a frio que resultaram nos gráficos da Figura 60.

Amostra	DHT115-1 (mN/mm ²)	DHT115-2 (mN/mm ²)	Hit (N/mm ²)	Eit (N/mm ²)
CR	590,89 ±11,95	1039,10 ±26,35	8474,96 ±198,29	19805 ±569,34
LF_35	757,35 ±21,07	1470,35 ±43,41	10363,82 ±340,44	21658,88 ±700,00
LF_56	781,09 ±22,20	1731,96 ±103,73	12299,92 ±591,86	22400 ±992,50
LF_66	804,1 ±12,61	1720,96 ±109,91	13296,17 ±284,23	27544 ±1265,335

Tabela 20 – Valores dos trabalhos total (Wt), elástico (We) e trabalho plástico (Wp), obtidos para as amostras laminadas a frio que resultaram nos gráficos da Figura 61.

Amostra	W total	W elástico	W plástico
CR	87,51 ±0,98	67,41 ±0,95	20,09 ±20,09
LF_35	79,98 ±2,67	63,97 ±2,43	16,01 ±1,55
LF_56	75,82 ±1,51	59,40 ±0,91	16,41 ±0,84
LF_66	72,43 ±0,75	55,88 ±1,23	16,54 ±1,05

Tabela 21 – Valores das propriedades DHT115-1, DHT115-2, Eit, Hit obtidos para as amostras recozidas a 900°C por 180 segundos que resultaram nos gráficos da Figura 81.

Amostra	DHT115-1 (mN/mm²)	DHT115-2 (mN/mm²)	Hit (N/mm²)	Eit (N/mm²)
CR	590,89 ±11,95	1039,10 ±26,35	8474,96 ±198,29	19805 ±569,34
TT_35_180	704,52 ±7,90	1132,39 ±35,76	11320,39 ±35,76	30794 ±1451,86
TT_56_180	855,02 ±10,33	1612,30 ±28,53	12574,74 ±204,64	28737 ±581,25
TT_66_180	581,25 ±12,46	1314,92 ±43,44	9819,54 ±258,58	17164 ±196,86

Tabela 22 – Valores dos trabalhos total (Wt), elástico (We) e trabalho plástico (Wp), obtidos para as amostras recozidas a 900 °C por 180 segundos que resultaram nos gráficos da Figura 82.

Amostra	W total	W elástico	W plástico
CR	87,51 ±0,98	67,41 ±0,95	20,09 ±20,09
TT_35_180	70,84 ±0,57	56,99 ±0,58	13,84 ±1,55
TT_56_180	68,42 ±0,45	49,15 ±0,29	19,26 ±0,84
TT_66_180	91,74 ±1,20	66,39 ±0,43	25,34 ±1,05