

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

YURI MIKAEL DOS SANTOS ALVES

**REVERSÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇO
INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ASTM 201LN LAMINADO A FRIO**

**RIO DE JANEIRO
2020**

YURI MIKAEL DOS SANTOS ALVES

REVERSÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇO
INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ASTM 201LN LAMINADO A FRIO

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

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula, D.SC.
Renato Batista da Cruz, D.SC.

Rio de Janeiro

2020

©2020

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).

Alves, Yuri Mikael dos Santos.

Reversão da transformação martensítica em aço inoxidável austenítico ASTM 201LN laminado a frio / Yuri Mikael dos Santos Alves. – Rio de Janeiro, 2020.
121 f.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula e Renato Batista da Cruz.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2020.

1. Aço inoxidável austenítico ASTM 201LN. 2. Laminação a frio. 3. Martensita α' . 4. Efeito TRIP. 5. Recozimento para reversão. 6. Refinamento de grão.
i. Paula, Andersan dos Santos (orient.) ii. Cruz, Renato Batista da (orient.) iii.
Título

YURI MIKAEL DOS SANTOS ALVES

**REVERSÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA
EM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ASTM 201LN
LAMINADO A FRIO**

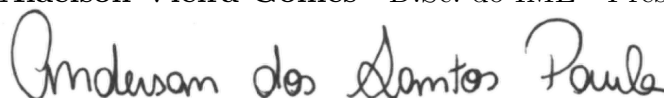
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula.

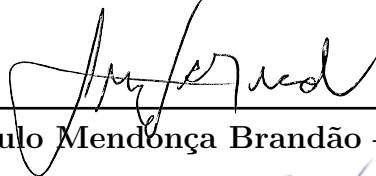
Aprovado em Rio de Janeiro, 27 de Outubro de 2020, pela seguinte banca examinadora:



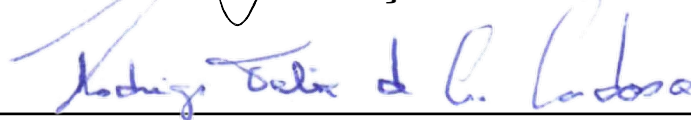
Prof. **Alaelson Vieira Gomes** - D.Sc. do IME - Presidente



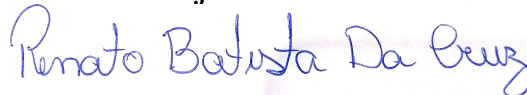
Prof^a. **Andersan Dos Santos Paula** - D.Sc. do IME - Orientadora



Prof. **Luiz Paulo Mendonça Brandão** - D.Sc. do IME



Prof. **Rodrigo Felix de Araujo Cardoso** - D.Sc. da UERJ e CBPF



Pesquisador **Renato Batista da Cruz** - D.Sc. da Gerdau - Coorientador

Rio de Janeiro

2020

RESUMO

O aço inoxidável austenítico (AIA) tem se destacado nas últimas décadas devido a sua grande resistência à corrosão, ductilidade, boa soldabilidade e excelentes propriedades mecânicas oriundas do efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação). Uma possível solução para ampliar a gama de aplicação dos AIAs há algumas décadas atrás, foi desenvolver com composição química em que todo ou parte do Ni é substituído por outros elementos estabilizantes da austenita (série 200), em especial o Mn que possui menor valor de mercado, associado ou não ao efeito combinado com o N, porém esses aços possuem um expoente de encruamento elevado em comparação aos da série 300, dificultando algumas operações de conformação. O material objeto de estudo nesta dissertação de mestrado foi o aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, condição como recebida laminada a quente e recozida a 1050 °C em escala industrial, quando submetido a um processamento termomecânico visando a partir da laminação a frio a temperatura ambiente e recozimento para reversão no tempo máximo de encharque de 180 s. Tendo como objetivo obter um refinamento microestrutural com homogeneidade na distribuição no tamanho de grão austenítico e conseqüentemente um incremento da resistência mecânica sem prejuízos a ductilidade. Com o intuito de se definir a rota de processamento para atendimento do objetivo de estudo, foram monitoradas tanto a formação de martensita por difração de Raios X (DRX), como da evolução da reversão da martensita em austenita por ferritoscopia e da propriedade mecânica macrodureza Vickers em amostras laminadas a temperatura ambiente com 3 reduções acumuladas distintas (34,6; 56,5 e 65,7%) e tempos de encharque no recozimento entre 15 e 180 s a 850 °C. Sendo assim selecionada para uma avaliação detalhada a condição de recozimento a 850 °C por 180 s a partir de 65,7% de deformação acumulada na laminação por ter maior reversão com 6,97% de martensita α' retida e dureza Vickers superior a condição como recebida. Tal caracterização detalhada foi apoiada por resultados das análises do comportamento mecânico via tração uniaxial a temperatura ambiente, com avaliação quanto aos coeficientes de anisotropia planar e normal e fração de martensita formada até o limite de resistência a tração (LRT) via ferritoscopia, como também da caracterização estrutural via microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e DRX. Com isto, pode-se observar nesta condição recozida um limite de escoamento significativamente superior (36%) ao apresentado pela condição como recebida, mas com manutenção da ductilidade, limite de resistência a tração, coeficiente de anisotropia planar e normal e do comportamento isotrópico associada a uma menor propensão a formação de martensita sob tração uniaxial.

Palavras-chave: Aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, laminação a frio, martensita α' , efeito TRIP, recozimento para reversão, refinamento de grão.

ABSTRACT

Austenitic stainless steel (ASS) has stood out in recent decades due to its great resistance to corrosion, ductility, good weldability and excellent mechanical properties from the TRIP effect (Plasticity Induced Transformation). A possible solution to expand the range of application of ASS was to develop a chemical composition that replaces all or part of Ni with other stabilizing elements of austenite (200 series), especially Mn that has a lower market value, associated or not to the combined effect with N, however these steels have a high strain hardening exponent compared to the 300 series, limiting its conformability. The material object on this master thesis was ASTM 201LN austenitic stainless steel, as-received condition hot rolled and annealed at 1050 °C in industrial scale, that has been subjected to thermomechanical processing, associated with cold rolling at room temperature and annealing conditions on a laboratory scale a maximum soaking time of 180 s. Aiming a microstructural refinement with homogeneity in the austenitic grain size distribution and consequently an increase in mechanical strength without impairing ductility. In order to define the processing route and aiming the study objective, were monitored the martensite formation by X-ray diffraction (XRD) and the evolution of the martensite to austenite reversion by ferritoscopy and the macro-hardness mechanical property by Vickers hardness, in cold rolled, at room temperature with 3 different accumulated reductions (34.6; 56.5 and 65.7%), annealed, at 850 °C between 15 and 180 s soaking time, samples. Thus, the annealing condition at 850 °C for 180 s, with 65.7% accumulated deformation on cold rolling, was selected for a detailed evaluation, due to its greater reversion with 6.97% of retained α' -martensite and Vickers hardness higher than the condition as received. Such detailed characterization was supported by results from mechanical behavior analysis via uniaxial tensile at room temperature, with an assessment of the planar and normal anisotropy coefficients and α' -martensite fraction formed up to the maximum tensile strength via ferritoscopy, as well as structural characterization via scanning electron microscopy (SEM) associated with backscattered electron diffraction (EBSD) and XRD. With this, it is possible to observe in this annealed condition a yield strength significantly higher (36%) than in as-received condition, but with maintenance of ductility, maximum tensile strength, planar and normal anisotropy coefficient and isotropic behavior associated to lower propensity to the martensite formation under uniaxial tensile.

Keywords: ASTM 201LN Austenitic Stainless Steel, cold rolling, α' -martensite, TRIP effect, Reversion Annealing, grain refinement.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Efeito do teor crescente de Cr na resistência à corrosão atmosférica de ligas Fe-Cr TEBECHERANI(1).	21
Figura 2 – Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis Austeníticos TEBECHE- RANI(1).	26
Figura 3 – Dependência da temperatura com a energia livre de Gibbs das fases austenita e martensita em relação à transformação martensítica FUNA- KUBO e Kennedy(2).	30
Figura 4 – Mudança estrutural devido à transformação martensítica BADESHIA(3).	32
Figura 5 – Representação gráfica da (a) Estrutura CFC convencional; (b) relação entre as estruturas CFC e CCC com alguns pontos omitidos; (c, d) representação da deformação de Bain BADESHIA(3).	33
Figura 6 – Teoria da cristalografia martensítica BADESHIA(3).	34
Figura 7 – Gráfico da variação da energia livre e seus componentes térmico e mecânico em função da temperatura (adaptado de Andrade-Campos et al.(4)	35
Figura 8 – Relação tensão versus temperatura e influência da tensão elástica e deformação plástica no efeito TRIP COHEN(5).	36
Figura 9 – Curva tensão-deformação de engenharia do aço inoxidável austenítico AIA 201 C.GAUSS(6).	39
Figura 10 – Correlação entre um ensaio de Tração do AIA 201 e as frações do volume das fases presentes C.GAUSS(6).	39
Figura 11 – Curva de tensão-deformação obtida de um AIA 201 FILHO(7).	40
Figura 12 – Ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIA 201 (Adaptado de MOALLEMI et al.(8).	42
Figura 13 – Diagrama esquemático das características dos mecanismos de reversão de martensita para austenita por difusão e por cisalhamento (adaptado de TOMIMURA(9).	43
Figura 14 – Efeito da redução de espessura na fração de martensita e dureza no aço inoxidável austenítico 201 (Adaptado de MOALLEMI et al.(8).	44
Figura 15 – Efeito da laminação a frio na fração e na dureza do volume de martensita α' no AIA 201 MOALLEMI(10).	45
Figura 16 – Frações de volume martensita α' obtidas pelos métodos de difração de Raios X e ferritoscopia no AIA 201 em função do percentual de redução MOALLEMI(10).	46

Figura 17 – Micrografias de uma AIA 201 recozido em 900 °C, após prévia redução de 90% na laminação a frio, por a)15 s b)30 s e C) 1200 s (Adaptado de MOALLEMI et al.(8).	47
Figura 18 – Mapa de refinamento de grãos após reversão para aço 304L com destaque para região adequada para a formação de estrutura manométrica (adaptado de SHIRDEL(11).	48
Figura 19 – Micrografias aumentadas em 500x de um AIA ASTM 201LN no estado como recebido (a) e recozido em 750 °C por 15 minutos (b), após redução de 53,2% na laminação a frio com resfriamento prévio em salmoura (Adaptado de SOUZA(12).	48
Figura 20 – 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 15 minutos após redução de 53,2% na laminação a frio com resfriamento prévio em salmoura SOUZA(12).	49
Figura 21 – Comportamento de endurecimento do aço inoxidável austenítico AIA 201 em função da laminação a temperatura ambiente FILHO(13). . . .	50
Figura 22 – Microdureza Vickers correspondente das amostras de aço ASS 201 (redução de 60% da espessura na laminação a temperatura ambiente) submetidas a aquecimento por etapas até 500, 600, 700 e 800 °C por 30 min em cada etapa FILHO(13).	51
Figura 23 – Comparação dos difratogramas do aço 201LN até oito passes de laminação a frio a temperatura ambiente (amostra 201LN_80%) e amostras tratadas termicamente a 800 °C por 1 min (amostra 2-80-1) e a 750 °C por 5 min (amostra 2-80-5) SILVA(14).	52
Figura 24 – Padrões de difração de raios X em instalação sincrotron em amostras de AIA 201 antes e após o ensaio de tração até 40% de deformação a temperatura ambiente C.GAUSS(6).	53
Figura 25 – Padrão de DRX de amostras do AIA 201 com (a) 5% (b) 30% (c) 50% de redução na laminação a frio a temperatura 25 °C. A inserção é uma parte ampliada do padrão laminado a frio de 5% para melhor observação das intensidades de martensita ϵ MOALLEMI(10).	54
Figura 26 – Micrografia óptica (a) e (b) padrão de DRX de uma amostra recozida de AIA 201 na temperatura de 1150 °C por 150 min MOALLEMI(10).	55
Figura 27 – A curva de tensão-deformação do AIA 201 submetido a uma deformação severa e posteriormente recozido a 600 °C por 30 min FORTUNA(15).	57
Figura 28 – Difratogramas de DRX adquiridos durante o recozimento lento e lento de 100 °C a 800 °C, com uma taxa de aquecimento de 0,05 °C/s (a) aço deformado antes do recozimento; (b) Recozido a 800 °C FILHO(7).	58

Figura 29 – Evolução da fase com aquecimento com taxa de 0,05 °C / s até 800 °C. A inserção mostra detalhes do comportamento α' no início da reversão de α' em austenita FILHO(7).	59
Figura 30 – Mapa de fases oriunda da análise EBSD para as amostras deformadas por tração ($\epsilon = 0,34$) e recozidas nas temperaturas de até (a) 500 °C e (b) 590 °C, após aquecimento com taxa de 0,05 °C/s. Austenita - γ e martensita - α' são mostradas nas cores verde e vermelha, respectivamente FILHO(7)	59
Figura 31 – Mapa de distribuição de tamanho de grão do AIA 201 na (a) condição recebida e (b) material recozido a 800 °C após aquecimento com taxa de 0,05 °C/s FILHO(7).	60
Figura 32 – Mapas de fase referente a análise de EBSD das amostras de aço AIA 201 (previamente laminada com redução 60% na espessura) submetidas a recozimento a (a) 700 e (b) 800 °C FILHO(13).	61
Figura 33 – Esquema das técnicas que foram aplicadas para realização desse trabalho.	62
Figura 34 – Nomenclatura das amostras para o aço inoxidável ASTM 201LN.	64
Figura 35 – Taxa de transformação de martensita induzida por deformação dos aços 304L e 201LN. (adaptado de SILVA(14).	65
Figura 36 – Forno do tipo mufla modelo Quimis Q-138-M-24 para realização do tratamento de recozimento do material deste estudo.	67
Figura 37 – Ferritoscópio FISCHER - FMP30 para a quantificação de martensita no material deste estudo.	71
Figura 38 – Esquema para preparação da amostra para técnica de Ferritoscopia.	72
Figura 39 – Difratômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical.	73
Figura 40 – Esquema de preparação da amostra para técnica de DRX.	74
Figura 41 – Microscópio eletrônico de varredura modelo QUANTA 250 FEG – FEI	75
Figura 42 – Esquema de preparação da amostra para técnica de MEV do presente estudo.	76
Figura 43 – Detector Bruker para análise de EBSD do presente estudo.	76
Figura 44 – Esquema de preparação da amostra para técnica de EBSD do presente estudo.	77
Figura 45 – Corpo de prova reduzido para ensaios de tração do presente estudo (Astm(16)).	78
Figura 46 – Esquema das marcações no corpo de prova antes do ensaio de tração para obtenção do comprimento final.	78
Figura 47 – Esquema da retirada do CP de tração da chapa metálica William e Robert(17).	79
Figura 48 – Formação das Orelhas William e Robert(17).	79
Figura 49 – Máquina universal de ensaios mecânicos, marca EMIC, modelo DL-10000.	80

Figura 50 – Difratoograma do AIA ASTM 201LN na condição como recebida (CR), destacando a presença da fase austenita (γ).	82
Figura 51 – Micrografia do AIA ASTM 201LN na condição como recebida, obtida com uso do detector de elétrons retroespalhados no MEV, com aumentos de 500x (A) e 2000x (B).	83
Figura 52 – Informações obtidas na análise de EBSD para amostra CR na seção DLxDN: Padrão de qualidade gerado pelo software Esprit (A), mapa de imagem de orientação do grão e seu respectivo IPF (B) e histograma de distribuição do tamanho de grão com respectiva média e população de grão (C).	84
Figura 53 – Informações obtidas na análise de EBSD para amostra CR na seção DLxDN, após tratamento no Matlab com a macro MTex: Mapa de fase (a) e Mapa de misorientação (b).	85
Figura 54 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra CR na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	87
Figura 55 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra CR na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	88
Figura 56 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra CR na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	89
Figura 57 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF34 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c)10000x.	92
Figura 58 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF56 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c)7000x.	93
Figura 59 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF65 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c)7000x.	94
Figura 60 – Difratoograma da amostra LF34, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.	95
Figura 61 – Difratoograma da amostra LF56, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.	96
Figura 62 – Difratoograma da amostra LF65, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.	97
Figura 63 – Comparação dos difratogramas experimental e teórico para as amostras (a) LF34, (b) LF56 e (c) LF65 através do TOPAS.	98
Figura 64 – Ferritoscopia das amostras laminadas do aço inoxidável ASTM 201LN com (a) 34,6%, (b) 56,4% e (c) 65,7% de redução acumulada e que foram recozidas na temperatura de 850 °C com tempo variando entre 0-180s.	100

Figura 65 – Dureza HV das amostras laminadas do aço inoxidável ASTM 201LN com (a) 34,6%, (b) 56,4% e (c) 65,7% de redução acumulada e que foram recozidas na temperatura de 850 °C com tempo variando entre 0 e 180 s.	101
Figura 66 – Comparação entre a Dureza e a Ferritoscopia das amostras laminadas do aço inoxidável ASTM 201LN com 65,7% de redução acumulada e que foram recozidas na temperatura de 850 °C com tempo variando entre 0-180 s.	102
Figura 67 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF65_R180 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c)10000x.	103
Figura 68 – Difratoograma da amostra LF65_R180, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.104	104
Figura 69 – Comparação dos difratogramas experimental e teórico para a amostra LF65_R180 através do TOPAS.	105
Figura 70 – Informações obtidas pelo software Esprit quanto análise de EBSD para a amostra LF65_R180: Padrão de qualidade (a), Mapa de fases γ (vermelha) e α' (verde) (b).	106
Figura 71 – Informações obtidas na análise de EBSD após tratamento no Matlab com a macro Mtex da amostra LF65_R180: Mapa de misorientação (a) e mapa de imagem de orientação dos grãos juntamente com a IPF da austenita (b).	107
Figura 72 – Histograma do tamanho de grão da amostra LF65_R180 obtida pelo software Esprit pela técnica de EBSD.	108
Figura 73 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra recozida selecionada (LF65_R180) na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	109
Figura 74 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra recozida selecionada (LF65_R180) na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	110
Figura 75 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra recozida selecionada (LF65_R180) na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	111

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Resumo das características das categorias de AIA (adaptado de OUtOKUMPU(18)).	24
Tabela 2 – Especificação e composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (adaptado de ASM(19)).	25
Tabela 3 – Composição química dos aços 201, 201L (HAMADA(20)) e 201LN (SADEGHPOUR A Kermanpur(21)).	27
Tabela 4 – Composição química dos aços 201 (OUTOKUMPU, 2013) e 201LN (McGuire(22)).	28
Tabela 5 – Composição química (% em peso) do AIA 201 C.GAUSS(6).	38
Tabela 6 – Composição química (% em peso) do AIA 201 FILHO(7).	40
Tabela 7 – Composição química (% em peso) do AIA 201 TOMIMURA(9).	41
Tabela 8 – Composição química (% em peso) do AIA 201 MOALLEMI et al.(8)	42
Tabela 9 – Composição química (% em peso) do AIA 201 MOALLEMI(10).	44
Tabela 10 – Propriedades mecânicas do AIA ASTM 201LN SOUZA(12).	49
Tabela 11 – Composição química (% em peso) do AIA 201 SILVA(14)	51
Tabela 12 – Parâmetros dos tipos de regime SPD, FORTUNA(15)	56
Tabela 13 – Composição química (% em peso) do aço inoxidável austenítico ASTM 201LN fornecido pela APERAM South América.	62
Tabela 14 – Espessuras e reduções acumuladas alcançadas a cada passe da laminação a frio, em escala piloto, conduzida no Centro de Pesquisas da APERAM South America.	66
Tabela 15 – Tempo e tensão utilizados para a realização do polimento eletrolítico em função da condição de processamento da amostra e técnica de caracterização.	69
Tabela 16 – Valores de Mi, Md30 e EDE em função da composição química do aço ASTM 201LN objeto desse estudo.	81
Tabela 17 – Propriedades mecânicas da amostra CR na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	87
Tabela 18 – Propriedades mecânicas da amostra CR na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	88
Tabela 19 – Propriedades mecânicas da amostra CR na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	89
Tabela 20 – Porcentagem de martensita (%M), avaliada por ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos Cp's da condição como recebido na direção DL, D45 e DT solicitados em tração uniaxial com velocidade de 1,2 mm/min.	90

Tabela 21 – Valores de anisotropia do AIAs como recebido (CR) após ensaios de tração uniaxial com velocidade de 1,2 mm/min.	91
Tabela 22 – Percentual das fases e GOF's presentes nas amostras laminadas a frio com distintas reduções acumuladas, com base em resultados da DRX.	97
Tabela 23 – Propriedades mecânicas da amostra na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	109
Tabela 24 – Comparação das propriedades mecânicas da amostra na condição como recebida e na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	110
Tabela 25 – Propriedades mecânicas da amostra na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	111
Tabela 26 – Propriedades mecânicas da amostra na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.	112
Tabela 27 – Comparação das propriedades mecânicas da amostra na condição como recebida e na condição recozida selecionada (LF65_R180) nas direções D45 e DT deformadas com velocidade de 1,2 mm/min.	112
Tabela 28 – Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos Cp's na direção DL, D45 e DT.	113
Tabela 29 – Valores de anisotropia do AIAs na condição de recozimento selecionada após ensaio de tração uniaxial com velocidade de 1,2 mm/min.	113

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AIAs	Aços inoxidáveis austeníticos
CCC	Estrutura cúbica de corpo centrado
CFC	Estrutura cúbico de face centrada
DRX	Difração de raio x
EBSD	Difração de elétrons retroespalhados
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
TRIP	Transformação induzida por plasticidade

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Letra grega minúscula gama
α	Letra grega minúscula alpha
θ	Letra grega minúscula theta
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
%	Porcentagem
ΔG	Energia Livre de Gibbs
Δq	Energia Livre química
ΔM	Energia Livre mecânica
ΔT	Energia Livre de térmica
Ni_{eq}	Níquel equivalente
Cr_{eq}	Cromo equivalente
kN	Quilonewton
m	Metro
Md	Temperatura de início da transformação martensítica induzida por deformação
Md30	Temperatura na qual 50% de martensita é produzida após 30% de deformação verdadeira
Mi	Temperatura de início de transformação martensítica
mJ	Mili Joule
mm	Milímetro
μm	Micrometro
MPa	Mega Pascal
nm	nanômetro
s	Segundo

t	Tempo
T	Temperatura
α'	Martensita
γ	Austenita
γ_{ecn}	Austenita encruada

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
1.0.1	OBJETIVOS	19
1.0.1.1	OBJETIVO GERAL	19
1.0.1.2	OBJETIVO ESPECÍFICO	19
2	REVISÃO DE LITERATURA	21
2.1	AÇOS INOXIDÁVEIS (AIS)	21
2.1.1	AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO(AIAS)	23
2.1.2	AÇO INOXDÁVEL AUSTENÍTICO 201	26
2.1.3	TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS	28
2.1.4	EFEITO TRIP	32
2.1.4.1	ASPECTO FUNDAMENTAIS PARA O EFEITO TRIP	32
2.1.4.2	EFEITO TRIP EM AIA 201	38
2.1.5	REVERSÃO MARTENSÍTICA	40
3	MATERIAL E MÉTODOS	62
3.0.1	MATERIAL	62
3.0.2	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	62
3.0.3	PROCESSAMENTO	64
3.0.3.1	LAMINAÇÃO	64
3.0.3.2	RECOZIMENTO	66
3.0.4	CARACTERIZAÇÃO	69
3.0.4.1	FERRITOSCOPIA	70
3.0.4.2	MACRODUREZA	71
3.0.4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)	72
3.0.4.4	ASPECTO MICROESTRUTURAL VIA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	73
3.0.4.5	DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD) NO MEV	74
3.0.4.6	TRAÇÃO UNIAXIAL	77
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	81
4.1	MATERIAL NO ESTADO COMO RECEBIDO (CR)	81
4.1.1	ANÁLISE COMPOSICIONAL VERSUS TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÕES (MI E MD30) E EDE	81
4.1.2	IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DAS FASES	81
4.1.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	82

4.1.4	PROPRIEDADE MECÂNICAS	86
4.1.4.1	DRUREZA	86
4.1.4.2	TRAÇÃO UNIAXIAL	86
4.2	MATERIAL LAMINADO A FRIO	91
4.2.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS LAMINADAS . .	91
4.2.2	QUANTIFICAÇÃO DE FASES EM FUNÇÃO DA REDUÇÃO NA LAMINAÇÃO A FRIO	93
4.3	MATERIAL RECOZIDO	98
4.3.1	AValiação PRELIMINAR DA REVERSÃO MARTENSÍTICA	99
4.4	CONDIÇÃO DE RECOZIMENTO SELECIONADO	102
4.4.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA CONDIÇÃO RECOZIDA SELE- CIONADA	102
4.4.2	IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE FASES DA CONDIÇÃO RECOZIDA SELECIONADA	103
4.4.3	MICROESTRUTURA DESENVOLVIDA NA CONDIÇÃO RECOZIDA SELECIO- NADA	105
4.4.4	COMPORTAMENTO MÊCANICO E TRANSFORMAÇÃO DE FASES SOB TRA- ÇÃO UNIAXIAL NA CONDIÇÃO RECOZIDA SELECIONADA	108
5	CONCLUSÃO	115
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	116
	REFERÊNCIAS	117

1 INTRODUÇÃO

Em 1911 e 1912 vários países europeus obtiveram êxito em desenvolver aços inoxidáveis com características ferríticas (primeira descoberta) e martensíticas (segunda descoberta), pois naquela época os engenheiros necessitavam de um material com maior resistência a corrosão para aplicação marítima. Em seguida, os metalurgistas Eduard Maurer e Breno Straub na empresa alemã Krupp, desenvolveram os aços inoxidáveis austeníticos (AIA) cuja composição era de 20%Cr, 7%Ni e 0,25%C (% em peso) COHEN(5).

Os AIAs podem ser classificados conforme sua microestrutura, sendo divididos em: ferrítico, austenítico e martensítico. Dentre esses, destaca-se o aço inoxidável austenítico por sua grande resistência à corrosão, alto desempenho, excelente ductilidade e soldabilidade. O níquel era o único elemento de liga normalmente utilizado para estabilizar a austenita e tornar possível tais propriedades anteriormente indicadas para a denominada série 300, porém esse elemento possui um alto custo que inviabiliza a utilização desse tipo de aço em grande escala quando o mercado cambial não é favorável CHARLES et al.; OUTOKUMPU(23, 18).

Uma possível solução para ampliar a gama de aplicação dos AIAs, foi desenvolver materiais com composição química com baixo teor de níquel ou até mesmo isentos, que possibilitem a estabilização da austenita em temperatura ambiente. Dentre as alternativas encontradas, passaram assim a existir os AIAs da série 200, onde se substitui todo ou parte do Ni por outros elementos estabilizantes da austenita, em especial o Mn que possui menor valor de mercado, associado ou não ao efeito combinado com o N OUTOKUMPU(18).

Tanto os aços da série 300 como os da série 200 são passíveis de efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), ou seja, a austenita que define sua matriz metálica é metaestável de forma que a transformação martensítica pode ser induzida por tensão elástica ou deformação plástica, acarretando em uma alta capacidade de endurecimento com manutenção da ductilidade. Com isto, têm-se um grupo de aços que exibem alta resistência mecânica e tenacidade, em função da composição química, temperatura de deformação e das características da solitação mecânica. Desta forma, estes aços apresentam excelente capacidade de absorção de energia, a qual é essencial para muitas aplicações, especialmente na indústria automotiva SHIN T.K. Ha; SHIRDEL(24, 11).

Os AIAs são convencionalmente usados em várias aplicações nas quais é necessária boa resistência à corrosão, tais como utensílios de cozinha e móveis, em setores petrolíferos e aeroespaciais, em indústrias de gás, farmacêutica, de produtos químicos e componentes estruturais ferroviários e automotivos. No entanto, eles possuem uma tensão de escoamento relativamente baixa, o que limita suas aplicações estruturais, na qual pode ser melhorada

por métodos como endurecimento da solução, endurecimento por precipitação e refinamento de grãos por processo termomecânico que é a maneira mais eficaz de aumentar a resistência ao escoamento sem prejudicar a ductilidade PADILHA, Plaut e Rios; KIM(25, 26).

O processo termomecânico, inclui vários métodos, como deformação plástica severa, torção de alta pressão, ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*) e o recozimento convencional precedido por laminação a frio, sendo essa última rota a mais adequada do ponto de vista de aplicações industriais que visa à produção de chapas de aços inoxidáveis ultrafinos / nano, a fim de obter alta resistência e boa ductilidade. Geralmente é difícil obter grãos com tamanho sub-micrômetro por qualquer tratamento termomecânico convencional. Recentemente, um processo termomecânico foi desenvolvido por reversão da martensita induzida por deformação em austenita para obter tamanho de grão nano / sub-micrômetro em AIAs metaestáveis. Nesse processo, a martensita induzida por deformação formada por laminação a frio é revertida para austenita durante o recozimento subsequente, levando a um refinamento considerável dos grãos, mas a temperatura e tempo máximo de encharque são inferiores aquela para promover a completa recristalização de qualquer austenita encruada ESKANDARI, Najafizadeh e Kermanpur; REZAEI et al.(27, 28).

Por fim, a análise da reversão martensita em conjunto com a restauração da estrutura da austenita não transformada e encruada, pode proporcionar um entendimento mais aprofundado da microestrutura e propriedade mecânica de um AIA, na qual posteriormente influencia na escolha da aplicação desse material (PADILHA e GUEDES(29)).

1.0.1 Objetivos

1.0.1.1 Objetivo geral

O presente estudo teve como objetivo o refinamento microestrutural, com homogeneidade na distribuição no tamanho de grão austenítico, para incremento da resistência mecânica sem prejuízos a ductilidade, em um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN através de processamento termomecânico, associados a condições de laminação a frio e recozimento contínuo simuladas em escala laboratorial.

1.0.1.2 Objetivo específico

Para se cumprir esse objetivo o material foi submetido primeiramente a uma laminação a frio em escala laboratorial com distintos percentuais de redução, que resultaram em diferentes percentagens de martensita induzida por deformação (efeito TRIP), e assim mensurar a fração de martensita formada por ferritoscopia e o endurecimento por medidas de macrodureza Vickers.

- Com o intuito de observar a reversão martensítica em função da deformação acumulada prévia oriunda da laminação a frio, o material foi submetido a um recozimento

em uma temperatura pré-definida e variação no tempo de encharque (com limite de 3 minutos) e auxiliado por medidas de macrodureza Vickers e de ferritoscopia.

- Com isto, foi selecionada a deformação prévia e tempo de encharque no recozimento capaz de promover a maior reversão da martensita em austenita com dureza superior a dureza da condição como recebida. Definindo esta condição para o estudo em detalhes quanto aos aspectos da reversão da martensita e recristalização da austenita e seu comportamento mecânico e propensão a exibir o efeito TRIP comparada a condição como recebida.

- De modo a caracterizar tal evolução estrutural, para além das análises de ferritoscopia e macrodureza, foram conduzidas análise de difração de Raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada a difração de elétrons retroespalhados (EBSD), e ensaio de tração uniaxial nas distintas direções de processamento da chapa, para avaliar o desenvolvimento ou não de anisotropia, e também tração concomitante a medidas continua de ferritoscopia.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Aços Inoxidáveis (AIS)

Em 1912 o inglês Harry Brearly, estudava uma liga Fe-Cr (13%) e justamente quando tentava fazer algumas observações metalográficas verificou que a liga fabricada resistia a maior parte dos reagentes que se utilizavam na época em preparação metalográfica. O Brearly mesmo que deu o nome a liga, a denominou de “*stainless steel*” que traduzindo quer dizer “aço que não mancha”. Desde então, os aços inoxidáveis muito evoluíram, principalmente em função da indústria petrolífera, da aeronáutica, da criogenia e até mesmo devido a 2^o guerra mundial PADILHA e GUEDES(29).

Os aços inoxidáveis apresentam uma maior resistência à corrosão, quando submetido a um determinado meio ou agente agressivo, e uma maior resistência à oxidação a altas temperaturas em relação a outras classes de aço PADILHA e GUEDES(29).

Essa resistência se deve principalmente a presença do cromo, no qual em contato com o oxigênio permite a formação de uma película finíssima de óxido de cromo sobre a superfície do aço, que é impermeável e insolúvel nos meios corrosivos usuais. Porém, essa película se formará a partir de um determinado valor de Cromo que é de no mínimo 11% para ligas ferrosas, como pode ser visto na Figura 1 TEBECHERANI(1).

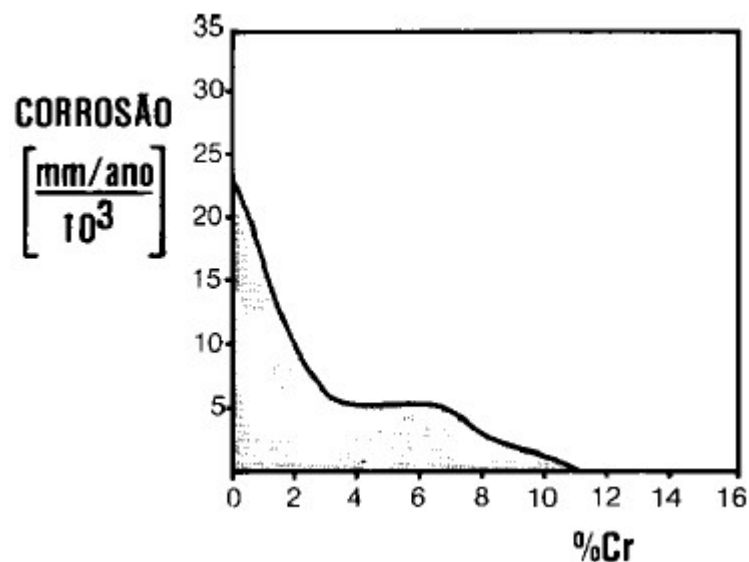


Figura 1 – Efeito do teor crescente de Cr na resistência à corrosão atmosférica de ligas Fe-Cr TEBECHERANI(1).

Outros elementos podem estar presentes na composição do aço inoxidável, como por exemplo o níquel, manganês, molibdênio, cobre, silício, alumínio, nióbio e titânio, além

dos principais intersticiais carbono e nitrogênio. Entretanto, suas proporções influenciam na estrutura, propriedades mecânicas e o comportamento final em serviço do aço. Pode-se resumir brevemente o papel de cada elemento, começando com o níquel que provoca uma mudança na estrutura do material melhorando a sua ductilidade, resistência mecânica a quente, soldabilidade e aumenta a resistência à corrosão de uma maneira geral.

O manganês favorece a solubilidade do nitrogênio no aço, permitindo a formação de uma família de aços inoxidáveis com baixo teor de níquel e com alto teor de manganês e nitrogênio, visando diminuir o custo global para se obter um aço com austenita estável em temperatura ambiente (série 200). Esse elemento ainda pode se combinar com o enxofre para formar sulfeto de manganês ao invés de sulfeto de ferro, evitando assim fragilização a quente pelo FeS com temperatura de fusão inferior a dos aços. Assim como promove o endurecimento em solução sólida, tendo é claro ao teor adicionado pelo seu forte efeito no incremento do expoente de encruamento PADILHA e GUEDES(29).

O molibdênio e o cobre também são elementos de liga que se encontram presente nos aços já que tem a finalidade de aumentar a resistência à corrosão por via úmida. No caso do silício e o alumínio sua função é melhorar a resistência à oxidação em altas temperaturas.

Os intersticiais carbono e nitrogênio são os principais responsáveis pelo o aumento da resistência mecânica do aço inoxidável, porém se torna necessário um equilíbrio na utilização desses elementos, já que em determinados casos se busca o teor superior destes para auxílio na temperabilidade e endurecimento a precipitação, e em outros na sua significativa redução para evitar qualquer endurecimento por solução sólida, para garantir que a martensita tenha estrutura CCC e HC e com significativa ductilidade associada a maior resistência mecânica que a austenita. Além disso, os mesmos afetam de forma significativa a temperatura de início da transformação martensítica espontânea (M_i) e também no efeito TRIP. Nos aços da série 300 e 200 por vezes se busca um teor de nitrogênio mais elevando também pela capacidade de deste de estabilizar a austenita Costa, Mei et al.(30).

Por fim, torna-se importante citar mais dois elementos de liga, que são o titânio e o nióbio, elementos esses que são “estabilizadores” nos aços austeníticos, impedindo o empobrecimento de cromo via precipitação em forma de carbonetos durante aquecimento e/ou resfriamento lento em torno de 700 °C, que provocaria uma diminuição de resistência local à corrosão.

Os AIAS são classificados em 5 principais tipos de acordo com a microestrutura básica formada são elesSILVA(31):

- Aços inoxidáveis martensíticos que são ligas compostas essencialmente de Fe-Cr (11 a 18% de Cr), com teor de carbono acima de 0,1% para garantir que a microestrutura

seja martensítica a temperatura ambiente, pelo seu potencial no incremento da temperabilidade. Ex: Aços AISI 403, 410, 416, 420 e 422.

- Aços inoxidáveis ferríticos são ligas de Fe-Cr que possuem estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) a temperatura ambiente e que não endurecem por tratamento térmico de têmpera, em função dos seus menores teores de carbono e de outros elementos que contribuíram para potencializar a formação de martensita. Ex: Aços AISI 405, 409, 430, 446 e 502.
- Aços inoxidáveis duplex são ligas com microestruturas de ferrita e austenita, obtidas com composições balanceadas de Fe-Cr (18 - 27%) - Ni (4 - 7%) - Mo (1 - 4%) e outros elementos. Os aços que fazem parte desta família são: AISI 329, UNS S32304 e S31803.
- Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação são ligas de Fe-Cr (12- 17%), Ni (4 - 8%), Mo (0 - 2%) com matriz martensítica, podendo também existir os semiausteníticos, com resistência a corrosão comparável a dos austeníticos e resistência mecânica comparável a dos martensíticos.
- Aços inoxidáveis austeníticos (AIA) são ligas a base de Fe-Cr (16 - 30%) - Ni (8 -35%). Os mais conhecidos AIAs são os da série 300, como por exemplo, os aços AISI 301, 304, 308 e 316. Devido ao elevado custo, parte do níquel pode ser substituído por manganês em conjunto ou não com o nitrogênio, formando outra família de AIAs, a série 200. Os principais aços deste grupo são: AISI 201, 202 e 204. Possuem estrutura cúbica de face centrada (CFC) e são não magnéticos. O teor de carbono é, em geral, inferior a 0,08%.

2.1.1 Aço Inoxidável Austenítico(AIAs)

Por definição os AIAs contêm entre 16-25%p Cr e possuem uma estrutura austenítica na qual suas principais propriedades mecânicas são a boa ductilidade e tenacidade. Estas características fazem com que eles possam ser usados tanto em temperaturas criogênicas quanto em temperaturas bastante elevadas sem haver perda considerável na resistência mecânica OUTOKUMPU(18).

Os AIAs podem ser classificados em séries específicas (300 e 200) e categorias em função dos elementos de liga adicionados, como resumido na Tabela 1.

A estequiometria escolhida entre os elementos estabilizadores da ferrita e da austenita permitem que os AIAs tenham uma boa resistência à corrosão. Nota-se que assim como o cromo, os elementos molibdênio, silício, titânio e nióbio estabilizam a ferrita, mas o níquel, carbono, nitrogênio e manganês contribuem fortemente para a estabilidade da austenita OUTOKUMPU(18).

Tabela 1 – Resumo das características das categorias de AIA (adaptado de OUTO-KUMPU(18)).

Categoria de AIA	Característica
Cr-Ni	<ul style="list-style-type: none"> • Englobam graus para utilização geral; • Referenciada como “série 300” – típico “18Cr-8Ni”; • Composto basicamente por Cr e Ni (sem adição de Mo).
Cr-Mn	<ul style="list-style-type: none"> • Normalmente denominada de “série 200 – típico 17Cr - 4Ni - 7Mn; • Teor de Ni é reduzido e a estrutura austenítica é mantida pelo aumento dos teores de Mn e/ou N; • Tem quase a mesma conformabilidade, resistência à corrosão e soldabilidade dos aços da série 300, porém são mais resistentes.
Cr-Ni-Mo	<ul style="list-style-type: none"> • Uma resistência à corrosão superior devido a adição de Mo (2-3%); • Às vezes são denominados de “AIA a prova de ácidos”; • Teores típicos de: 17Cr e 10-13Ni.
Superausteníticos	<ul style="list-style-type: none"> • Denominados de AIA de alto desempenho; • Foram desenvolvidos para serem usados em ambientes muito corrosivos; • Teores típicos de: 17-25Cr, 14-25Ni e 3-7Mo.

Várias expressões para o cálculo do níquel e cromo equivalentes foram obtidas empiricamente, podendo-se citar as Equações 2.1 e 2.2 de TRUMAN(32):

$$Nieq = Ni + 0,5Mn + 30C + 25N + 0,3Cu + Co + 5V + 1,75Nb \quad (2.1)$$

$$Creq = Cr + 2Si + 1,5Mo + 5,5Al + 1,75Nb + 1,5Ti + 0,75W + 5V \quad (2.2)$$

Na Tabela 2 (adaptado de ASM(19)) é apresentada a composição química dos aços inoxidáveis austeníticos comumente utilizados. Nestes materiais, juntamente a nomenclatura quanto ao tipo do aço, pode-se vir adicionada a nomenclatura “L” que se refere ao aço com menor teor de carbono, enquanto o “N” refere-se ao aço com maior teor de nitrogênio OUTOKUMPU(18). Sendo assim, têm-se por exemplo os aços 304L e 201L apresentam menor teor de carbono que o 304 e o 201, respectivamente, e por outro lado, os aços 304LN e 201LN além de apresentarem menor teor de carbono se destacam por apresentar maior teor de nitrogênio que os seus respectivos pares.

As principais séries desses aços são designados pelas séries 300 e 200, segundo a classificação da *American Iron and Steel Institute*(AISI). Na 300 são incluídas as ligas Fe-Cr-Ni, e na 200, as ligas contendo de 4% a 15,5% de manganês e até 0,60% de nitrogênio ASM(19). Porém, o presente trabalho leva em consideração a classificação da *American Society for Testing and Materials* (ASTM) que segue algumas especificações de composição química e características mecânicas um pouco distintas para classificar a série dos aços, sendo importante atentar-se em qual norma cada autor está seguindo.

Tabela 2 – Especificação e composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (adaptado de ASM(19)).

AIAs	C	Cr	Ni	Mn	Si	Outros
201	0,15	1618	3,5 - 5,5	5,5 - 7,5	1	N = 0,25
202	0,15	17 - 19	4 - 6	10	1	N = 0,25
301	0,15	16 - 18	6 - 8	2	1	-
302	0,15	17 - 19	8 - 10	2	1	-
303	0,15	17 - 19	8 - 10	2	1	-
304	0,08	18 - 20	8 - 10,5	2	1	-
304L	0,03	18 - 20	8 - 12	2	1	-
308	0,08	19 - 21	10 - 12	2	1	-
310	0,25	24 - 26	19 - 22	2	1,5	-
316	0,08	16 - 18	10 - 14	2	1	Mo = 2 - 3
316L	0,03	16 - 18	10 - 14	2	1	Mo = 2 - 3
317	0,08	18 - 20	11 - 15	2	1	Mo = 3 - 4
321	0,08	17 - 19	9 - 12	2	1	Ti = 5 x C (min)
347	0,08	17 - 19	9 - 13	2	1	Nb = 10 x C (min)

Segundo a Figura 2, com base na Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), nota-se que os AIAs combinam uma boa resistência à corrosão, com um baixo limite de escoamento (LE), alta resistência a tração e bom alongamento, oferecendo assim

as melhores propriedades para trabalho a frio. Nota-se que os mesmos não podem ser endurecidos por tratamento térmico, mas sua resistência a tração e dureza podem ser aumentadas por encruamento e possuem uma boa temperabilidade TEBECHERANI(1).

Figura 2 – Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis Austeníticos TEBECHERANI(1).

Tipo de Aço ABNT	Estado	Resistência à tração N/mm ²	Limite de escoamento à 0,2% N/mm ²	Alongamento em 50,8 mm percentual			Dureza Rockwell	Dobramento livre		Limite de resistência à fadiga N/mm ²
				e <= 0,3 mm	0,3 < e < 0,7 mm	e >= 0,7 mm		Angulo* Fator ⁽¹⁾		
201	recozido	665,0	315,0	40	40	40	B 90	180	1	-
	¼ duro	875,0*	525,0*	20*	20*	20*	C 25	180	2	-
	½ duro	1050,0*	770,0*	9*	10*	10*	C 32	180	8	-
	¾ duro	1225,0*	945,0*	3*	5*	7*	C 37	90	2,5	-
	duro	1295,0*	980,0*	3*	4*	5*	C 41	90	3,5	-
202	recozido	630,0	315,0	40	-	-	B 90	180*	1	-
	¼ duro	875,0*	525,0*	12*	-	-	C 25	180*	2	-
301	recozido	770,0	280,0	60*	-	-	B 85	-	-	245,0
	¼ duro	875,0*	525,0*	25*	-	-	C 25	180*	1	-
	½ duro	1025,0*	770,0*	18*	-	-	C 32	180*	2	-
	¾ duro	1225,0*	945,0*	12*	-	-	C 37	180*	3	-
	duro	1295,0*	980,0*	9*	-	-	C 41	180*	4	560,0
302	recozido	630,0	280,0	50	-	-	B 85	180	-	-
	¼ duro	875,0*	525,0*	12*	-	-	C 25	180	-	-
302B	recozido	665,0	280,0	55	-	-	B 85	180	-	-
304	recozido	588,0	294,0	55	-	-	B 80	180	-	245,0
304L	recozido	567,0	273,0	55	-	-	B 79	180	-	-
305	recozido	595,0	266,0	50	-	-	B 80	180	-	-
309	recozido	630,0	315,0	45	-	-	B 85	-	-	-
310	recozido	665,0	315,0	45	-	-	B 85	180	-	-
314	recozido	700,0	350,0	40	-	-	B 85	180	-	-
316	recozido	588,0	294,0	50	-	-	B 79	180	-	273,0
316L	recozido	567,0	294,0	50	-	-	B 79	180	-	-
317	recozido	630,0	280,0	45	-	-	B 85	180	-	-
321	recozido	630,0	245,0	45	-	-	B 80	180	-	-
347	recozido	665,0	280,0	45	-	-	B 85	180	-	-

* Valor mínimo

2.1.2 Aço inoxidável austenítico 201

O preço elevado do níquel levou os aços inoxidáveis do tipo 200 com baixo teor de níquel (3,5 - 6%) e adições complementares de nitrogênio e manganês há serem uma ótima substituição para os aços inoxidáveis austeníticos comuns da série Fe-Cr-Ni Tipo 300. Além do Níquel, os elementos de liga Mn, Cu, C e N podem ser utilizadas nas adições

de Ni para estabilizar a estrutura austenítica. Além disso, o nitrogênio tem um forte efeito geralmente benéfico no endurecimento por tensão e nas propriedades mecânicas desses aços KARJALAINEN(33). Na série 200 os AIAs contêm alto teor de manganês, em vez de níquel, como o principal elemento de estabilização da austenita, a fim de reduzir os custos de fabricação.

Os aços inoxidáveis austeníticos 201, 201L e 201LN, como muitos outros da série 200 e 300, independente da norma que os rege eles são metaestáveis em temperatura ao redor da ambiente. Com isto, são passíveis a transformação martensítica ao serem submetidos a solicitação mecânica em função da temperatura de deformação (T_d) se encontrar dá acima da temperatura de início da transformação martensítica espontânea (M_i), seja por tensões elástica (T_d próxima a M_i) ou por deformação plástica. Ou seja, a austenita γ (CFC) transforma-se em martensita α' (CCC) diretamente ou de forma indireta tendo a transformação da austenita γ (CFC) em martensita ϵ (hexagonal compacta, HCP) e só em seguida em martensita α' (CCC). Este comportamento é definido como efeito TRIP (*Transformation induced plasticity*) e encontra-se melhor descrito na seção 2.5 deste capítulo 2 de revisão da literatura.

A estabilidade da austenita está relacionada com a energia de defeito de empilhamento e a diferença de energia livre para transformação martensíticas, que ambas são principalmente dependentes da composição química e a primeira da temperatura de deformação VITOS J.O Nilsson(34). Além disso, a taxa de deformação, estado de tensão e tamanho de grão austenítico também desempenham papéis muito importantes na determinação do grau de transformação martensítica na microestrutura final e nas propriedades mecânicas do material TALONEN et al.(35).

Na Tabela 3 são apresentadas as composições químicas aproximadas dos aços 201 e 201L (HAMADA(20)), 201LN (SADEGHPOUR A Kermanpur(21)) e para efeito de comparação, na Tabela 4 são apresentadas as composições para o aço 201 (OUTOKUMPU(18)) e 201LN (McGuire(22)).

Tabela 3 – Composição química dos aços 201, 201L (HAMADA(20)) e 201LN (SADEGHPOUR A Kermanpur(21)).

Aço	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	N	P	S
201	0,05	0,32	6,74	17,48	3,71	0,05	0,23	0,20	-	-
201L	0,03	0,28	7,40	17,00	3,70	0,01	0,05	0,20	-	-
201LN	0,03	0,34	5,90	16	3,91	0,11	0,15	0,10	0,03	0,01

Comparando as composições químicas apresentadas nas Tabela 3 e 4 verifica-se que o aço 201LN de SADEGHPOUR A Kermanpur(21) possui maior teor de C e menor teor de N, quando comparado à composição do aço 201LN definida na McGuire(22). Já os teores de C e N para o aço 201 de HAMADA(20) estão de acordo com a composição apresentada por OUTOKUMPU(18). Portanto, alguns autores usam composições e classificações que

Tabela 4 – Composição química dos aços 201 (OUTOKUMPU, 2013) e 201LN (McGuire(22)).

Aço	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	N	P	S
201	0,05	-	7,00	17,00	4,00	-	-	0,20	-	-
201LN	0,02	0,45	7,10	16,30	4,50	0,20	0,50	0,13	0,03	0,001

não estão de acordo com a ASM, sendo importante assim sempre buscar informações quanto a norma que foi seguida para fabricação do aço inoxidável que se faça foco de estudo ou de aplicação.

Os AIAs são convencionalmente usados em várias aplicações nas quais é necessária boa resistência à corrosão. Os AIAs metaestáveis são uma classe importante de aços nos quais a austenita pode ser transformada em martensita durante a deformação, que é o caso do 201LN. Portanto, os aços metaestáveis exibem maior resistência à tração e melhor conformabilidade do que os estáveis. Os AIAs metaestáveis são empregados em várias aplicações estruturais, como componentes ferroviários e automotivos, devido à necessidade de redução de peso e segurança em colisões de automóveis. No entanto, eles possuem uma tensão de escoamento relativamente baixa, o que limita suas aplicações PADILHA(36).

A resistência ao escoamento pode ser melhorada por métodos como endurecimento da solução, endurecimento por precipitação e refinamento de grãos. O refinamento de grãos é uma maneira eficaz de aumentar a resistência ao escoamento sem prejudicar a ductilidade PADILHA(36).

O AIA 201 tem uma alta resistência a oxidação devido a formação de uma película passiva fina de hidróxido de cromo formada sobre sua superfície. Essa característica permite que esses aços tenham uma grande aplicabilidade na indústria como utensílios de cozinha, peças de máquinas de lavar roupa, guarnições automotivas e tubos e canos industriais etc. No qual soluções ácidas têm sido comumente usadas nessas indústrias como agentes de decapagem para remover a camada de óxido ou algumas impurezas na superfície do AIA 201 FOU DA(37). Vários estudos têm sido conduzidos com o intuito de avaliar como a resistência a corrosão pode ser influenciada em função de modificações microestruturais e/ou da superfície, com base em tratamentos térmicos ou termoquímicos, seja na decapagem ou na aplicação final GAO e Zheng; VASHISHTHA; OLIVEIRA(38, 39, 40).

2.1.3 Transformações Martensíticas

As transformações de fases nos metais ocorrem basicamente de duas formas: com mudança na composição química pela modificação na posição dos átomos, chamada de transformação difusional ou com mudança na estrutura cristalina através de aplicação de tensões cisalhantes, chamada adifusional.

Desta forma, a transformação martensítica pode ser definida como uma mudança de

fase no estado sólido adifusional, resultante de um movimento coordenado e/ou cooperativo entre os átomos da fase matriz, ou seja, ocorre por cisalhamento de planos cristalográficos. A dimensão do movimento é inferior ao parâmetro de célula e mantém uma estreita correspondência de reticulado entre a fase matriz e a fase resultante que possui nova estrutura cristalina BADESHIA(3).

As principais características da transformação martensítica, são:

- A fase martensítica pode ser tanto uma solução sólida substitucional como intersticial;
- A composição química da fase martensítica é a mesma da fase matriz austenítica;
- A transformação é acompanhada por uma variação dimensional ou, sobre superfícies polidas, pelo aparecimento de relevo;
- Todo cristal de martensita possui um plano de hábito específico;
- Existe uma relação de orientação cristalográfica particular entre a fase austenítica e a martensítica;
- A transformação é altamente influenciada pela tensão mecânica aplicada e pela temperatura, quando esta não é observada espontaneamente e sim por efeito TRIP.

Além disto, do ponto de vista termodinâmico, as transformações martensíticas se dividem em dois grupos: as termoelástica e não termoelástica.

A diferença básica entre as transformações martensíticas termoelásticas e não termoelásticas é que a primeira é cristalograficamente reversível e a segunda não. Essa reversão é possível de acordo com a força motriz para a transformação martensítica, que é alterada pela energia livre química em função da proximidade ou não da magnitude do volume da célula unitária da fase mãe com o do produto da transformação martensítica.

Termodinamicamente é necessário que haja uma diminuição da energia livre de Gibbs do sistema a fim de que a transformação martensítica ocorra. Entretanto, a transformação requer um excesso de energia livre devido à energia não-química associada à transformação (energia de interface fase mãe / martensita e energia de deformação associada à variação do volume). Caso a diferença entre a energia livre química de ambas as fases não seja maior do que a energia livre não-química necessária, a transformação não se inicia BADESHIA(3). No gráfico da energia livre em função da temperatura (Figura 3) a temperatura T_0 corresponde à temperatura em que as energias livres das fases martensita e austenita são iguais, mas para ter se o início da transformação faz-se necessário um grau de super-resfriamento para se alcançar magnitude exigida da diferença da energia livre entre estas, isso ocorre através de um incremento da energia livre de fase mãe mais

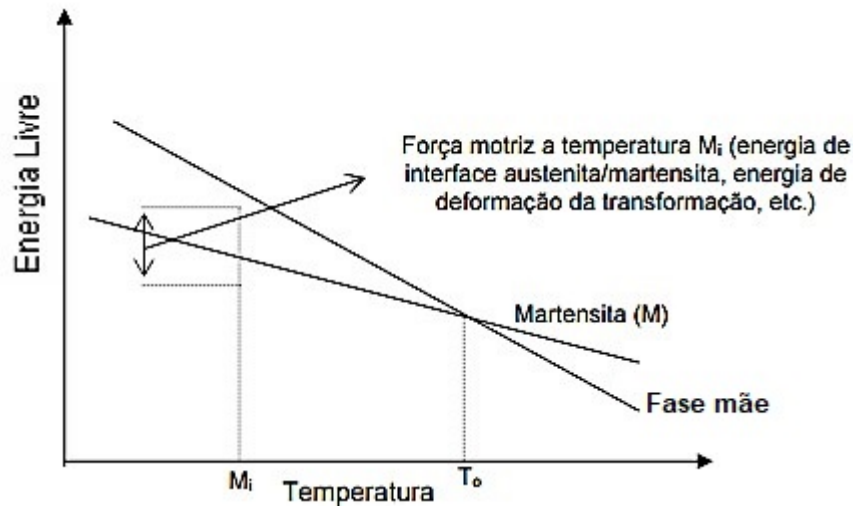


Figura 3 – Dependência da temperatura com a energia livre de Gibbs das fases austenita e martensita em relação à transformação martensítica FUNAKUBO e Kennedy(2).

significativa do que o da martensita em função do decréscimo da temperatura FUNAKUBO e Kennedy(2).

De acordo com FUNAKUBO e Kennedy(2) a variação da energia livre de Gibbs total (ΔG) devido à nucleação do cristal de martensita, no qual tem que se admitir que a mesma tem forma de lente cilíndrica com raio r e espessura média t (em que $r > t$) pode ser escrita de forma simplificada pela Equação 2.3:

$$\Delta G = \pi r^2 t \Delta G_c + 2\pi r^2 \sigma + \pi r t^2 (A + B) \quad (2.3)$$

Em que $\pi r^2 t$ é o volume aproximado do cristal de martensita, ΔG_c é a variação da energia livre química por unidade de volume, $2\pi r^2$ é a área aproximada da superfície, σ é a energia de interface por unidade de área, $A\pi(t/r)$ é a energia de distorção elástica por unidade de volume e $B\pi(t/r)$ é a energia de deformação plástica dentro do cristal de martensita por unidade de volume FUNAKUBO e Kennedy(2).

Na transformação termoelástica, a energia livre total associada à transformação é inferior à energia livre necessária para a nucleação da martensita, o que não acontece nas transformações não-termoelástica. As transformações martensíticas termoelásticas são cristalograficamente reversíveis com aquecimento à temperatura logo acima de M_i (temperatura de início da transformação martensítica) FUNAKUBO e Kennedy(2).

Na temperatura M_i o raio do cristal excede o valor crítico, tornando estável para o crescimento, a variação da energia livre química excederá em valor absoluto a soma das energias livres não químicas dos segundo e terceiro termos, em consequência o núcleo crescerá e a transformação ocorrerá.

Na transformação martensítica termoelástica, os cristais de martensita uma vez nucleados, crescem com a velocidade proporcional à taxa de resfriamento. Da mesma forma, se o calor for fornecido aos cristais eles decrescem (encolhem). A variação volumétrica da transformação não é muito significativa para a força motriz, tornando-se desprezível, sendo assim a energia associada a distorção elástica é a mais significativa. Por não introduzir defeitos na estrutura as posições atômicas são mantidas depois da transformação, e no aquecimento ocorre cisalhamento da rede e reversão da estrutura para a fase mãe. Devido ao potencial termodinâmico que não tem dependência da energia interfacial e nem da energia da deformação plástica, um material pode ter efeito memória de forma ou superelasticidade MORRIS(41).

Na transformação martensítica não-termoelástica, os cristais individuais de martensita nucleiam e crescem rapidamente para o tamanho final sem haver tempo para decrescer a temperatura. Para o progresso da transformação, ou seja, incremento da fração volumétrica de martensita formada, faz-se necessário o decréscimo da temperatura para surgimento de novos núcleos e subsequente crescimento rápido deste, repetindo este ciclo conforme a temperatura continua diminuindo MORRIS(41).

A significativa variação volumétrica gerada na transformação de fase martensítica não termoelástica está associada à estrutura cristalina das fases e os átomos envolvidos, na solução sólida substitucional e intersticial, para transformação da fase mãe em fase produto. A energia da interface criada e as energias de distorções elásticas e deformação plásticas vão ser significativas para promover a força motriz que será responsável pelo início e o progresso dela que vai ocorrendo ao decrescer a temperatura. Devido à energia de deformação plástica significativa, a transformação vai ocorrer com uma modificação em termos de defeitos em linha (discordâncias) junto a interface da região ainda não transformada, através do movimento de discordâncias que vão interagir entre si, multiplicar e se bloquear gerando uma dificuldade no progresso da transformação entre M_i e M_f (temperatura de fim da transformação martensítica). A região não transformada não tem mais a mesma característica de defeitos em linha que possuía antes, dificultando a transformação MORRIS(41).

Com relação à estrutura cristalina é possível afirmar que existe uma deformação homogênea da fase na qual suporta a transformação. O trabalho produzido por essa transformação é minimizado pela formação de uma placa fina de martensita em um determinado plano cristalográfico chamado de plano de hábito. Na Figura 4 está representada a mudança de forma que a transformação martensítica acarreta para o material. O plano de hábito é o vertical enquanto os vetores δ e s significam a dilatação e a deformação por cisalhamento, respectivamente. O vetor resultante é o deslocamento da rede representado por 'md'. Essa alteração estrutural consiste na deformação do plano invariante porque distorceu o plano de hábito BADESHIA(3).

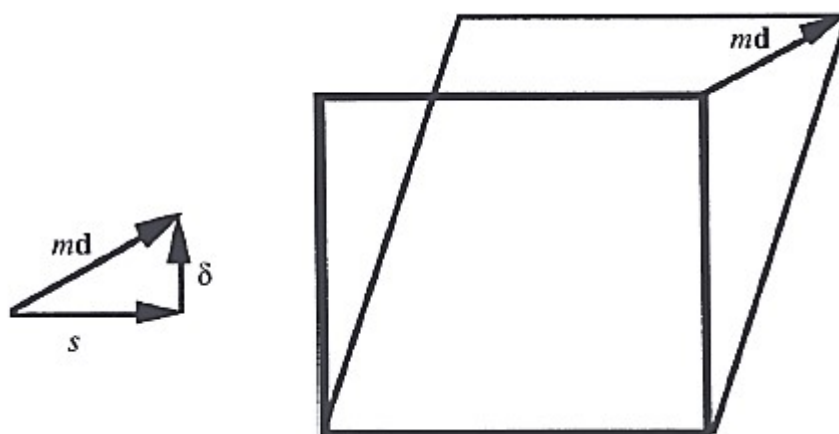


Figura 4 – Mudança estrutural devido à transformação martensítica BADESHIA(3).

Na segunda década do século passado Bain descobriu a existência de uma deformação intrínseca à transformação (mudança de forma) e propôs um mecanismo pelo qual a martensita poderia ser formada com um mínimo de movimentação atômica partindo da austenita. Onde afirma que a mudança estrutural de CFC para CCC pode ser alcançada por transformação homogênea e é suficiente para representar todas as transformações martensíticas. Conclui-se então que a deformação de Bain representa uma contração da célula unitária ao longo da direção $[001]$, eixo a_3 da Figura 5(a), acompanhada de uma expansão idêntica ao longo dos demais eixos. O resultado dessa deformação pode ser visualizado na Figura 5(d) BADESHIA(3).

Uma hipótese assumida na deformação de Bain é que exista pelo menos uma linha invariante durante a transformação. Partindo desse princípio a cristalografia da martensítica será formada se a combinação de duas forças cisalhantes (P_1 e P_2) resultando na rotação exata para modificar a estrutura CFC para CCC, como mostrado na Figura 6 BADESHIA(3).

A deformação de Bain converte a estrutura da fase mãe naquela pertencente a da fase produto. Quando combinada com uma apropriada rotação de corpo rígido, a rede de deformação homogênea de reticulados, RB, é uma deformação linear invariante ((a) ao (c), Figura 6). Entretanto, a deformação observada é planar e invariante ((a) ao (b), Figura 6). Se o segundo cisalhamento homogêneo, P_2 , é combinado com P_1 ((b) ao (c) Figura 6), então a estrutura é obtida com uma forma incorreta uma vez que $P_1P_2 = RB$.

2.1.4 Efeito TRIP

2.1.4.1 Aspecto Fundamentais para o Efeito TRIP

O efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), ou seja, plasticidade induzida por transformação, pode ser definido como uma exibição de uma plasticidade significativa

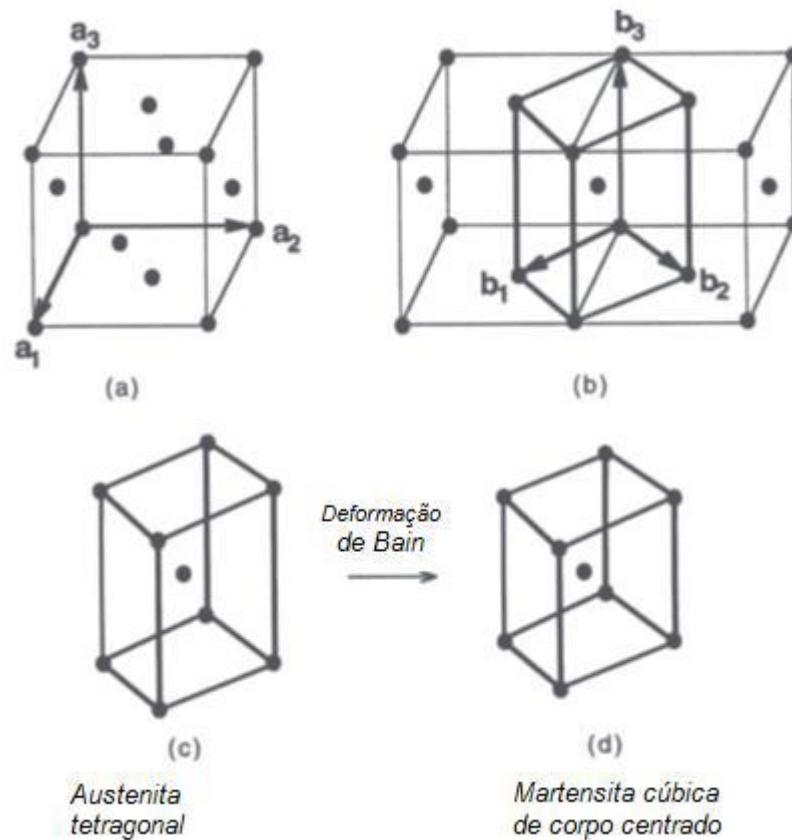


Figura 5 – Representação gráfica da (a) Estrutura CFC convencional; (b) relação entre as estruturas CFC e CCC com alguns pontos omitidos; (c, d) representação da deformação de Bain BADESHIA(3).

acompanhada de incremento na resistência mecânica em função de uma sollicitação mecânica externa, que se dá devido a mudança da fase mãe (nos aços, a austenita) em martensita induzida por tensão externa. Para que isso seja possível é necessário ter uma austenita metaestável na temperatura que a tensão está sendo aplicada. Esse efeito é fortemente influenciado pela temperatura e características dessa sollicitação mecânica, ou seja, a extensão da plasticidade e incremento da resistência são dependentes destes SHIRDEL(11).

O carregamento imposto juntamente com as tensões internas, de natureza cisalhante, geometricamente necessárias para acomodar as transformações conduzem a uma deformação irreversível em que a transformação da austenita em martensita é tida durante a deformação elástica ou plástica da austenita, em função da temperatura de deformação em relação ao M_i , como o principal mecanismo promovedor do aumento da ductilidade Andrade-Campos et al.(4).

A composição química destes tipos de aços austeníticos, ou da austenita retida dos multifásicos, é elaborada de modo que a temperatura de início de transformação martensítica, M_i , esteja em um nível de temperatura sub-zero. No entanto, a estabilidade de uma fase não depende apenas da sua composição química podendo ser influenciada

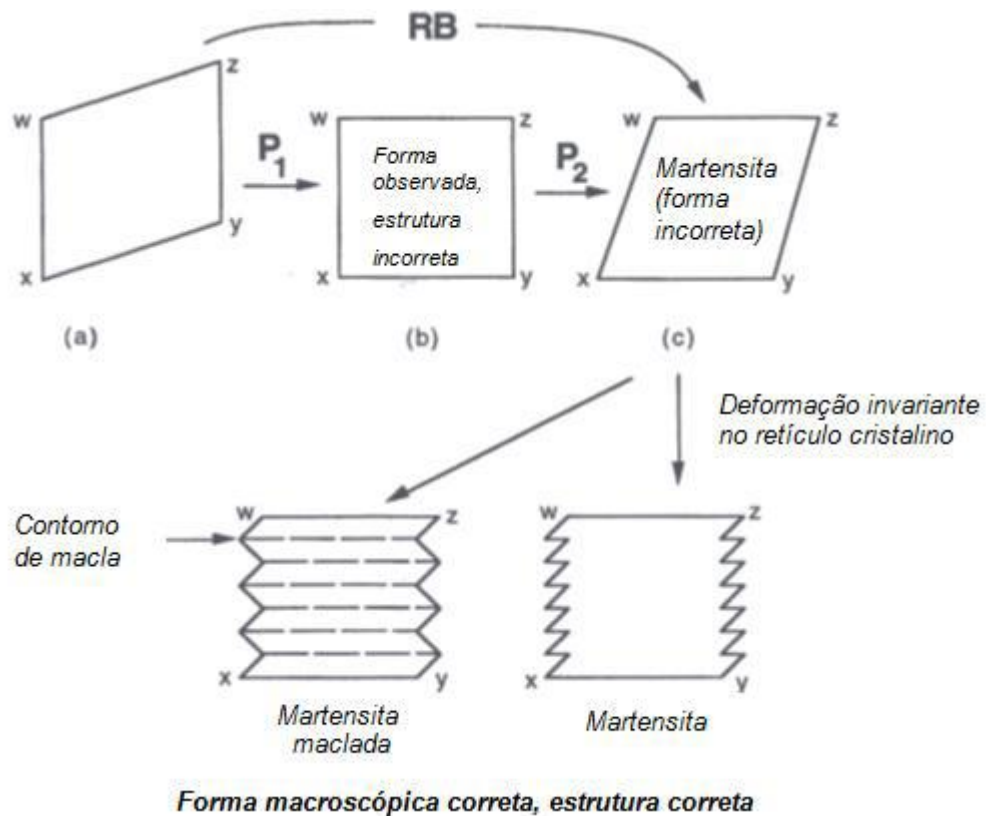


Figura 6 – Teoria da cristalografia martensítica BADESHIA(3).

também pelas tensões atuantes naquela fase, pela taxa de deformação aplicada e até mesmo pelo tamanho de grão. Assim, um material com composição química que permita que a austenita seja estável à temperatura ambiente pode perder a sua estabilidade se for submetida a um campo de tensão que altera a energia livre química da austenita, embora a da martensita permaneça inalterada, como ilustrado na Figura 7 Andrade-Campos et al.(4).

Observa-se no gráfico da Figura 7 que quando um campo de tensão é aplicado a energia livre química (ΔG_q) da austenita é incrementada devido à deformação gerada, e a energia livre total ou a força motriz para que a transformação se inicie apresenta um componente mecânico (ΔG_M) além do componente térmico (ΔG_T) já presente na situação sem aplicação de tensão. Este ΔG_M contribui para o ΔG_q total fazendo com que a transformação possa começar em temperaturas superiores a M_i e inferiores a M_d WAYMAN e Bhadeshia(42). Assim, tem-se:

- Transformações martensíticas que se iniciam em temperaturas $< M_i$: espontâneas, como descrito na seção 2.4;

- Transformações martensíticas que se iniciam no intervalo $M_i < \text{temperaturas} < M_d$: caracterizando o efeito TRIP;

É fundamental a compreensão da influência da tensão elástica e da deformação

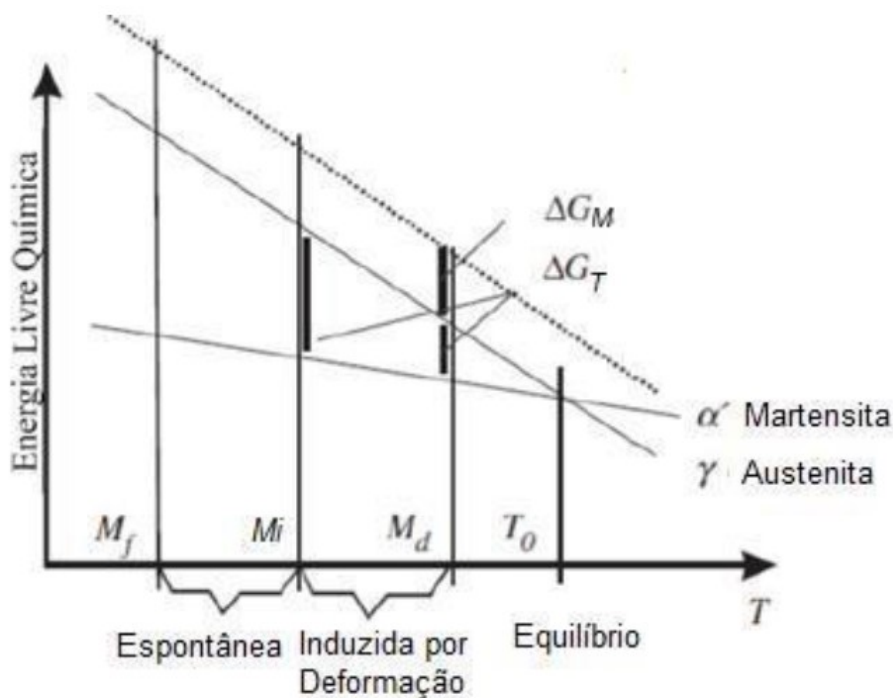


Figura 7 – Gráfico da variação da energia livre e seus componentes térmico e mecânico em função da temperatura (adaptado de Andrade-Campos et al.(4))

plástica no processo de transformação martensítica por efeito TRIP. Como mostrado na Figura 8, a aplicação de uma tensão em uma temperatura que não esteja muito acima de M_i (pode induzir a nucleação de martensita, embora a tensão esteja em um patamar abaixo da tensão de escoamento da fase mãe (austenita). Este fenômeno é denominado nucleação assistida por tensão, em que existem sítios de nucleação que são assistidos pela contribuição termodinâmica da tensão aplicada, isto é, a força motriz para a nucleação dos sítios que normalmente atuam sem qualquer tensão externa a M_i pode ser obtida a temperaturas acima da M_i . A nucleação induzida por tensão requer tensões maiores a temperaturas maiores, conforme a temperatura de deformação se afasta de M_i e se aproxima de M_i^σ , em concordância com a inclinação da linha AB que se faz presente na Figura 8 COHEN(5).

Na temperatura designada como M_i^σ a tensão requerida para a nucleação atinge a resistência ao escoamento plástico da fase austenítica, e então novos sítios de nucleação são introduzidos por deformação plástica. Sob essas condições, as tensões para nucleação a uma temperatura acima da M_i^σ não diminuem ao longo da linha AB, mas ocorre na linha BC (Figura 8) e a nucleação é denominada induzida por deformação plástica. M_d é a temperatura máxima na qual se forma a martensita induzida por deformação e acima desta temperatura, a força química motriz para a transformação de fase se torna tão pequena que a nucleação não pode ser mecanicamente induzida, mesmo em regime de deformação plástica COHEN(5).

Ao longo da linha AB (Figura 8), a tensão de escoamento é determinada pelo início da transformação assistida por tensão e aumenta com o aumento da temperatura, enquanto ao longo da linha BD a dependência da tensão de escoamento com a temperatura é evidenciada. A linha ABC designa as condições de tensão e de temperatura onde o efeito TRIP se inicia. Isso demonstra que a contribuição da transformação para a deformação plástica macroscópica é complexa e depende da fração volumétrica da martensita induzida mecanicamente, da magnitude da deformação bem como sua direção relativa à tensão aplicada COHEN(5).

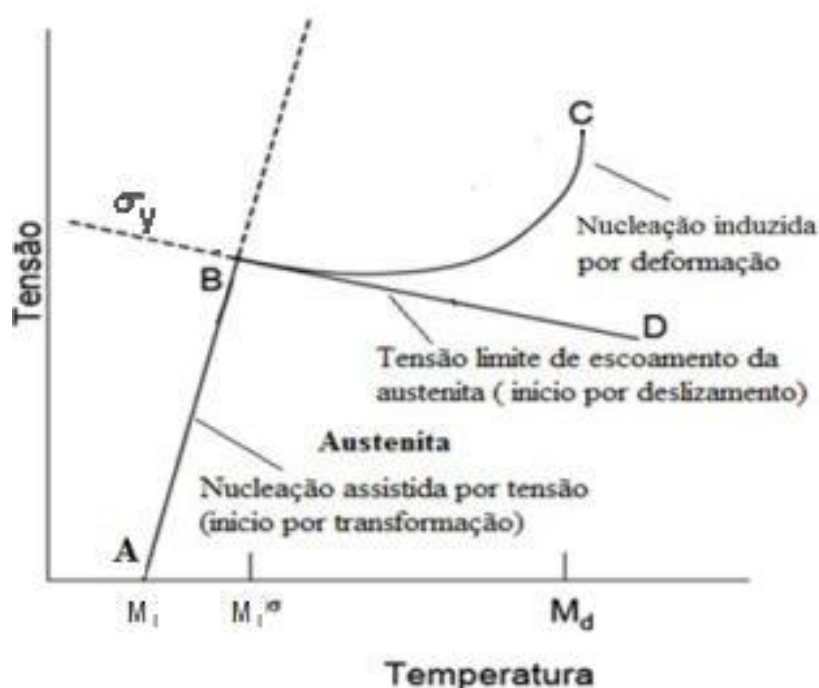


Figura 8 – Relação tensão versus temperatura e influência da tensão elástica e deformação plástica no efeito TRIP COHEN(5).

Sendo importante destacar que quando esta transformação é induzida por tensões elásticas a fase que irá acolher a componente de deformação é a martensita formada encruando-se, e podendo obter-se 100% de martensita formada em função da quantidade de deformação resultante. Por outro lado, quando esta indução se dá por deformação plástica, sub-regiões do interior do grão da austenita irão encruar para gerar uma interface propícia a nucleação da martensita que terá o seu crescimento no interior destes grãos, mas em direção a sub-região adjacente a interface não encruada. Dessa forma, neste caso as sub-regiões austeníticas encruadas, ou seja, de bandas de deformação, não se transformaram em martensita, e as regiões de martensita formada poderão ainda se encruar em função da quantidade de deformação resultante, mas nunca será possível obter 100% de martensita formada.

Como a nucleação da martensita é fortemente afetada pela composição química do material, a temperatura M_i pode ser estimada através de equações empíricas, mas é

necessária ter atenção as condições de contornos adotadas no trabalho que deu origem a equação em confronto com as características do material que deseja avaliar. Trazendo como exemplo a Equação 2.4 King e Larbalestier(43).

$$\begin{aligned} Mi(k) &= 1578 - 41,7(\%Cr) - 6,1(\%Ni) - 33,3(\%Mn) - 27,8(\%Si) \\ &= -36,1(\%Mo) - 1667(\%C + \%N) \end{aligned} \quad (2.4)$$

A temperatura Md é muito difícil de determinar. Contudo, estima-se a temperatura Md30, que é a temperatura na qual 50% de martensita se formará após 30% de deformação verdadeira, sendo esta inferior à temperatura Md. Uma de suas representações mais comuns foi estabelecida por Angel e posteriormente modificada por Nohara (Equação 2.5).

$$\begin{aligned} Md30(^{\circ}C) &= 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) \\ &= -13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \end{aligned} \quad (2.5)$$

Os AIAs possuem uma estrutura CFC em que os átomos estão dispostos nos planos compactos 111 empilhados numa sequência ABCABC e os deslizamentos dos planos ocorrem na direção $\langle 110 \rangle$. Porém, pode ocorrer dissociações parciais das discordâncias, chamada de parciais de Schockley, onde a direção de escorregamento é a $\langle 112 \rangle$, gerando um defeito de Empilhamento (DE) com estrutura Hexagonal Compacta (HC), AB- AB. Essa DE possui uma energia associada a ela chamada de energia de defeito de empilhamento (EDE), medida através da distância entre as discordâncias parciais de Schockley UNFRIED-SILGADO; LU(44, 45).

A EDE é uma propriedade física fortemente relacionada com o tipo de deformação que o material poderá sofrer, influenciando nas propriedades mecânicas. Quanto maior for a EDE menor será a distância entre as discordâncias parciais, assim, maior será a densidade de discordância e terão menor mobilidade, porém tem uma forte tendência a ocorre aniquilações de discordâncias com sinais opostos UNFRIED-SILGADO; SHEN(44, 46).

Os AIAs são conhecidos por terem baixa EDE em função da sua composição química, uma vez que a EDE é fortemente afetada pela composição dos aços. Com isso, equações empíricas foram propostas para calcular a EDE em função dos elementos de liga como por exemplo a Equação 2.6 que foi proposta por Brofman e AnsellHAMADA(20).

$$EDE_{BROFMAN/ANSELL}(mJ/m^2) = 16,7 + 2,1(\%Ni) - 0,9(\%Cr) + 26(\%C) \quad (2.6)$$

2.1.4.2 Efeito TRIP em AIA 201

Uma serie de trabalhos são encontrados na literatura que reportam a ocorrência do efeito TRIP em AIAs tanto da série 300 como da serie 200. Observando o foco do presente trabalho no estudo de um aço AIA ASTM 201LN, foram selecionados dois trabalhos que reportam o efeito TRIP em aços 201 com destaque as suas variações composicionais. Na seção da Reversão Martensítica (seção 2.6), outros trabalhos são reportados de forma concomitante a formação de martensita por efeito TRIP e sua subsequente reversão no recozimento.

De acordo com C.GAUSS(6), o AIA 201 com composição química apresentada na Tabela 5, após ser submetido a um ensaio de tração uniaxial em temperatura ambiente com uma velocidade de $1,7 \times 10^{-6}$ ms⁻¹ apresentou a seguinte curva de tensão-deformação de engenharia que é mostrada na Figura 9. No qual a tensão de escoamento de 0,2% de deformação e a tensão associada a 0,5% de deformação de extensão sob tensão (EUL) são de 476 e 508 MPa, respectivamente. A amostra foi tracionada até uma deformação longitudinal equivalente a $\epsilon = 0,40$ e apresentou um limite de resistência à tração (LRT) de aproximadamente 1027MPa.

Tabela 5 – Composição química (% em peso) do AIA 201 C.GAUSS(6).

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu
0,024	7,018	0,382	0,164	0,072	17,060	4,070	0,043	0,005	bal.
Co	V	Nb	O	Ti	Sn	W	N	-	-
0,062	0,041	0,004	0,003	0,004	0,006	0,015	0,164	-	-

Além disso, o autor fez o monitoramento da fração volumétrica das fases martensita- α' , martensita- ϵ e austenita- γ , através do uso de um simulador termo-mecânico customizado *Gleeble*TM 3S50 e da técnica de Espalhamento de Raios-X e Simulação Termo-Mecânica (XTMS), conforme comportamento mostrado na Figura 10.

De modo a compreender melhor a evolução microestrutural, C.GAUSS(6) explorou os dados da curva da Figura 10 dividindo-a em 3 regiões, sendo elas:

I. No estágio muito inicial da deformação (Região I), a transformação de γ produziu ϵ - martensita e a mesma aumentou continuamente com o aumento da deformação resultante no material. Portanto, é plausível supor que o trabalho de endurecimento do material em estudo, em função da composição e condições do ensaio, é governado pelo acúmulo de defeitos em γ neste estágio.

II. Na Região II, a quantidade de α' aumentou acentuadamente com diminuição subsequente de ϵ e γ . Esse comportamento se manteve constante durante essa região. Portanto, o trabalho de endurecimento neste estágio pode ser explicado principalmente pela formação de α' e não apenas pelo acúmulo de defeitos na austenita do material em estudo, em função da composição e condições do ensaio.

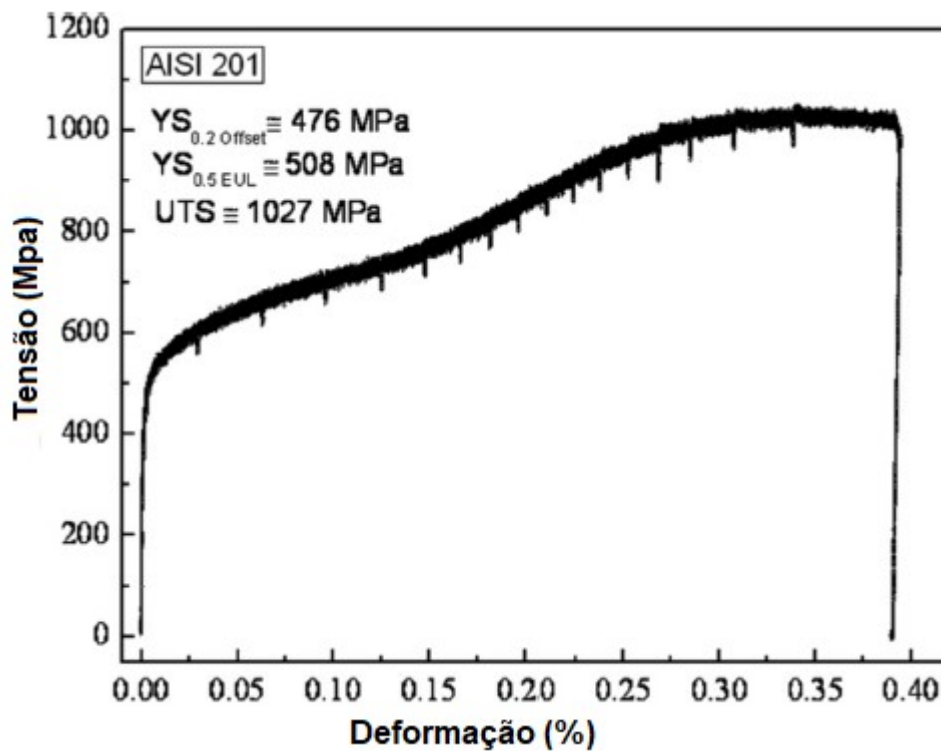


Figura 9 – Curva tensão-deformação de engenharia do aço inoxidável austenítico AIA 201 C.GAUSS(6).

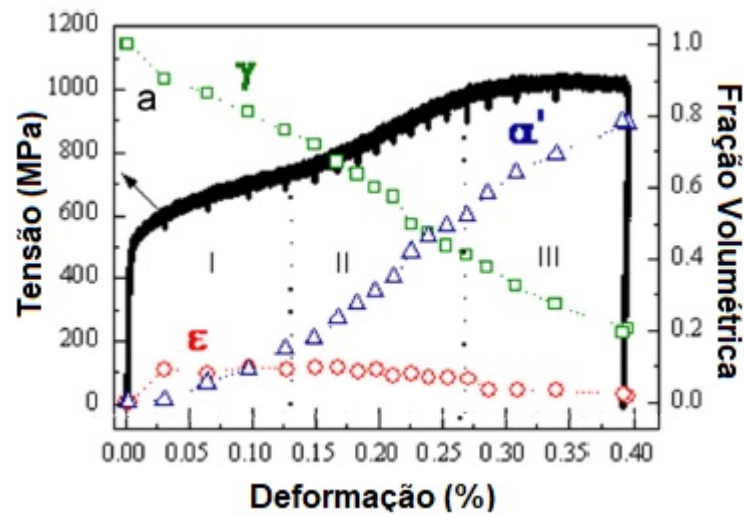


Figura 10 – Correlação entre um ensaio de Tração do AIA 201 e as frações do volume das fases presentes C.GAUSS(6).

III. Na Região III, o experimento atingiu o limite máximo de resistência a tração e a taxa de formação de α' diminuiu. Os valores da fração volumétrica das fases γ e α' na microestrutura foram 20 e 80% respectivamente e se mantiveram quase constante nessa região.

FILHO(7) assim como C.GAUSS(6) fez um ensaio de tração uniaxial no AIA 201

com a composição química apresentada na Tabela 6, na qual a amostra foi submetida a um ensaio em temperatura ambiente na velocidade de $1,7 \times 10^{-6} \text{ ms}^{-1}$, em que sua curva de tensão-deformação é mostrada na Figura 11. Nota-se que a resistência ao escoamento a 0,2% de deformação é de 465 MPa e o limite de resistência a tração na deformação de $\epsilon = 0,34$ é de aproximadamente 990 MPa. Estes valores são um pouco menores que os valores encontrados por C.GAUSS(6), esse comportamento pode ser associado a uma pequena variação da deformação máxima exposta no material, nesse trabalho é cerca de 0,06% menor, já que a composição química e a velocidade de ensaio em ambos os trabalhos são iguais. O incremento da deformação no AIA 201 provoca um aumento no volume da fase Martensítica oriunda do efeito TRIP até uma deformação de saturação por volta de 40%, esse comportamento será melhor detalhado nas próximas seções MOALLEMI(10).

Tabela 6 – Composição química (% em peso) do AIA 201 FILHO(7).

C	Mn	Si	N	Cu	Cr	Ni	Mo	Al	Fe
0,024	7,018	0,382	0,164	0,072	17,060	4,070	0,043	0,005	bal.

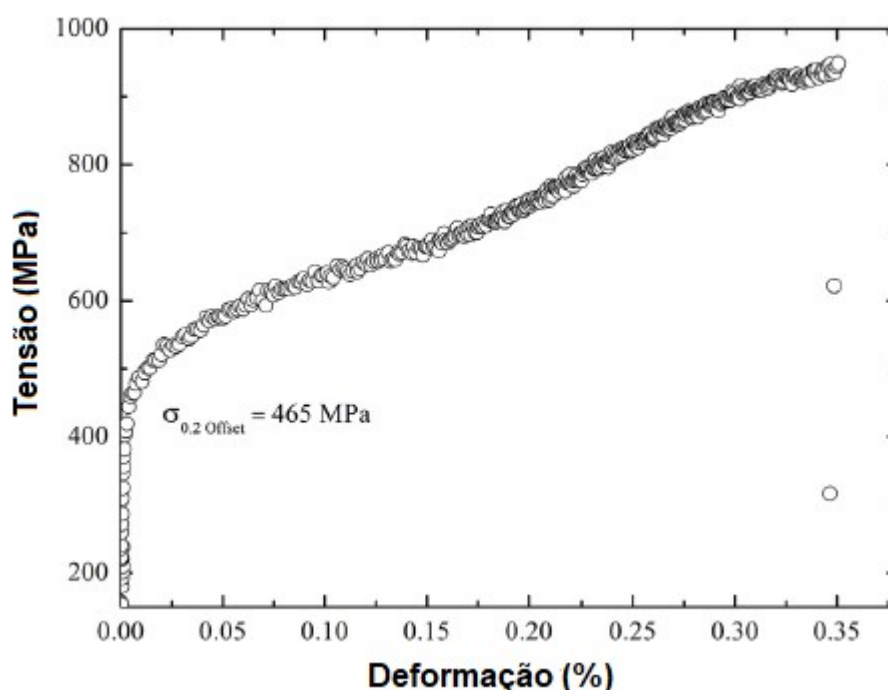


Figura 11 – Curva de tensão-deformação obtida de um AIA 201 FILHO(7).

2.1.5 Reversão Martensítica

Muitos estudos foram realizados em relação à produção de aços inoxidáveis de grãos ultrafinos / nano, a fim de obter alta resistência associada a boa ductilidade. Para esse fim, várias técnicas foram utilizadas, incluindo deformação plástica severa, como torção de alta

pressão e prensagem angular de canal, de modo a induzir a transformação martensítica seguido de recozimento posterior Song et al.(47).

Outra rota para fabricar aço de grão ultra fino, chamado processo termomecânico avançado, inclui vários métodos, como o recozimento convencional posterior a laminação a frio, sendo uma rota mais adequada do ponto de vista de aplicações industriais. Geralmente é difícil obter grãos com tamanho sub-micrômetro por qualquer tratamento termomecânico convencional. Recentemente, um processo termomecânico foi desenvolvido por transformação reversa da martensita induzida por deformação (MID) em austenita para obter tamanho de grão nano / sub-micrométrico em AIAs metaestáveis. Nesse processo, a martensita induzida por deformação formada por laminação a frio é revertida para austenita durante o recozimento subsequente, abaixo da temperatura para promover a completa recristalização, levando a um refinamento considerável dos grãos ESKANDARI, Kermanpur e Najafzadeh; REZAEI et al.(48, 28).

Os processos tanto de formação de martensita como da sua reversão em austenita têm sido extensivamente estudado para os aços inoxidáveis austeníticos (AIA). TOMIMURA(9) desenvolveu um tratamento termomecânico para obter estrutura austenítica com um tamanho de grão de cerca de 200 nm em dois AIAs não comercial e metaestável com as composições apresentadas na Tabela 7, com um limite de escoamento de cerca de 0,8 GPa.

Tabela 7 – Composição química (% em peso) do AIA 201 TOMIMURA(9).

Aços	Cr	Ni	Outros
16Cr-10Ni	15,62	9,83	C, N < 0,005
18Cr-9Ni	17,62	8,78	Si, Mn < 0,1

Por outro lado, outros pesquisadores, como JOHANNSEN, Kyrolainen e Ferreira(49),SCHINO, Salvatori e Kenny(50) e ESKANDARI, Najafzadeh e Kermanpur(27) obtiveram estrutura de grão nano / ultrafino em diferentes aços da série 300 dos AIA comerciais usando tratamento termomecânico em condições específicas. De acordo com o conhecimento dos autores, menos trabalho foi realizado no desenvolvimento de estruturas de grãos nano / ultrafinos nos aços inoxidáveis da série 200, destacando alguns deles a seguir nesta revisão da literatura.

MOALLEMI et al.(8) ao estudar o AIA 201 lamindo a frio com 90% de redução acumulada e com a composição química apresentada na Tabela 8, relataram que quanto maior a temperatura de recozimento mais rápida será a taxa de reversão para tempos entre 15-60s até a temperatura máxima de 900 °C. Porém, os autores confirmaram que em um recozimento com temperatura fixa de 900 °C em tempos prolongados, entre 600-1800 s, o material apresentou um aumento secundário na fração volumétrica da martensita durante a tempera conforme o tempo de tratamento era incrementado. Um mecanismo

possível para a explicação deste fenômeno é o aumento da temperatura M_i do aço, devido à precipitação de carbonetos, que leva à formação de martensita induzida termicamente durante a têmpera. 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 em um aumento da força motriz para a formação de martensita durante a têmpera. Este fenômeno não foi reportado para os aços inoxidáveis com baixo teor de carbono, tais como 316L e 304L.

Tabela 8 – Composição química (% em peso) do AIA 201 MOALLEMI et al.(8)

C	Mn	Si	P	Cr	Ni	Mo	Al	Nb	N	Fe
0,08	5,90	0,54	0,04	16,60	3,70	0,11	0,05	0,002	0,04	bal.

Na Figura 12 é apresentada uma ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIA 201 proposto por MOALLEMI et al.(8).

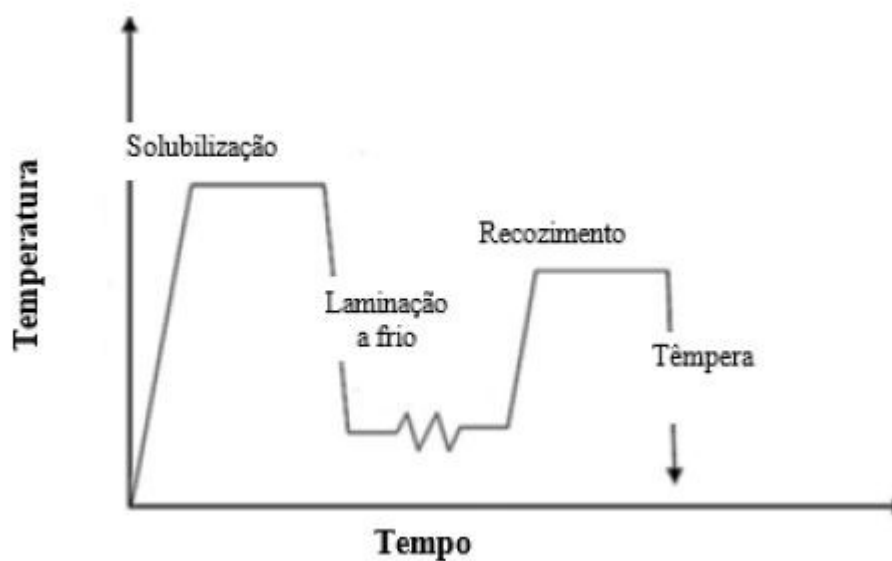


Figura 12 – Ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIA 201 (Adaptado de MOALLEMI et al.(8)).

Em função da temperatura de recozimento e da composição química do AIA a reversão da martensita em austenita pode ocorrer através de dois mecanismos: difusional e de cisalhamento. No mecanismo de cisalhamento há uma alta densidade de discordâncias após a reversão e os grãos de austenita refinados tem sua estrutura de defeitos restaurada através dos fenômenos de recuperação e recristalização. Já a reversão difusional é caracterizado pela nucleação de grãos de austenita equiaxiais dentro da matriz martensítica e os grãos de austenita crescem gradualmente durante o recozimento. Na Figura 13 é ilustrada as características desses mecanismos TOMIMURA; BAGHBADORANI(9, 51).

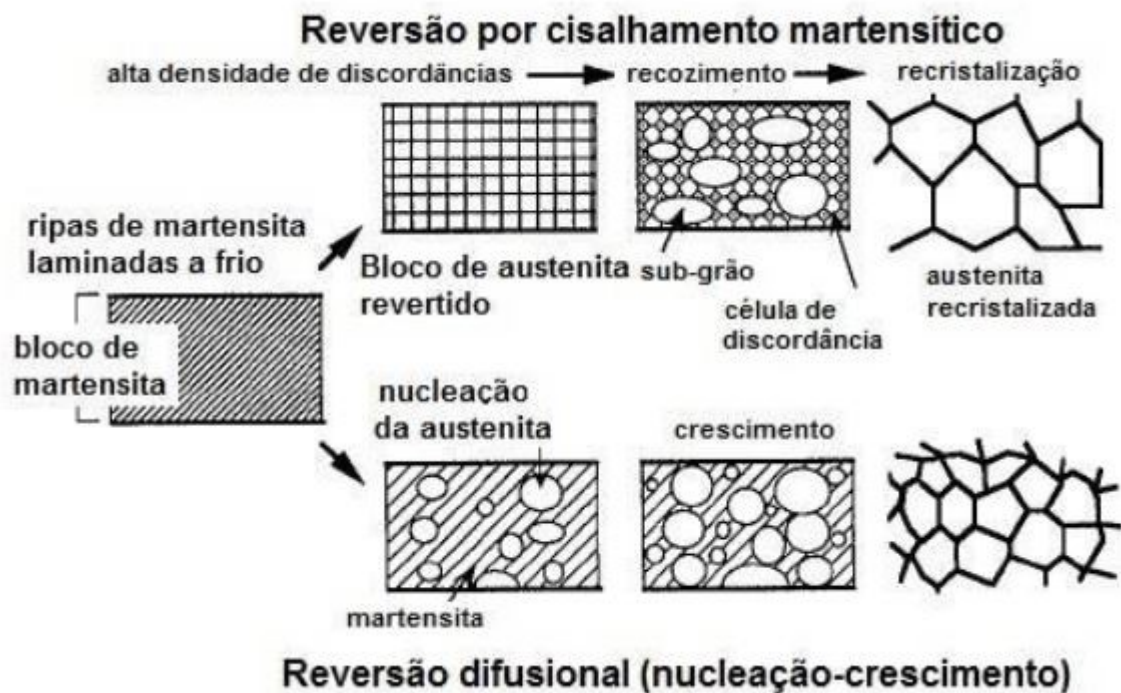


Figura 13 – Diagrama esquemático das características dos mecanismos de reversão de martensita para austenita por difusão e por cisalhamento (adaptado de TOMIMURA(9)).

O mecanismo de reversão depende significativamente das composições químicas dos aços empregados e da temperatura de recozimento, no qual o aumento na razão de Ni/Cr contribui para um incremento na variação da energia livre de Gibbs entre as estruturas CFC e CCC, implicando em um decréscimo na temperatura de reversão por cisalhamento martensítico. TOMIMURA(9) sugeriram que o mecanismo dominante no processo de reversão em um sistema Fe-Cr-Ni pode ser determinado através da Equação 2.7, com a qual é possível estimar que a força motriz crítica para a ocorrência de reversão completa por mecanismo adifusional é de aproximadamente -500 J/mol.

$$\begin{aligned}
 \Delta G^{\alpha \rightarrow \beta} &= 10^{-2} \Delta G_{FE}^{\alpha \rightarrow \beta} (100 - Cr - Ni) - 97,5Cr \\
 &= +2,02Cr^2 - 108,8Ni + 0,52Ni^2 - 0,05CrNi \\
 &= 10^{-3}T(73,3Cr - 0,67Cr^2 + 50,52Ni - 0,84Ni^2 - 1,51CrNi) \quad (2.7)
 \end{aligned}$$

MOALLEMI et al.(8) notou que a fração volumétrica de martensita induzida por deformação aumenta com o aumento na redução de espessura e tem um valor saturado na redução de 35% no AIA 201, levando à deformação de saturação (ϵ_c) de 0,4, como pode ser visto na Figura 14. Vale ressaltar que ϵ_c desempenha um papel importante na formação do tamanho de grão ultrafino. Segundo ESKANDARI, Najafizadeh e Kermanpur(27) a ϵ_c foi de 0,7 para o aço inoxidável 301. Isso pode ser atribuído à menor energia de falha de

empilhamento do aço 201 em comparação com a do aço inoxidável 301. O motivo pode ser atribuído a: (i) Ni substituído parcialmente por outros elementos de austenitização, como Mn e N e (ii) menor quantidade de conteúdo de carbono, os quais promovem transformação de austenita em martensita.

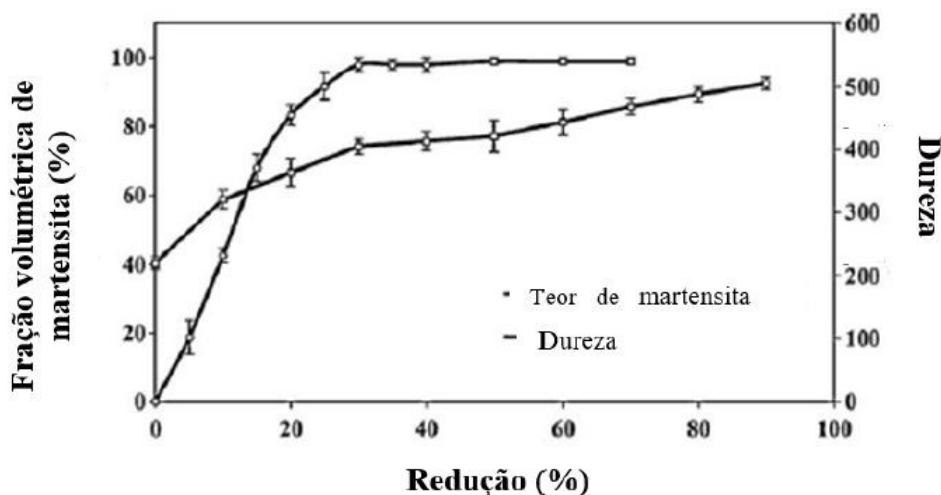


Figura 14 – Efeito da redução de espessura na fração de martensita e dureza no aço inoxidável austenítico 201 (Adaptado de MOALLEMI et al.(8).

Na Figura 15 é ilustrada a fração do volume de martensita em função da redução da espessura por laminação a frio a 25 °C e correlaciona com a dureza Vickers para o aço inoxidável austenítico 201 com composição química apresentada na Tabela 9. Como pode ser visto, a fração volumétrica de martensita é aumentada com um incremento na redução de espessura e é saturada com redução de 35%, levando a uma deformação de saturação (ϵ_s) de 0,4. Além disso, pode-se observar que a dureza aumenta acentuadamente até 40% da redução e que amostra recozida a 1150 °C por 150min apresentou uma dureza de é de 220 HV. Uma redução adicional altera ligeiramente o conteúdo da martensita induzida por deformação e principalmente leva ao refinamento da agulhas da martensita e uma concentração cada vez maior de defeitos no interior do aço MOALLEMI(10).

Tabela 9 – Composição química (% em peso) do AIA 201 MOALLEMI(10).

Fe	C	Si	Mn	N	Cr	Ni
0,08	0,54	5,91	16,60	0,04	3,73	0,04

MOALLEMI 2016 afirma que para AIA 201 laminado a frio a 25 °C, obteve as medidas da fração volumétrica de martensita utilizando as técnicas de ferritoscopia e DRX, conforme apresentado na Figura 16. Como pode ser visto, há uma boa concordância entre os dados de DRX e ferritoscopia, porém deve-se notar que a medição de martensita com DRX pode conter alguns erros nos cálculos. Esses erros devem-se, por exemplo, à escolha do número de reflexões para os cálculos da fração de volume de martensita, sendo assim é essencial usar um número adequado de reflexões dos planos martensita e austenita

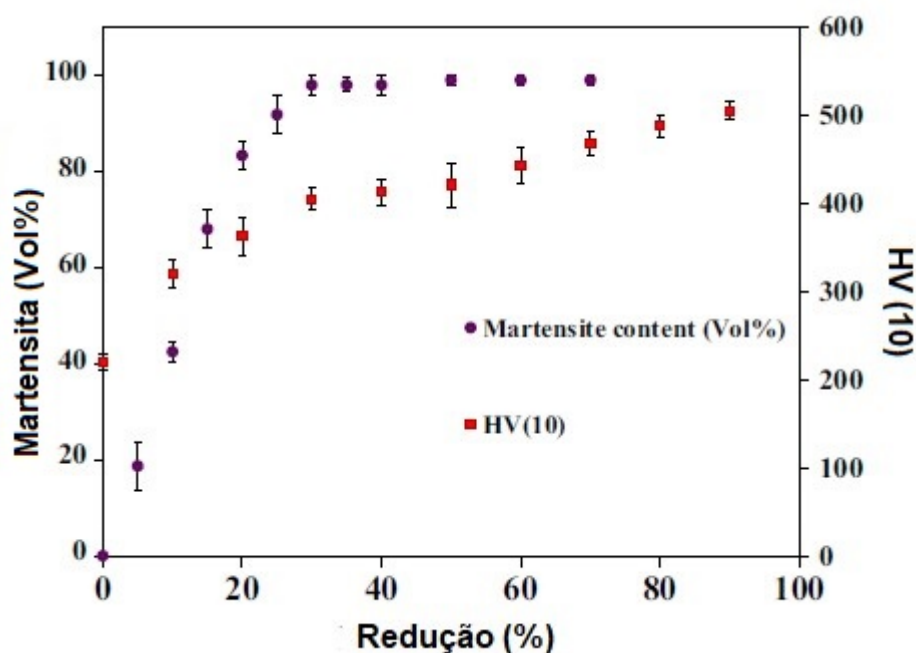


Figura 15 – Efeito da laminação a frio na fração e na dureza do volume de martensita α' no AIA 201 MOALLEMI(10).

para levar em consideração todos os principais componentes da textura possível. O autor utilizou três reflexões para o cálculo das frações volumétricas de martensita e os valores obtidos estavam em boa concordância com os dados do ferritoscópio.

O método DRX, no entanto, consome mais tempo que o ferritoscópio. Os autores acreditam que a medição da martensita com o ferritoscópio pode ser mais rápida e mais lucrativa do que o método de DRX. Embora o Ferritoscópio pareça fornecer uma maneira rápida, reproduzível e confiável de medir o conteúdo de martensita da chapa de aço inoxidável investigada, alguns parâmetros geométricos, como a espessura e a condição da superfície das amostras, podem afetar a medição e, portanto, novas investigações podem ser necessárias MOALLEMI(10).

Na Figura 17 são mostradas micrografias obtidas para as amostras do AIA 201 com a composição química apresentada previamente na Tabela 9, que foram submetidas a um recozimento a 900 °C por diferentes períodos de tempo de encharque após prévia redução 90% na laminação a frio. Como mostrado na Figura 17a, o menor valor de tamanho de grão de cerca de 70 nm foi alcançado por recozimento por 15 s. No entanto, a microestrutura não era totalmente austenítica e consistia em uma mistura de 86% de austenita e 14% de martensita α' , medida por ferritoscopia. Na Figura 17b é mostrada a microestrutura com o tamanho de grão de cerca de 100 nm e uma fração de austenita revertida (95%) que foi alcançada por recozimento por 30 s MOALLEMI et al.(8). Por fim, na Figura 17c é destacado o crescimento do grão com o aumento do tempo de recozimento para 1200 s nessa temperatura.

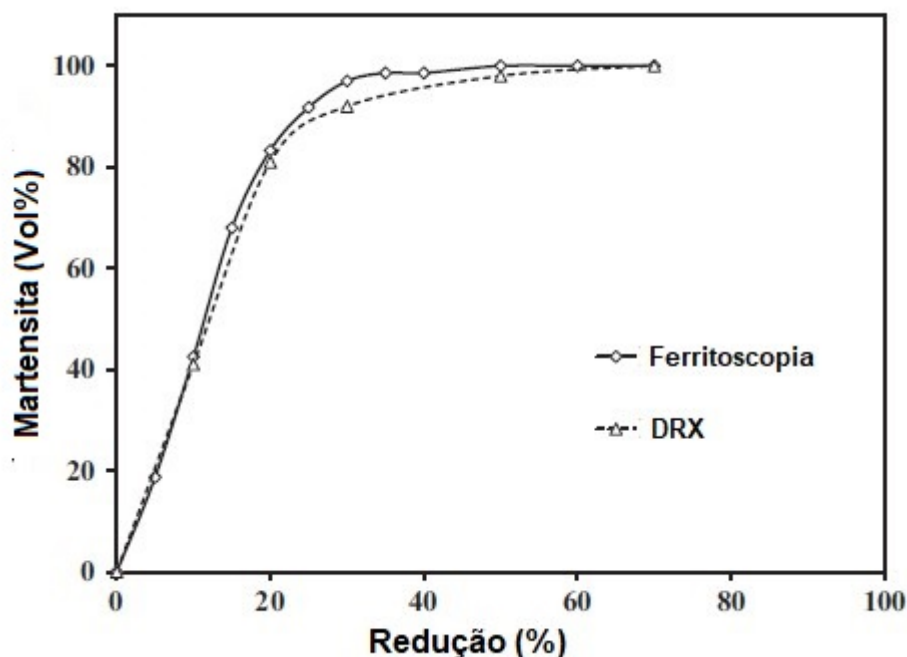


Figura 16 – Frações de volume martensita α' obtidas pelos métodos de difração de Raios X e ferritoscopia no AIA 201 em função do percentual de redução MOALLEMI(10).

SHIRDEL(11) avaliou a transformação martensítica, sua reversão, o refinamento de grão resultante e sua influência nas propriedades mecânicas de um aço 304L. Para isso laminou-se o material a frio até reduções de espessura de 25, 35, 45, 55 e 65% e realizou-se tratamento térmico de recozimento nas temperaturas entre 600 e 850 °C em tempos entre 1 e 240 minutos. Constatou-se que a laminação a frio à temperatura ambiente não conseguiu formar a quantidade ideal de martensita superior a 90%, segundo TOMIMURA(9). Para a etapa de reversão, realizou-se a laminação a frio com 65% de redução a temperatura de -10 °C e obteve-se 91% de martensita. Além disso, estabeleceu-se um parâmetro de redução efetiva de espessura em 26% de redução, considerando a redução da taxa de transformação martensítica e a mudança de comportamento na curva de dureza.

Em relação ao processo de reversão martensítico verificou-se que um aumento na temperatura ou tempo de tratamento térmico de recozimento colaboraram para o decréscimo na fração volumétrica de martensita, sendo a temperatura mais efetiva neste sentido, pois incrementa a taxa de reversão. Os dois mecanismos de reversão foram observados neste aço. O mecanismo difusional se passou em temperaturas entre 600 e 650 °C, enquanto o por cisalhamento em temperaturas superiores a 700 °C. Observou-se a presença de uma transformação martensítica secundária durante o resfriamento no tratamento de reversão em temperatura igual a 850 °C, devido ao aumento da temperatura M_i em função da precipitação de carbonetos SHIRDEL(11).

Em relação ao refino dos grãos austeníticos constatou-se que o menor tamanho de

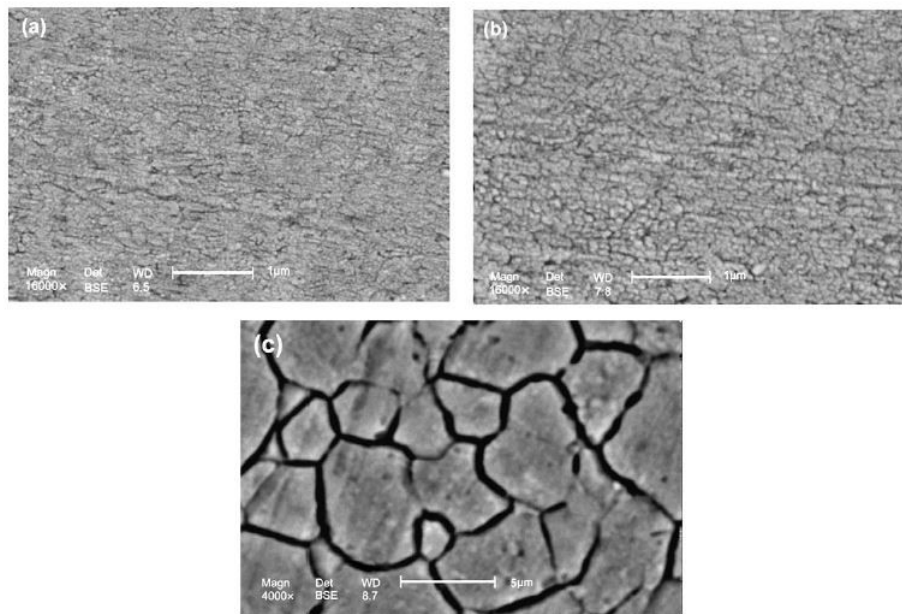


Fig. 6. SEM images of the specimens annealed at 1123 K for: (a) 15 s, (b) 30 s and (c) 1200 s.

Figura 17 – Micrografias de uma AIA 201 recozido em 900 °C, após prévia redução de 90% na laminação a frio, por a)15 s b)30 s e C) 1200 s (Adaptado deMOALLEMI et al.(8).

grão foi obtido com o tratamento térmico a 650 °C durante 240 minutos e que o tamanho de grão médio foi de 500 nm com a observação de alguns poucos grãos menores que 100 nm SHIRDEL(11).

Desenvolveram com base neste estudo um mapa de refino de grãos para o aço 304L, conforme ilustrado na Figura 18, onde observa-se em destaque uma região adequada para a formação de grãos ultrafinos cuja temperatura de recozimento adequada para formação de grãos com tamanho inferior a 500 nm é de aproximadamente 791 °C.

SOUZA(12) mostrou aspectos a evolução estrutural da reversão por meio de resultados obtidos por ferritoscopia, dureza, DRX (Identificação/ quantificação de fases e microtextura) e micrografias que amostras de chapa do AIA ASTM 201LN, de composição muito próxima ao do presente estudo, laminadas a frio (53,2% de redução e 30% de martensita α' formada). Neste trabalho foi observada a reversão martensítica de forma completa e uma estrutura de grãos refinados circundada por grãos maiores na amostra recozida em 750 °C em um tempo de 15 minutos com pré-resfriamento em salmoura após a laminação a frio (amostra 1TTSA_15), como pode ser visto nas micrografias apresentadas na Figura 19b em que aparece grãos menores de austenita (γ) proveniente da reversão da martensita juntamente com grãos maiores resultantes da recristalização das regiões de austenita encruada (γ_{enc}) na laminação prévia. Além disso, nota-se que ao comparar essa amostra com o seu estado CR antes do recozimento (Figura 19a), houve um efetivo

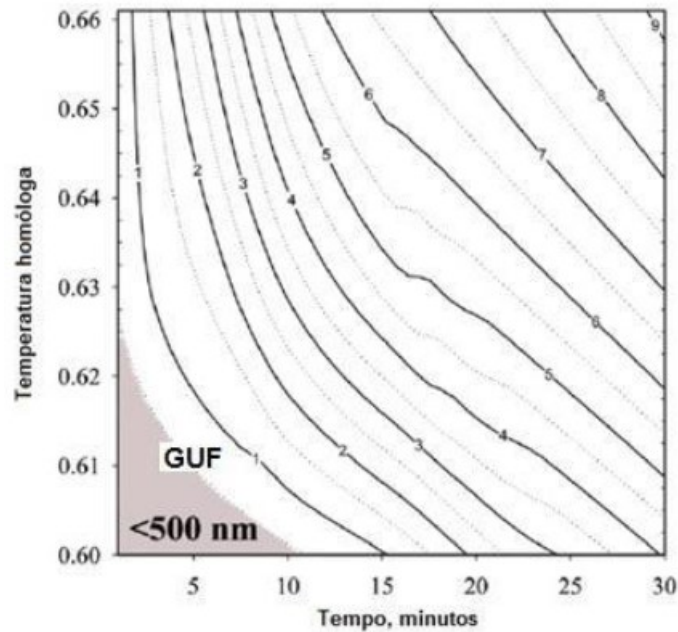


Figura 18 – Mapa de refinamento de grãos após reversão para aço 304L com destaque para região adequada para a formação de estrutura manométrica (adaptado de SHIRDEL(11)).

refinamento no tamanho de grão na amostra tratada termicamente.

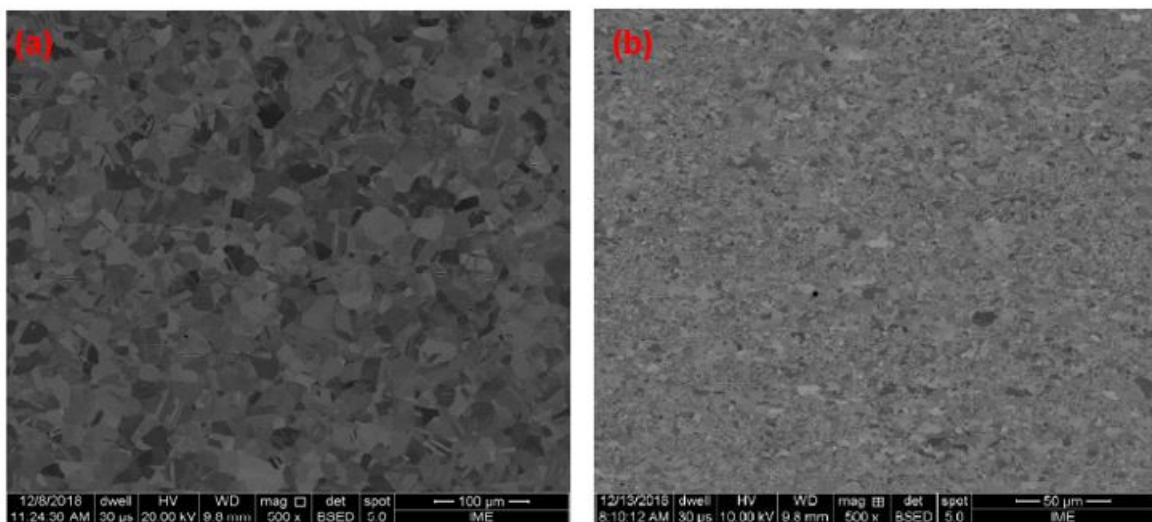


Figura 19 – Micrografias aumentadas em 500x de um AIA ASTM 201LN no estado como recebido (a) e recozido em 750 °C por 15 minutos (b), após redução de 53,2% na laminação a frio com resfriamento prévio em salmoura (Adaptado de SOUZA(12)).

Na Figura 20 é apresentada a análise microestrutural via MEV/EBSD através do *software Esprit 1.9.4*. da amostra 1TTSA_15, nota-se a presença de uma microestrutura refinada com um tamanho médio de grão de 7,68 μm , valor bem inferior ao encontrado na amostra no estado como recebida ($\sim 43,70 \mu\text{m}$). Entretanto, conforme mostrado em

suas micrografias (Figura 19b) ainda há a existência de grãos de austenita encruados, evidenciando a necessidade de se dá continuidade à rota de processamento na tentativa de se obter grãos mais refinados em temperaturas maiores e tempos menores SOUZA(12).

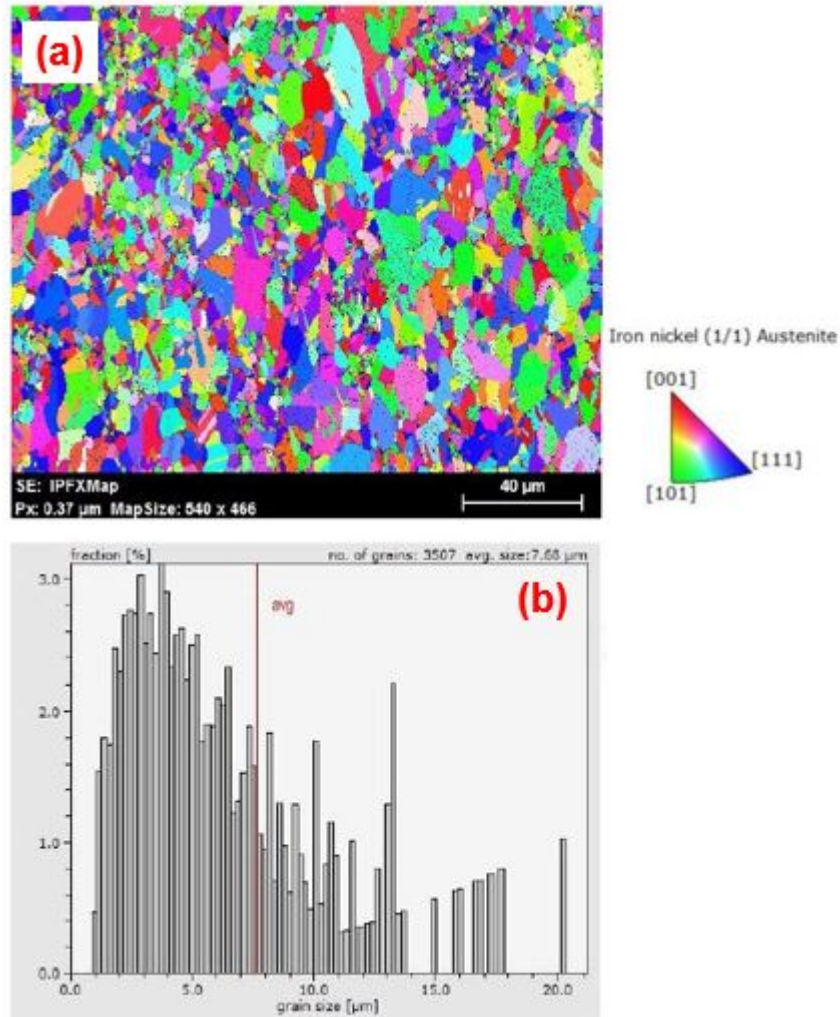


Figura 20 – Informações obtidas pelo software Esprit: Mapa de orientação de grão (a) e tamanho de grão (b) da amostra do AIA ASTM 201LN recozido em 750 °C por 15 minutos após redução de 53,2% na laminação a frio com resfriamento prévio em salmoura SOUZA(12).

Por fim, SOUZA (2019) caracterizou algumas propriedades mecânicas da amostra 1TTSA_15 via macrodureza Vickers e tração uniaxial, comparando-as com os valores da amostra como recebida. Na Tabela 10 é apresentado os valores da dureza Vickers, limite de escoamento (LE) e limite de resistência a tração (LRT) de ambas as amostras.

Tabela 10 – Propriedades mecânicas do AIA ASTM 201LN SOUZA(12).

Amostra	Dureza (HV)	LRT (MPa)	LE (MPa)
Como Recebida (CR)	229	1929,41	745,41
1TTSA_15	297	1776,13	1259,44

Na Tabela 10 nota-se que houve um acréscimo no LRT, LE e Dureza na amostra 1TTSA_15 quando comparado com o resultado da amostra CR. Isto corrobora com os resultados obtidos por HAMADA(20), nos quais concluíram que a temperatura de tratamento térmico influencia na ductilidade desse material e a martensita induzida por deformação aumenta a resistência à tração do AIA 201.

De acordo com FILHO(13), em que o foco do seu trabalho foi estudar a martensita induzida por deformação a temperatura ambiente e a reversão de um aço AIA 201 com composição química presente na Tabela 11 foi laminado a frio até 60% de redução de espessura e recozido até 1000 °C. Quando foi analisada a evolução da dureza neste aço, o mesmo apresentou o seguinte comportamento de endurecimento por trabalho a frio (Figura 21), no qual nota-se que a dureza aumentou 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. Esse comportamento pode ser associado a martensita transformada por deformação que com a constante redução na laminação se torna o principal mecanismo de acomodação da tensão, o que leva a um aumento progressivo na inclinação da curva de endurecimento.

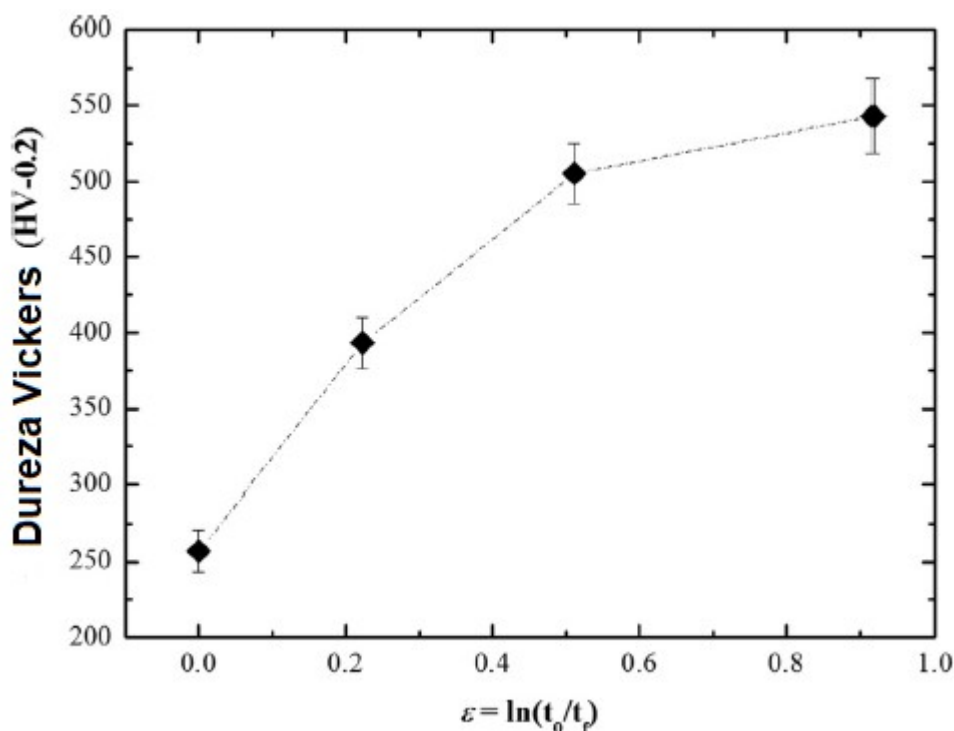


Figura 21 – Comportamento de endurecimento do aço inoxidável austenítico AIA 201 em função da laminação a temperatura ambiente FILHO(13).

Na Figura 22 é mostrado o comportamento da microdureza do AIA 201 em função da temperatura, no qual o material ficou por ~30min em cada temperatura escolhida (500, 600, 700 e 800 °C). Observa-se que os valores de dureza diminuem continuamente, mas a maior redução ($\pm 33\%$) ocorre entre 600 e 700 °C, essa queda da dureza está

associado a uma maior reversão da martensita que foi formada durante a laminação a frio FILHO(13).

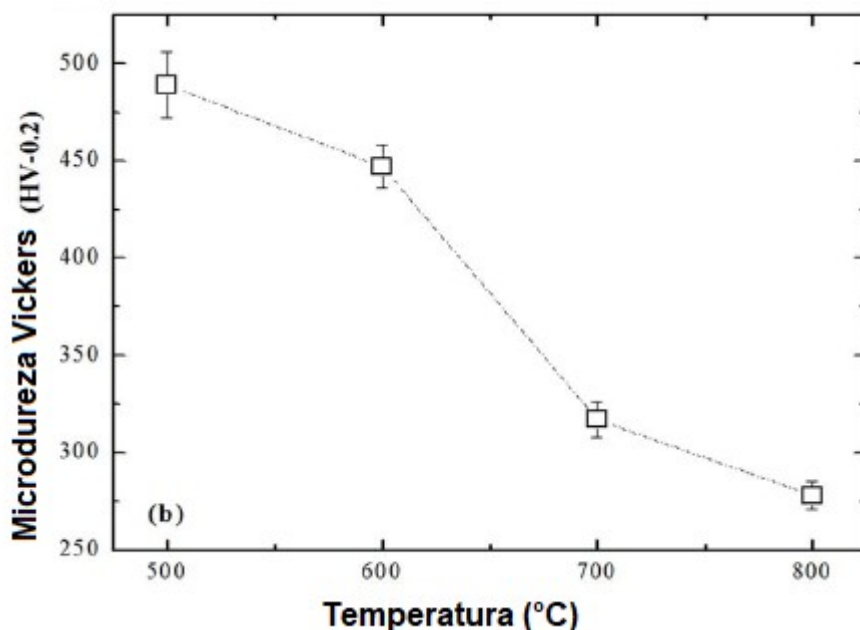


Figura 22 – Microdureza Vickers correspondente das amostras de aço ASS 201 (redução de 60% da espessura na laminação a temperatura ambiente) submetidas a aquecimento por etapas até 500, 600, 700 e 800 °C por 30 min em cada etapa FILHO(13).

SILVA(14) fez uso do AIA ASTM 201LN, processado pela mesma empresa que forneceu o material para o presente estudo com a composição química apresentada na Tabela 11.

Tabela 11 – Composição química (% em peso) do AIA 201 SILVA(14)

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu
0,030	6,908	0,309	0,038	0,0009	17,004	4,009	0,019	0,003	0,024
Co	V	Nb	Pb	B	Ti	Sn	W	N	-
0,046	0,043	0,022	0,007	0,0006	0,006	0,003	0,012	0,200	-

Segundo a autora ao conduzir análises de DSC (Calorimetria Diferencial de Varredura) nesse aço, constatou que a sua temperatura de reversão Martensítica é por volta de 560 °C a 580 °C ao longo de um aquecimento controlado com taxa de 10 °C/min. A mesma submeteu amostras laminadas a frio com 8 passes de laminação, ou seja, com cerca de 56% de redução acumulada, a um tratamento térmico de recozimento, em forno mufla, com temperaturas selecionadas de 750 °C / 5 min e 800 °C / 1 min, concluiu que em ambos os casos não houve reversão martensítica completa. Mas é importante ressaltar que apesar da taxa de aquecimento ter sido muito menor que adotada em recozimento industrial e esta foi muito maior que a experimentada no DSC em função das amostras

terem sido introduzidas no forno mufla já com a temperatura de encharque almejada. Ou seja, o fenômeno de reversão da martensita em austenita observado é dependente da taxa de aquecimento, e pode vir a deslocar para temperaturas mais altas quando esta é incrementada.

A caracterização mecânica via ultramicrodureza instrumentada desse material indicou dureza superior na amostra tratada à 800 °C por 1 min (amostra 2.80.1). Com base nas análises complementares (DRX, MEV e ferritoscopia), constatou uma fração reduzida de austenita revertida em conjunto com austenita encruada ou recuperada nessa condição de tratamento. Por outro lado, o difratograma da amostra recozida a 750 °C por 5 min (amostra 2.80.5) teve uma maior eficiência na reversão Martensítica, nota-se que os picos de martensita α' apresentou uma leve redução quando comparados a amostra recozida a 800 °C por 1 min como é mostrado na Figura 23.

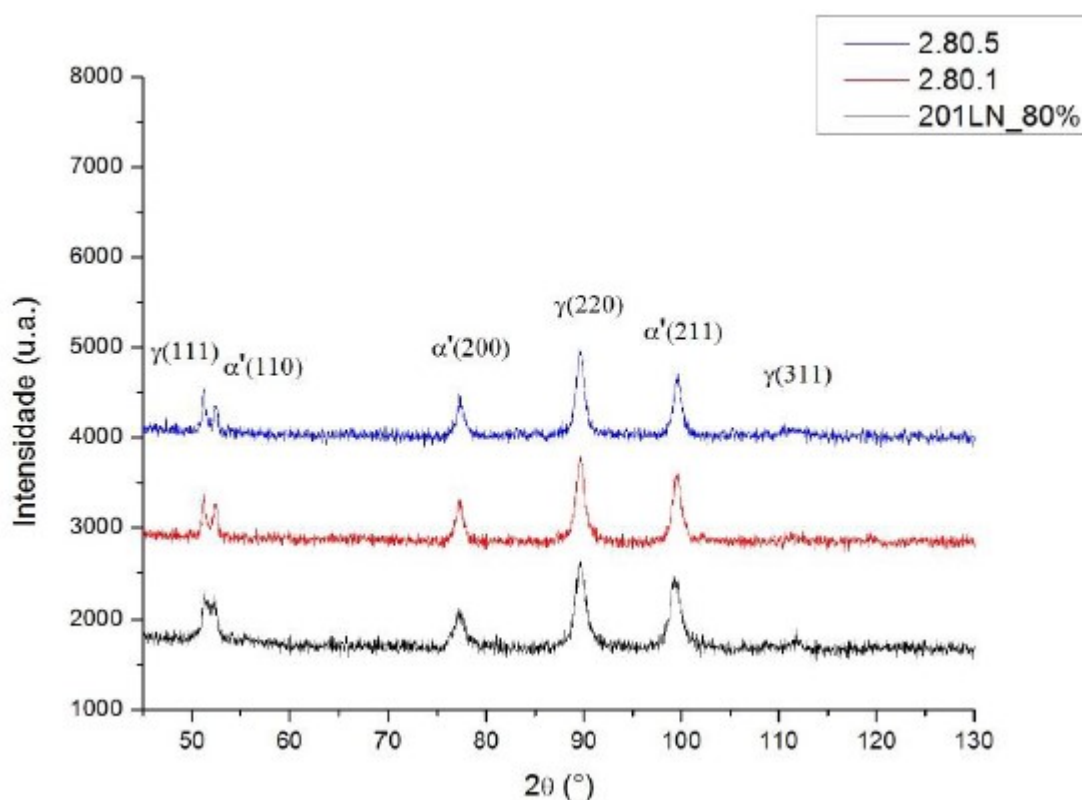


Figura 23 – Comparação dos difratogramas do aço 201LN até oito passes de laminação a frio a temperatura ambiente (amostra 201LN_80%) e amostras tratadas termicamente a 800 °C por 1 min (amostra 2-80-1) e a 750 °C por 5 min (amostra 2-80-5) SILVA(14).

C.GAUSS(6) conduzindo ensaios de DRX em uma instalação sincrotron, obteve uma varredura completa ($2\theta = 25-105^\circ$) para amostras de AIA 201 antes e após serem submetidas a ensaio de tração até 40% de deformação a temperatura ambiente. Na Figura 24 é mostrada uma comparação entre essas duas condições. Pode-se observar que após o ensaio de tração houve a formação da martensita ϵ e martensita α' . No conjunto, usando

uma escala logarítmica da intensidade normalizada, podem ser observados traços de ferrita delta na amostra antes do ensaio. A formação de martensita induzida por tensão é esperada neste aço devido à natureza metaestável de γ e a sua baixa energia de defeito de empilhamento, que determina como a tensão cisalhante gerada atuará, seja, para a maclagem, transformação martensítica e/ou deslizamento de discordância.

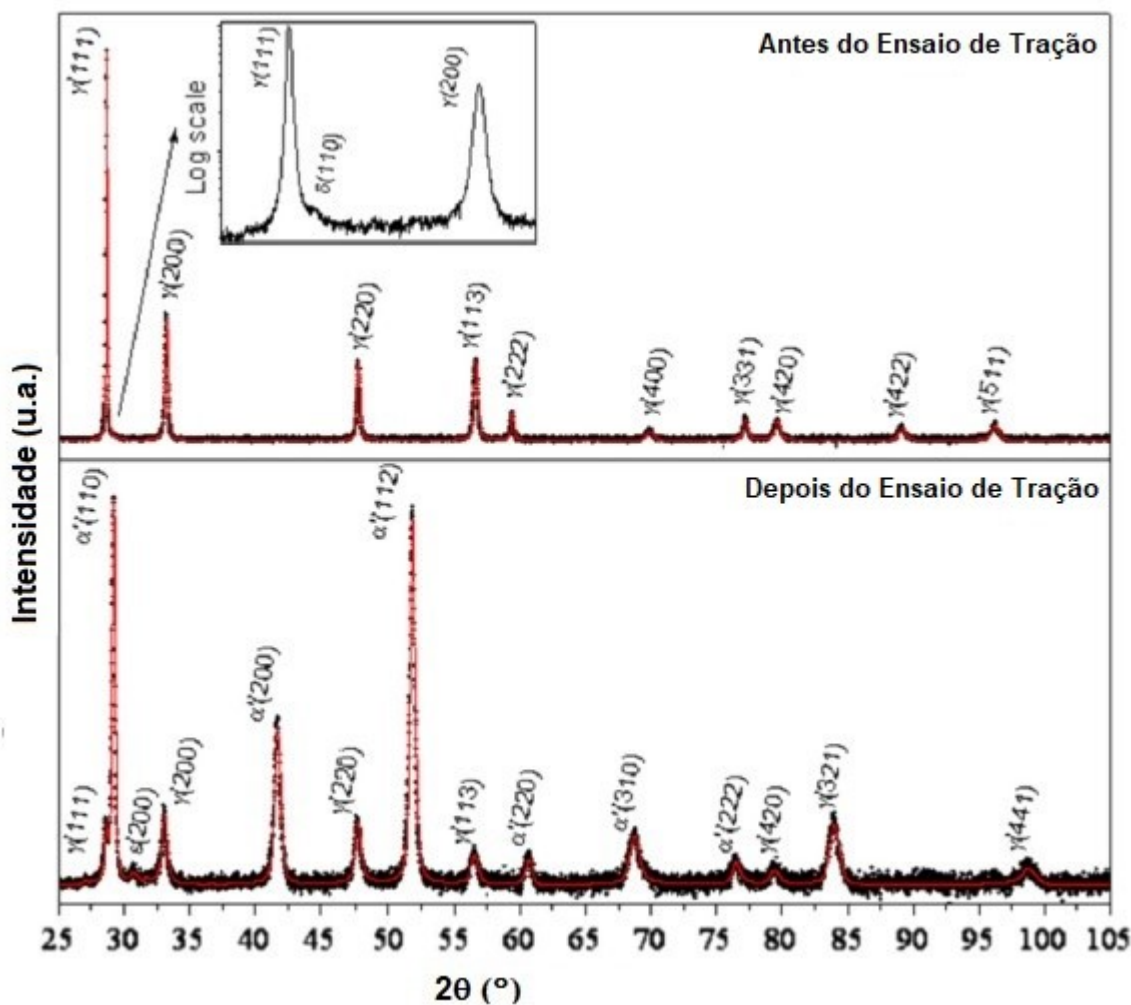


Figura 24 – Padrões de difração de raios X em instalação sincrotron em amostras de AIA 201 antes e após o ensaio de tração até 40% de deformação a temperatura ambiente C.GAUSS(6).

Na Figura 25 são mostrados os perfis de DRX do aço inoxidável 201 com diferentes reduções de espessura durante a laminação a frio a temperatura de 25 °C, resultante da pesquisa de MOALLEMI(10). A presença de picos (100) ϵ e (101) ϵ é claramente revelada, indicando a formação de martensita ϵ induzida por tensões presentes na baixa redução (5%) na laminação a frio desse material. Também estão presentes os picos (110) α' , (200) α' e (211) α' , identificando a martensita α' . Como se observa, com o aumento da redução a frio, a intensidade dos picos de austenita diminui gradualmente e os picos de martensita começam a aparecer e incrementar em intensidade.

Com o aumento da deformação, as reflexões de martensita ϵ desapareceram, e, após uma redução de 30% na laminação a frio, a microestrutura foi alterada para a martensita α' sem evidências de martensita ϵ . Já com 50% de redução apenas são observados picos de difração da martensita α' em função da temperatura de deformação a 25 °C, indicando assim que a indução da nucleação de martensita se deu por tensões elásticas ao invés de deformação plástica. Portanto, parece que na liga de aço inoxidável 201 examinada no presente trabalho, a sequência da formação de martensita é a seguinte: $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ MOALLEMI(10).

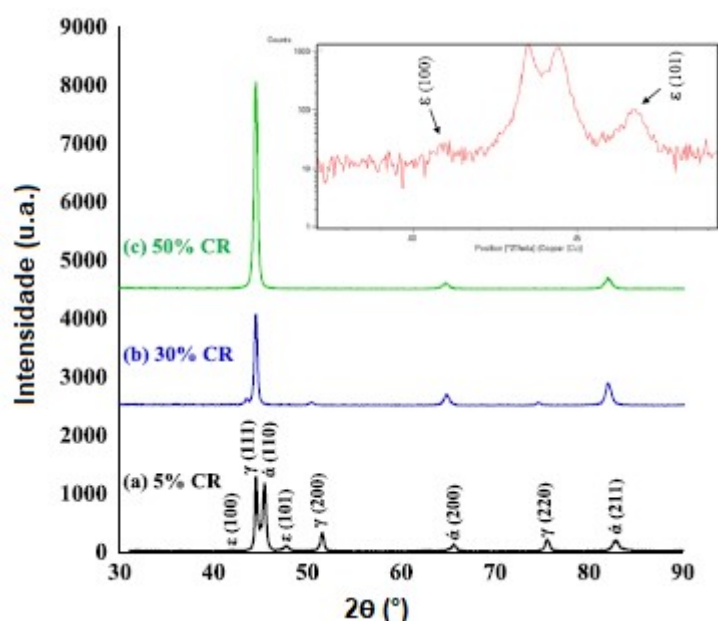


Figura 25 – Padrão de DRX de amostras do AIA 201 com (a) 5% (b) 30% (c) 50% de redução na laminação a frio a temperatura 25 °C. A inserção é uma parte ampliada do padrão laminado a frio de 5% para melhor observação das intensidades de martensita ϵ MOALLEMI(10).

MOALLEMI(10) ainda no seu trabalho buscou avaliar o efeito sobre a microestrutura e fases de uma temperatura de recozimento elevada e tempo longo (1150 °C por 150 min), inadequada para o recozimento para reversão, em um AIA 201. A micrografia, resultante de microscopia óptica, desse material recozido é apresentada na Figura 26a, na qual, a microestrutura consiste em grãos de austenita com o tamanho médio de grão de 55 μm e a presença de uma pequena fração de ferrita δ junto ao contorno de grão da austenita. No entanto, o difratograma de DRX na Figura 26b apenas destacou picos da fase de austenita.

FORTUNA(15) estudou a deformação plástica severa em um AIA 201, através de um forjamento ABC e uma subsequente laminação, com base em solubilização prévia a 1100 °C por 2 horas e com resfriamento em água. Para selecionar o modo ideal de deformação plástica severa (SPD) foi realizado em diferentes temperaturas e graus de

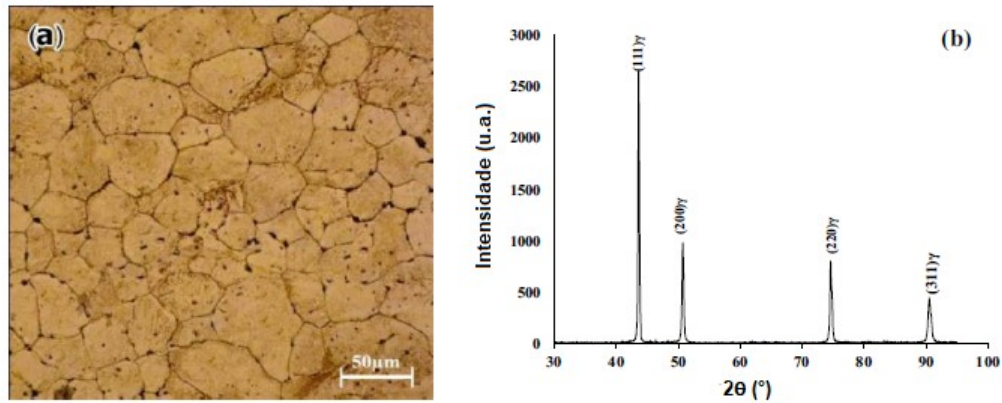


Figura 26 – Micrografia óptica (a) e (b) padrão de DRX de uma amostra recozida de AIA 201 na temperatura de 1150 °C por 150 min MOALLEMI(10).

deformação (Tabela 12).

Segundo o autor, os regimes de forjamento ABC de I-F a IV-F resultaram na formação de trincas que se estenderam da parte central da amostra até a periferia. Um aumento adicional da temperatura para 500-525 °C na primeira passagem e até 450 °C na segunda passagem tornou possível a execução de três passagens de forjamento ABC (regimes de VIII-F a IX-F). Durante a terceira passagem, também ocorreu trincas que se cruzaram em um ângulo de $\sim 60^\circ$. No entanto, as amostras de melhor qualidade, sem trincas visualmente observadas, foram obtidas da seguinte forma: redução de 50% na primeira laminação a 450 °C e redução de 45% na segunda laminação (condição R1).

Por fim, FORTUNA(15) avaliou as propriedades mecânicas das amostras da condição R1 através de um ensaio de tração, no qual também foi avaliado o efeito do recozimento na alteração das propriedades mecânicas e o resultado obtido é mostrado na Figura 27.

Nota-se na Figura 27 que o uso do recozimento a 600 °C por 30 min possibilitou aumentar a tensão de escoamento para 1125 MPa, enquanto a amostra não recozida apresentava uma tensão limite de escoamento de ~ 1080 MPa. A tensão máxima também aumentou após o recozimento de ~ 1110 MPa para ~ 1175 MPa. Além disso, o recozimento promoveu um aumento no alongamento de 30% para 47% quando solicitado em tração uniaxial FORTUNA(15).

Em todas as condições o limite de resistência a tração se apresentou maior do que os encontrados em amostras do AIA 201 apenas laminados a frio, ou seja, deformado sem deformações severas, que gira em torno de 1000 MPa FILHO(7). Esse aumento está associado ao modo de deformação da amostra que têm forte influência no efeito TRIP dos AIA 201 e que conseqüentemente altera a fração volumétrica da martensita e a resistência do material, porém é uma forma de processamento de transferir para a escala industrial como se faz na laminação.

Tabela 12 – Parâmetros dos tipos de regime SPD, FORTUNA(15)

No.	Regime SPD	Deformação	Temperatura
1	Regime I - F	50% de redução em um passe	400 °C
2	Regime II - F	45% de redução em um passe	400 °C
3	Regime III - F	50% de redução em um passe	425 °C
4	Regime IV - F	45% de redução em um passe	425 °C
5	Regime V - F	50% de redução no primeiro passe e 45% de redução no segundo passe	450 °C e 425 °C
6	Regime VI - F	45% de redução no primeiro passe	450 °C
		40% de redução no segundo passe	425 °C
7	Regime VII - F	45% de redução no primeiro passe	475 °C
		40% de redução no segundo passe	450 °C
8	Regime VIII - F	50% de redução no primeiro passe	500 °C
		45% de redução no segundo passe	450 °C
		40% de redução no terceiro passe	400 °C
8	Regime VIII - F	50% de redução no primeiro passe	500 °C
		45% de redução no segundo passe	450 °C
		40% de redução no terceiro passe	400 °C
9	Regime IX - F	50% de redução no primeiro passe	525 °C
		45% de redução no segundo passe	450 °C
		40% de redução no terceiro passe	400 °C
10	Regime X - F	50% de redução no primeiro passe	550 °C
		45% de redução no segundo passe	500 °C
		40% de redução no terceiro passe	450 °C
11	Regime I - R	5% de redução	175 °C
12	Regime II - R	10% de redução	200 °C
13	Regime III - R	12% de redução	225 °C
14	Regime IV - R	50% de redução	250 °C
15	Regime V - R	50% de redução	275 °C
16	Regime VI - R	50% de redução	300 °C

FILHO(7) estudou a reversão da austenita em AIA 201 avaliando por difração de Raios X, fazendo um uso de uma instalação sincrotron, *in situ* durante aquecimento lento até estabelecimento da temperatura de 800 °C. A amostra que foi deformada até 0,34 de redução equivalente, analisada via DRX, e aquecida continuamente de 100 °C a 800 °C a uma taxa de aquecimento de 0,05 °C.s⁻¹, sendo conduzidas varreduras antes,

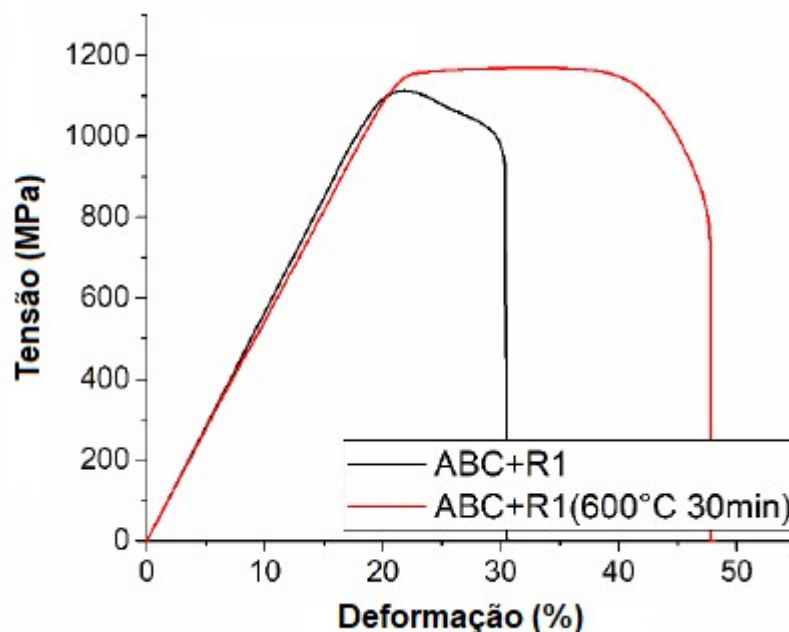


Figura 27 – A curva de tensão-deformação do AIA 201 submetido a uma deformação severa e posteriormente recozido a 600 °C por 30 min FORTUNA(15).

durante ao aquecimento e na temperatura de 800 °C. Na Figura 28 são destacados os difratogramas relativo as varredura antes do aquecimento (amostra como deformada) e quando estabelecida a temperatura de 800 °C. A partir do difratograma exibido na Figura 28a foi conduzida a quantificação de fases, destacando as frações de martensita α' , martensita ϵ e austenita γ de 0,69, 0,07 e 0,24, respectivamente. Na Figura 28b são mostradas que apenas reflexões de austenita estão presentes no material recozido, indicando que a reversão em γ está completa a 800 °C após aquecimento com taxa de 0,05 °C/s.

A partir dos dados de difração coletados ao longo do aquecimento, a evolução da transformação de fases foi quantificada como mostrado na Figura 29. Nesta figura, a fração volumétrica de martensita ϵ permanece inalterada até ± 150 °C. A partir desta temperatura, a quantidade de fase ϵ diminui gradualmente até desaparecer a 400 °C, indicando que a reação $\epsilon \rightarrow \gamma$ ocorre dentro da faixa de temperatura de 150 - 400 °C.

Em relação à martensita α' , três estágios diferentes podem ser distinguidos por seu consumo ($\alpha' \rightarrow \gamma$), conforme indicado na Figura 29. No estágio inicial (I), a fração de α' diminui ligeiramente de 0,67 a 0,63 entre 486 - 546 °C, conforme destacado na inserção desta figura. Em contraste, uma queda acentuada é observada durante o estágio II (546 - 635 °C), de modo que apenas 29% de α' permaneça em 635 °C.

Finalmente, no estágio III, a taxa de transformação ($\alpha' \rightarrow \gamma$) diminui e a reversão completa é alcançada a 770 °C. No trabalho de FILHO(7), a temperatura inicial (A_i) e final (A_f) de reversão para a austenita foram determinadas como 486 e 770 °C, respectivamente. A hierarquia da formação da martensita foi seguida em tempo real e inferiu-se que a

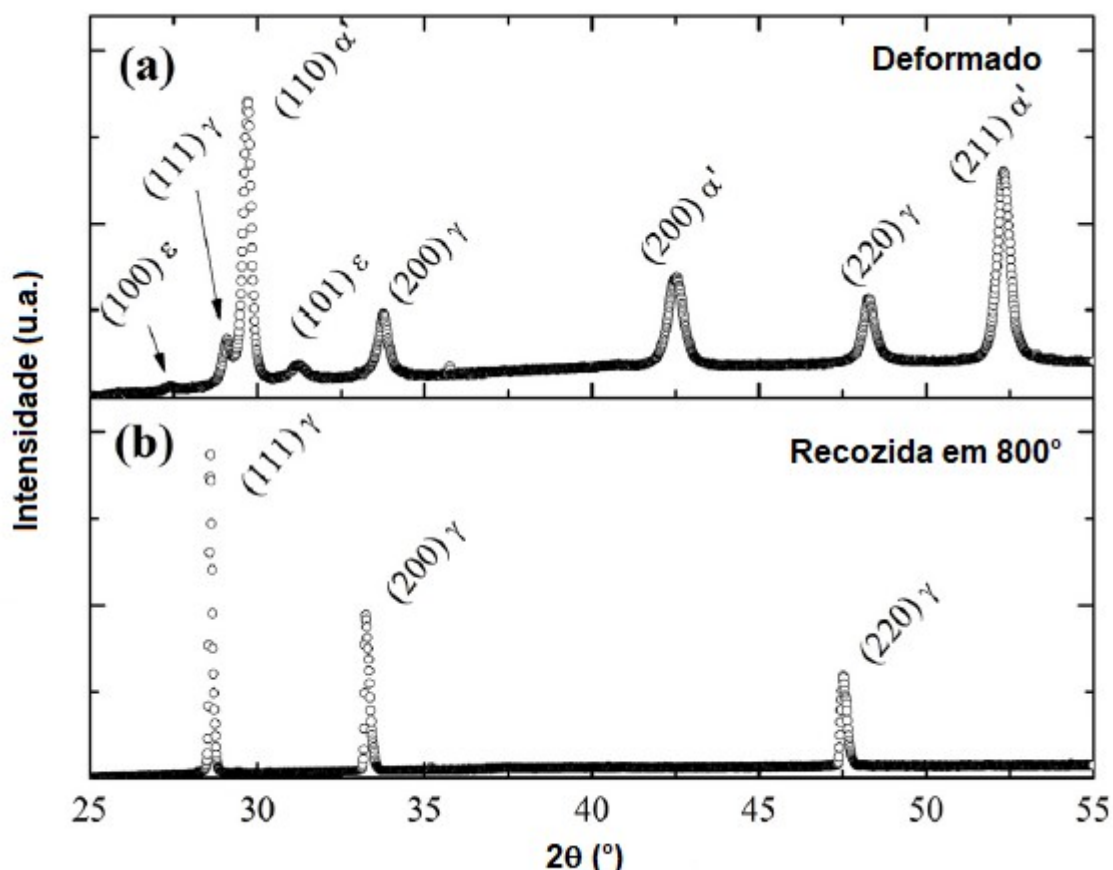


Figura 28 – Difratomogramas de DRX adquiridos durante o recozimento lento e lento de 100 °C a 800 °C, com uma taxa de aquecimento de 0,05 °C/s (a) aço deformado antes do recozimento; (b) Recozido a 800 °C FILHO(7).

martensita ϵ é, de fato, uma fase intermediária para a formação de martensita α' em baixas deformações.

Análises por EBSD permitiram um melhor entendimento da microestrutura do aço ASS 201 deste estudo. Sendo destacado os resultados desta técnica para o aço foi deformado por tração até 0,34% de alongamento e recozido nas temperaturas de 500 °C (Figura 30a) e 590 °C (Figura 30b) após aquecimento com uma taxa de 0,05 °C s⁻¹.

Na Figura 30a é apresentado o mapa de fases resultante do recozimento a 500 °C destacando a martensita α' induzida por deformação como a fase principal (vermelha). Os contornos prévios dos grãos γ podem ser distinguidos nesta microestrutura como marcados por linhas tracejadas brancas. A austenita não transformada e encruada/recuperada (verde) exhibe morfologias de blocos grandes e faixas longas alinhadas paralelamente à direção de tração. Nesse mapa, a provável presença da martensita ϵ não foi adequadamente indexada FILHO(7).

Na Figura 30b é observada o mapa de fase referente ao recozimento na temperatura 590 °C, após aquecimento com taxa de 0,05 °C/s, onde verifica-se quantidades

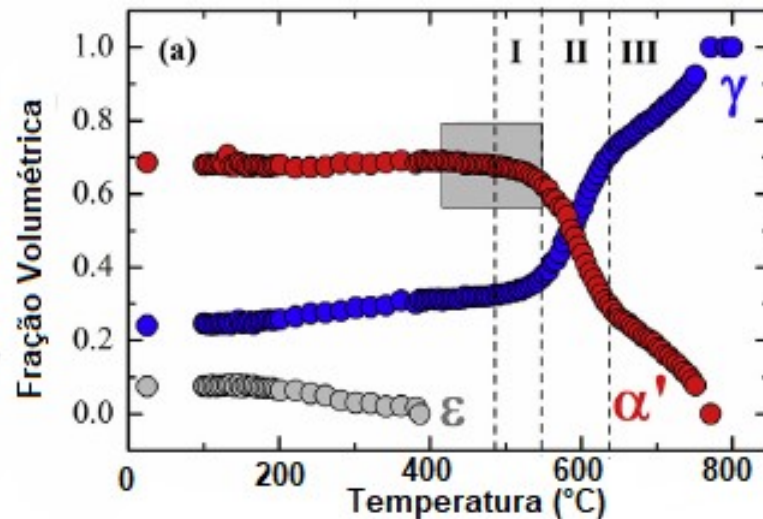


Figura 29 – Evolução da fase com aquecimento com taxa de $0,05 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{s}$ até $800 \text{ } ^\circ\text{C}$. A inserção mostra detalhes do comportamento α' no início da reversão de α' em austenita FILHO(7).

aproximadamente iguais de γ e α' . No entanto, observa-se uma grande quantidade de austenita não transformada nesta microestrutura. Para esses grãos de austenita não se tem evidências para a recristalização. Essa observação nos leva a inferir que a barreira de energia para a formação de γ a partir de α' é menor que a energia correspondente para iniciar a recristalização de γ não transformado e encruada/recuperado. Os grãos γ revertidos a esta temperatura são equiaxiais e ligeiramente maiores do que aqueles observados a $500 \text{ } ^\circ\text{C}$ FILHO(7).

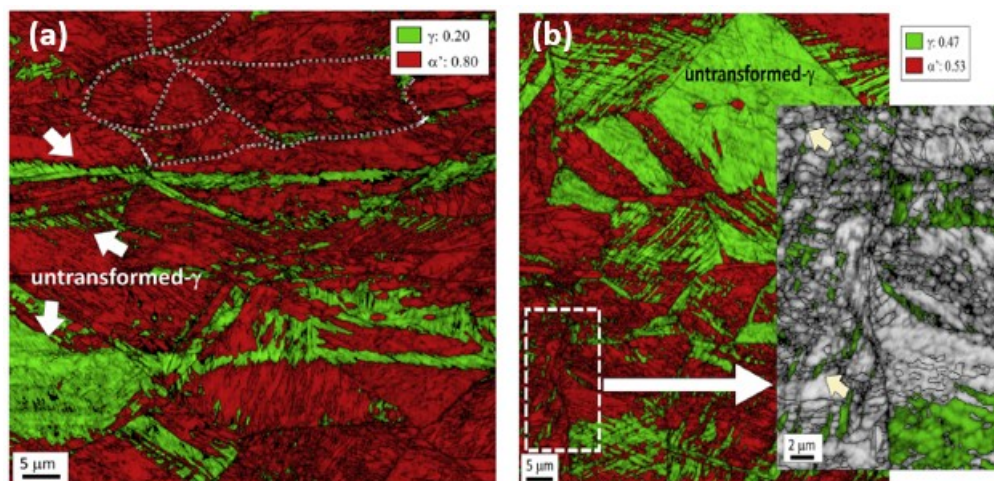


Figura 30 – Mapa de fases oriunda da análise EBSD para as amostras deformadas por tração ($\epsilon = 0,34$) e recozidas nas temperaturas de até (a) $500 \text{ } ^\circ\text{C}$ e (b) $590 \text{ } ^\circ\text{C}$, após aquecimento com taxa de $0,05 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{s}$. Austenita - γ e martensita - α' são mostradas nas cores verde e vermelha, respectivamente FILHO(7)

O EBSD feito no AIA 201 também teve como resultado o mapa de imagem de

orientação grão associada a respectiva figura de polo inversa (IPF) para a estrutura CFC, referente a estrutura austenítica na condição como recebida (Figura 31a) e recozida a 800 °C após aquecimento com taxa de 0,05 °C/s (Figura 30b). Em comparação, a amostra recozida apresenta um refinamento significativo de grão. As distribuições de tamanho de grão de austenita foram avaliadas em termos de raio equivalente (μm), assumindo a forma poligonal dos grãos. Para esse fim, todos os grãos próximos ao perímetro dos mapas foram excluídos, no qual é observado uma distribuição mais estreita é na amostra recozida com reversão com tamanho médio de grão de $3,02 \pm 0,02 \mu\text{m}$. Sendo que o material como recebido apresentou uma ampla distribuição com tamanho médio de $6,65 \pm 0,12 \mu\text{m}$.

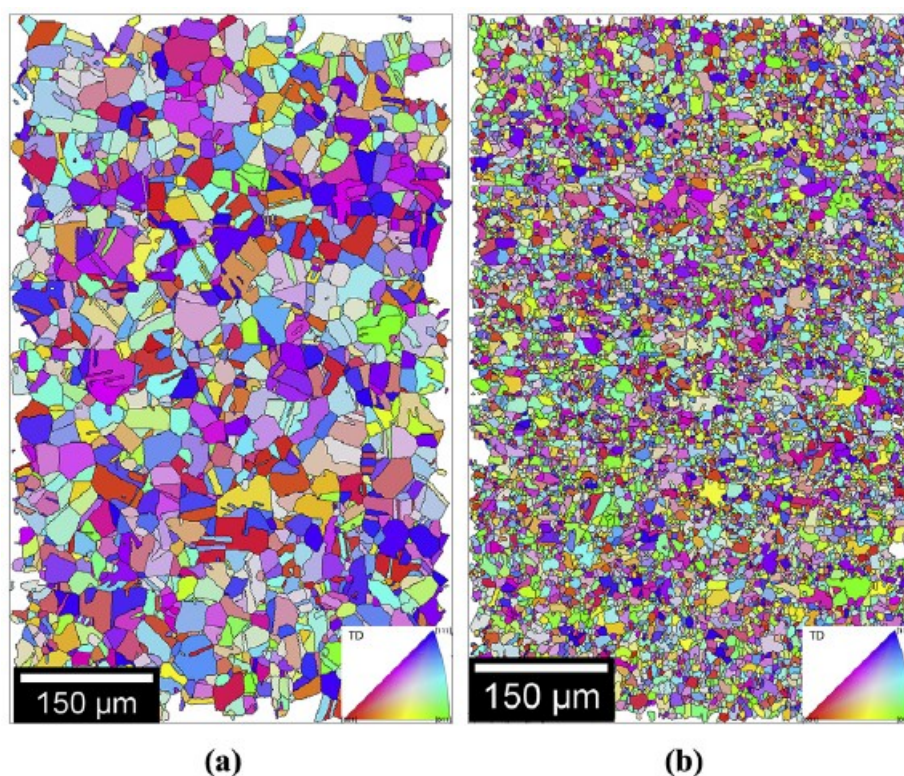


Figura 31 – Mapa de distribuição de tamanho de grão do AIA 201 na (a) condição recebida e (b) material recozido a 800 °C após aquecimento com taxa de 0,05 °C/s FILHO(7).

Na Figura 32 tem-se o resultado de uma análise de EBSD feita no AIA 201 laminado a frio com 60% de redução e recozidos a 700 e 800 °C. Na Figura 32(a) observa-se o mapa de fases para a amostrada foi submetida a um tratamento de recozimento em 700 °C, tendo-se a fase austenita γ em verde e a martensita α' em vermelho. Observa-se uma mistura de grãos finos e mais grosseiros de austenita que são consequência da temperatura escolhida ser insuficiente para uma completa e homogênea recristalização da austenita FILHO(13).

Na Figura 32(b) observa-se o mapa de fases para a amostra que foi recozida a 800 °C, nota-se que nessa temperatura tem-se a reversão quase que completa de α em γ , pelo

fato de ainda existirem pequenas regiões vermelhas nesta figura que podem ser ferrita δ ou martensita - α' FILHO(13).

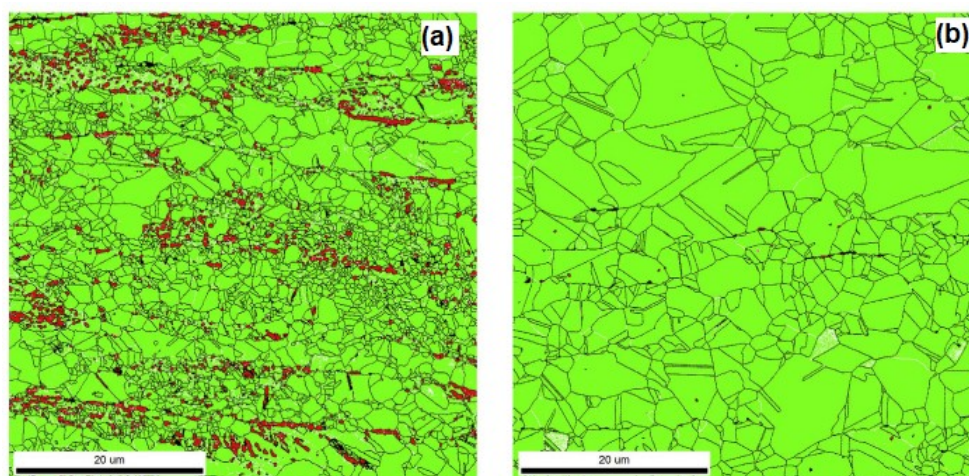


Figura 32 – Mapas de fase referente a análise de EBSD das amostras de aço AIA 201 (previamente laminada com redução 60% na espessura) submetidas a recozimento a (a) 700 e (b) 800 °C FILHO(13).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.0.1 Material

O material estudado consiste em um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, na forma de chapas fornecidas pela empresa APERAM South América com aproximadamente 6,00 mm de espessura na condição laminada a quente e posteriormente recozida a 1050 °C em escala industrial, na qual a composição química deste material está descrita na Tabela 13, conforme informado pelo fornecedor.

Tabela 13 – Composição química (% em peso) do aço inoxidável austenítico ASTM 201LN fornecido pela APERAM South América.

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	0,003	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	0,125	0,200	-

3.0.2 Métodos Experimentais

Na Figura 33 é esquematizado um resumo dos procedimentos experimentais que foram realizados durante o desenvolvimento dessa dissertação.

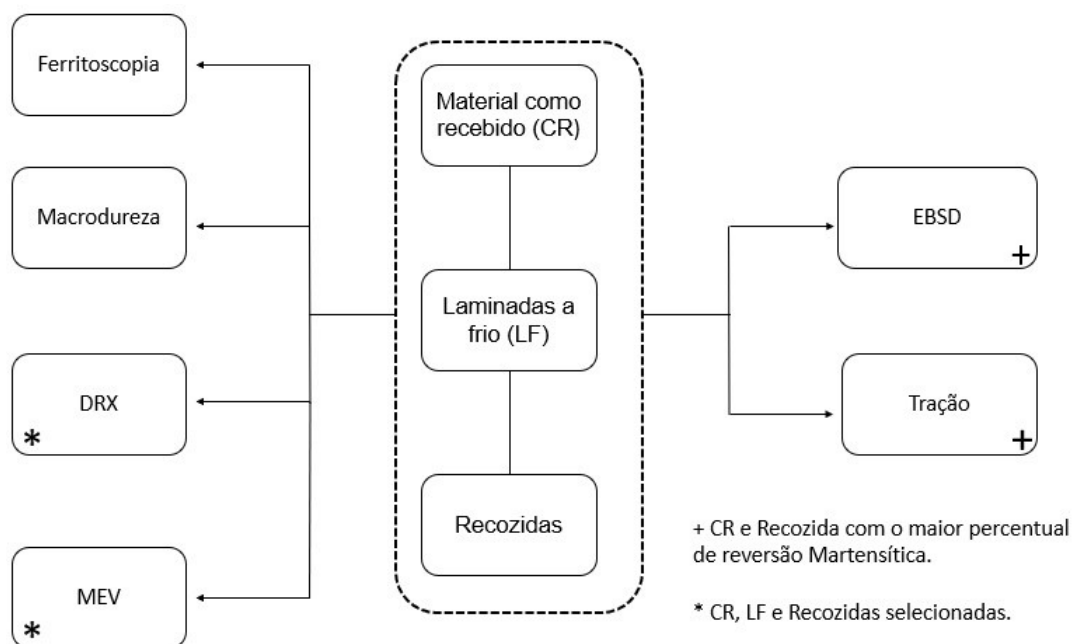


Figura 33 – Esquema das técnicas que foram aplicadas para realização desse trabalho.

Como pode ser observado na Figura 33, o esquema adotado para a realização desse trabalho consistiu em analisar o material na condição como recebido (CR) e posteriormente laminado a frio (LF), no laminador piloto da empresa APERAM South America, para indução de martensita por deformação em três percentuais de deformação acumulada selecionados. Para assim, ter-se conduzida um estudo exploratório do potencial de reversão no recozimento em escala laboratorial, no Laboratório de Tratamento Termomecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME), em função da condição previa de duração em tempos distintos de encharque (até o máximo de 3 minutos) na temperatura de 850 °C. Com isto selecionar o par de condições percentual de deformação prévia e tempo de encharque a 850 °C no qual se obteve a máxima de reversão da martensita em austenita.

Todo o estudo exploratório foi conduzido com base nas análises de ferritoscopia e macrodureza, 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), ferritoscopia, microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada a difração por elétrons retroespalhados (EBSD) e tração uniaxial. Todos os detalhes quanto a metodologia adotada tanto do ponto de vista de preparação de amostras, processamento termomecânico (laminação a frio e recozimento) e caracterizações destas encontram-se detalhados nas subseções deste capítulo 3 de Material e Métodos.

As amostras retratadas neste trabalho foram divididas em três grupos em função de sua condição de processamento como recebida (CR), laminada a frio (LF) e recozida (R). As nomenclaturas foram baseadas nas suas 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 descrito na Figura 34.

A sigla “LF” apresentada na Figura 34, significa laminada a frio e os dois números seguintes é associado valor inteiro do percentual de redução acumulada selecionada para o estudo. Por exemplo: LF65 é a nomenclatura da amostra que foi laminada a frio com o 65,7% de redução acumulada.

A Letra “R”, apresentada na Figura 34, se refere a “Recozida” e os números após a letra é o tempo em segundo de encharque desse tratamento térmico de recozimento para reversão. Logo, por exemplo a nomenclatura LF65_R180 é referente a amostra laminada a frio com 65,7% de redução acumulada e que foi submetida a um recozimento a 850 °C por um tempo de 180 s.

Condição		Nomenclatura
Como Recebido (CR)		CR
Laminadas a Frio (LF) com distintas reduções acumuladas	34,8%	LF34
	56,4%	LF56
	85,7%	LF85
Recozidas (R) a 850 °C em tempos de encharque distintos	15 s	LF34_R15
		LF56_R15
		LF85_R15
	45 s	LF34_R45
		LF56_R45
		LF85_R45
	75 s	LF34_R75
		LF56_R75
		LF85_R75
	105 s	LF34_R105
		LF56_R105
		LF85_R105
135 s	LF34_R135	
	LF56_R135	
	LF85_R135	
165 s	LF34_R165	
	LF56_R165	
	LF85_R165	
180 s	LF34_R180	
	LF56_R180	
	LF85_R180	

Figura 34 – Nomeclatura das amostras para o aço inoxidável ASTM 201LN.

3.0.3 Processamento

3.0.3.1 Laminação

Os parâmetros de laminação que foram adotados tiveram como base os resultados obtidos por SILVA(14), no qual foi realizado uma sequência de laminação de 1 a 12 passes com a média de 10% de redução por passe.

SILVA(14) observou conforme Figura 35, que a taxa máxima de transformação de martensítica se dá neste aço próximo 0,4 de deformação verdadeira (redução provocada por 4 passes de laminação) e que o incremento na deformação acumulada provoca um decréscimo mais acentuado e não linear na taxa de transformação Martensítica (principalmente entre 8 e 12 passes), indicando uma tendência a saturação, em concordância com trabalho de REZAEI et al.(28) para um aço 201 destaca 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 Najafzadeh(52) a partir desta deformação menor tem-se uma fragmentação maior de martensita com o progresso da redução a frio.

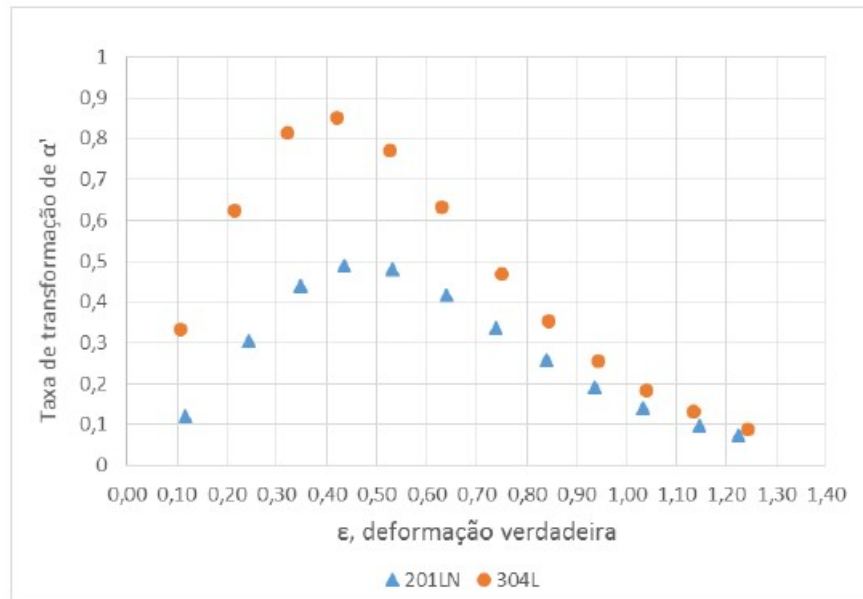


Figura 35 – Taxa de transformação de martensita induzida por deformação dos aços 304L e 201LN. (adaptado de SILVA(14).

Além disso, Misra et al.(53) retrata que quanto mais fragmentada estiver a fase martensita maior será o número de sítios de nucleação na reversão para austenita, propiciando assim uma melhor reversão durante o recozimento. Sendo assim, foram selecionadas para a realização desta etapa de laminação as condições obtidas que corresponde à redução aproximada de 34,6%, 56,4% e 65,7%, respectivamente, e de modo a tem chapa laminada com 100 mm de largura na direção transversal (DT), a laminação piloto foi realizada nas instalações do Centro de Pesquisas da empresa Aperam South América.

Foram calculados os valores referentes às deformações a partir dos valores da espessura, obtidos após cada passe de laminação, assim como a deformação efetiva segundo as Equações 3.1 e 3.2, respectivamente.

$$\epsilon = \ln \frac{\epsilon_i}{\epsilon_f} \quad (3.1)$$

Sendo:

ϵ = deformação verdadeira imposta em cada processo de redução;

ϵ_i = espessura inicial;

ϵ_f = espessura final.

$$\epsilon = \frac{2\epsilon}{\sqrt{3}} \quad (3.2)$$

Sendo:

ϵ_{ef} = deformação efetiva imposta em cada passe de laminação;

ϵ = deformação verdadeira;

As amostras da bobina laminada e recozida do aço inoxidável austenítico ASTM 201LN com dimensões iniciais de 100 mm de largura (DT- Direção transversal) x 300 mm de comprimento (DL – Direção de laminação) x 6 mm de espessura (DN – Direção normal) foram laminadas em um laminador Piloto marca FENN, tipo Duo Quadro reversível, capacidade de força de 140 t, motor cilindros 75hp e velocidade máxima de 16m/min. No qual foram necessários 12 passes para atingir a máxima redução solicitada, sendo que as reduções acumuladas e espessuras obtidas em cada passe estão apresentadas na Tabela 14.

Tabela 14 – Espessuras e reduções acumuladas alcançadas a cada passe da laminação a frio, em escala piloto, conduzida no Centro de Pesquisas da APERAM South America.

Passes	Espessura (mm)	Redução acumulada
0	6	0,000
1	5,654	0,058
2	5,267	0,122
3	4,910	0,182
4	4,540	0,243
5	4,100	0,317
6	3,926	0,346
7	3,640	0,393
8	3,300	0,450
9	2,617	0,564
10	2,546	0,576
11	2,257	0,624
12	2,061	0,657

3.0.3.2 Recozimento

O tratamento térmico de recozimento para este trabalho buscou observar a ocorrência da reversão martensítica do AIA 201LN em função dos 3 percentuais de deformação acumulada na laminação a frio pré-definidos para o estudo. Para com isto selecionar o(s) percentual(is) de redução, em função da fração de martensita presente e dureza associada, com capacidade de promover a máxima reversão de martensita em austenita em até 3 minutos de tempo de encharque - em função do limite de tempo de processamento em linha de recozimento contínuo industrial na empresa APERAM. Sendo selecionada, para o presente estudo, a temperatura de encharque de 850 °C e tempos de encharque distintos (15, 45, 75, 105, 135, 165 e 180 segundos). Esse tratamento térmico de recozimento foi aplicado em todas as amostras laminadas com redução acumulada de aproximadamente 34,6%, 56,4% e 65,7%, conforme Figura 34.



Figura 36 – Forno do tipo mufla modelo Quimis Q-138-M-24 para realização do tratamento de recozimento do material deste estudo.

É sabido que a taxa de aquecimento influencia no processo de reversão tanto como a recuperação e recristalização no recozimento PADILHA e GUEDES(29). Ou seja, quanto mais alta a taxa de aquecimento mais altas são as temperaturas que o início e final da reversão e recristalização irão se dar e maior a propensão a supressão da etapa prévia de recuperação da estrutura encruada. Sendo o recozimento contínuo um processo industrial onde se trabalha com mais altas taxas de aquecimento e temperatura de encharque, quando comparado ao recozimento em caixa também escala em industrial.

Face a este contexto, como não tinha o acesso a um forno de banho de sal ou de aquecimento por indução magnética para atingir os valores de taxas de aquecimento próximos ao recozimento contínuo. Buscou fazer um de um forno Mufla com um procedimento que reduzisse o tempo de reestabelecimento da temperatura da zona quente do forno a cada evento de abertura e fechamento de sua porta para inserção de uma nova amostra para o tratamento térmico proposto. Com isto, foi utilizado o forno do tipo mufla o modelo Quimis Q-138-M-24 conforme ilustrado na Figura 36, localizado no Laboratório de Tratamento Termomecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME).

De forma a reduzir o tempo para reestabelecimento da temperatura do forno entre os eventos de abertura e fechamento da porta do forno para inserção de uma nova amostra para tratamento, o seguinte procedimento foi adotado:

- Ao se ligar o forno foi observado o momento que o mesmo atingiu a temperatura de encharque almejada (850 °C) na zona quente em que as amostras seriam posicionadas no seu interior;

- Após atingir a temperatura de encharque, 850 °C, o forno foi mantido ligado com a sua porta fechada nessa temperatura por 2 h. Pois neste tempo deu-se o máximo encharque e estabilização da temperatura de seus tijolos refratários. E com isto, quando se inseria uma nova amostra (com no máximo 5 segundos para abrir e fechar a porta do forno) sempre em aproximadamente 70 a 75 segundos a temperatura do forno na zona quente retornava a temperatura almejada (850 °C). Ou seja, conseguiu-se alcançar uma taxa de aquecimento média maior, de aproximadamente 11 °C/s entre 25 e 850 °C, buscando assim temperaturas maiores de início e final de reversão e recristalização austenítica PADILHA e GUEDES(29). Nota-se que em trabalhos anteriores, sem a espera destas 2 horas para encharque do forno, eram necessários de 4,5 a 5 minutos (taxa média entre 2,8 a 3 °C/s) para reestabelecer a temperatura de encharque após a inserção da amostra e fechamento da porta do forno SILVA; SOUZA(14, 12).

Outra procedimento adotado foi avaliar o tamanho máximo das amostras a serem tratadas para se ter uma homogeneidade microestrutural, pois se fazia necessário conduzir o recozimento em corpos de prova de tração reduzido em que o comprimento útil era de 25 mm centrados em um total de 100 mm, conforme descrito na seção 3.4.6 de Tração Uniaxial. Para isto, foram cortadas, com auxílio de corte de serra fita com lubrificação e refrigeração, as amostras das chapas laminadas com as seguintes dimensões: 100 mm de largura (DT) x 25 mm de comprimento (DL). Estas foram inseridas na câmara do forno centradas e paralela a porta do forno na região da zona quente (uns 15 a 20 cm da porta do forno). Com a porta do forno fechada, com auxílio de um termopar próximas a estas foi verificado um aquecimento assintótico na medida que a temperatura se aproximou de 850 °C e um tempo médio de reestabilização entre 70 a 75 segundos. Após a temperatura ser reestabelecida foi iniciada a contagem dos distintos tempos de encharque (15 s, 45 s, 75 s, 105 s, 135 s, 165 s e 180 s) para cada grupo de amostras referentes das três reduções selecionadas. Por fim, ao término do tempo de encharque, as amostras foram submetidas ao resfriamento ao ar.

Estas amostras de 100 mm x 25 mm, antes e após os distintos tempos de recozimento, foram submetidas a caracterização para medição do percentual de martensita α' por ferritoscopia e da dureza por macrodureza Vickers, conforme descrito nas seções 3.4.1 e 3.4.2. Com isto foi verificado que os 5 cm centrais de todas as condições de tratamento sempre apresentavam valores iguais para os parâmetros selecionados (α' e HV). Para assim obter-se uma homogeneidade microestrutural nos tratamentos térmicos dos corpos de prova de tração extraídos nas direções DL, DT e D45 da chapa laminada com redução acumulada de 65,7%. Ou seja, redução que foi responsável por promover após recozimento

a 850 °C por 180 s o maior percentual de austenita revertida no recozimento.

3.0.4 Caracterização

Esse tópico tem como objetivo apresentar as metodologias que foram utilizadas para realização de todas as etapas de preparação das amostras para caracterização microestrutural (morfologia e fase) e mecânica (dureza e tração uniaxial).

Para as amostras destinadas a análise de ferritoscopia que necessitaram de uma decapagem, conforme descrito na Figura 36 da seção 3.4.1, fez-se uso de uma solução composta por 50 mL de ácido nítrico 65%, 50 mL de ácido clorídrico e 50 mL de água destilada.

No caso das amostras destinadas as análises de DRX e MEV/EBSD, estas foram cortadas nas dimensões descritas nas seções 3.4.3, 3.4.4 e 3.4.5, no qual foi utilizado uma máquina de corte de precisão (*Minitom da Struers*) com disco diamantado, sob refrigeração com solução de corte, velocidade de 150 rpm e carga de avanço de 200 gf. Para análise no plano da chapa (seção DT x DL – caracterização via DRX) e na seção de corte associada à direção de laminação (DL x DN).

As amostras destinadas as análises de DRX e MEV/EBSD, estas foram submetidas a uma preparação metalográfica via rota mecânica inicialmente, utilizando lixas de granulometrias de 360, 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.

Por fim, para as amostras que foram submetidas a um polimento eletrolítico após a etapa de polimento mecânico, os parâmetros utilizados para as amostras de cada técnica de caracterização específica podem ser vistos na Tabela 15. No qual foi utilizada para o polimento eletrolítico uma solução composta por 20% de ácido perclórico e 80% de álcool etílico absoluto à temperatura ambiente.

Tabela 15 – Tempo e tensão utilizados para a realização do polimento eletrolítico em função da condição de processamento da amostra e técnica de caracterização.

Amostra	Técnica de Caracterização	Polimento Eletrolítico
Como Recebida (CR)	DRX	25V por 10s
	MEV/EBSD	25V por 10s
Laminada	DRX	20V por 15s
	MEV/EBSD	20V por 12s
Recozida	DRX	20V por 10s
	MEV/EBSD	20V por 12s

3.0.4.1 Ferritoscopia

A técnica de Ferritoscopia foi utilizada com a intenção de quantificar as fases ferromagnéticas presentes no material como recebido, laminado e após o recozimento de reversão em todas as condições.

Essa técnica tem como base a indução magnética que ocorre quando a amostra é submetida a um campo magnético, no qual é possível a identificação e quantificação de alguma fase ferromagnética que esteja presente no material, no caso do aço em estudo essas fases são ferrita δ e a martensita α' , e quanto maior sua presença mais forte é o sinal emitido para a sonda do equipamento – convertida em percentual volumétrico de “ferrite”.

No caso do material como recebido, ou seja, aço inoxidável austenítico ASTM 201LN laminada a quente e totalmente recozido a 1050 °C em escala industrial, a única fase ferromagnética prevista é a ferrita δ (CCC), resquício normalmente menor que 1% e atestado pelo fornecedor APERAM - oriundo da estrutura bruta de solidificação do lingotamento contínuo. Já para as condições laminada a frio e posteriormente recozidas nas condições adotadas é previsto a detecção da fase ferromagnética martensita α' (CCC), proveniente: da indução por deformação devido a ocorrência do efeito TRIP na laminação a frio com reduções acumuladas distintas; e da não completa reversão quando do recozimento a 850 °C em tempos distintos.

As medidas de ferritoscopia foram realizadas por meio do ferritoscópio FISCHER - FMP30 com sensibilidade de detecção da fase ferromagnética entre 0,1 e 80%, o qual é ilustrado na Figura 37. O equipamento utilizado pertence ao Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ), no campus de Paracambi / RJ.

Para a análise de ferritoscopia as amostras (CR, LF e Recozidas) foram cortadas com dimensões de 2,5 DL x espessura x 10 cm DT. Nestas amostras foram feitas linhas na direção de laminação (DL) com um distanciamento de 1 cm entre elas, em seguida foram feitas medidas em cima das 10 linhas com o intuito de avaliar o perfil de fase ferromagnética ao longo da direção transversal (DT). Como para as amostras recozidas em maiores tempos de encharque observou nos 5 cm centrais (DT) não se observava uma variação significativa no percentual de fase ferromagnética detectada, decidiu restringir as medidas desta região para apresentação dos resultados para todas amostras. Sendo assim, para calcular a porcentagem média e desvio padrão de fase ferromagnética (ferrita δ e martensita α') foram adotadas apenas as 6 linhas centrais, garantindo assim um mapeamento homogêneo da evolução microestrutural, pois esta região não apresenta uma variação significativa de temperatura durante o tratamento térmico de recozimento para reversão. Na Figura 38 é apresentado o esquema de preparo das amostras para a técnica de ferritoscopia.



Figura 37 – Ferritoscópio FISCHER - FMP30 para a quantificação de martensita no material deste estudo.

3.0.4.2 Macro dureza

A macro dureza foi realizada em amostras com dimensão (10 cm em DL x espessura DN x 2,5 cm em DT) para as amostras como recebida, laminadas a frio e recozidas em todas as condições. Foram conduzidas 10 medidas por amostras com distância de 1 cm entre elas ao longo da direção transversal (DT), com uso de carga máxima de 20 kgf e tempo de espera para acomodação do indentador de 20 segundos. Da mesma forma que foi definido para as medidas de ferritoscopia (seção 3.4.1), para garantir que o cálculo da média e desvio padrão fosse associado a uma com homogeneidade microestrutural em todas amostras (inclusive as recozidas em maior tempo de encharque) somente os valores da região central de 5 cm foram utilizados.

O ensaio de macro dureza via dureza Vickers, permitiu observar o comportamento quanto a evolução da dureza em função: dos distintos níveis de deformação imposto e selecionados (34,6%, 56,4% e 65,7% de redução acumulada) na laminação a frio a partir da condição como recebida (CR); e dos tempos de encharque no recozimento para reversão a 850 °C. Com isto, posteriormente correlacionar a influência da fração de martensita induzida na laminação ou não revertida no recozimento para reversão com a propriedade mecânica

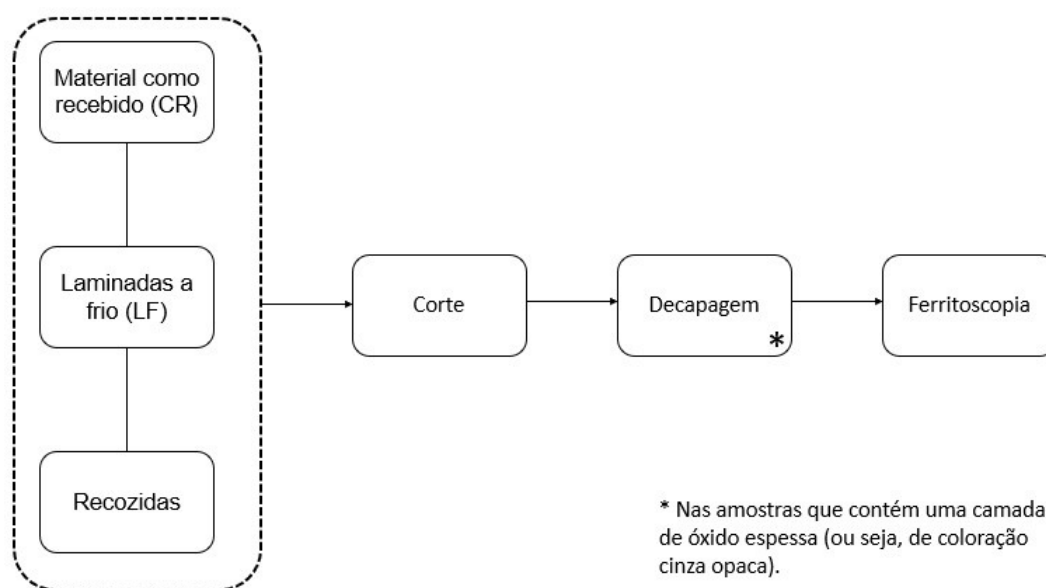


Figura 38 – Esquema para preparação da amostra para técnica de Ferritoscopia.

dureza. Sabendo que a austenita encruada na laminação e não recristalizada no recozimento também contribui para a dureza, mas em menor grau, juntamente com tamanho de grão da austenita recristalizada ou revertida no recozimento. Este ensaio foi conduzido respeitando a norma E92-16(54) (*Standard Test Method for Vickers Hardness and Knoop Hardness of metallic Materials*) e o durômetro com indentador Vickers utilizado encontra-se instalado no laboratório de ensaios mecânicos do CEFET- RJ campus Maracanã.

3.0.4.3 Difração de Raios X (DRX)

No presente trabalho foi realizado a técnica de difração de Raios X para identificar e quantificar todas as fases presentes no material como recebido, laminados nos percentuais de redução acumulada selecionados e na condição de recozimento com maior fração de austenita revertida.

As amostras foram cortadas em dimensões de (2,5 cm DL x espessura DN x 2,5 cm DT) e analisadas nos planos das chapas (DT x DL). Por fim, foi utilizado o método de Rietveld para a quantificação de fase e assim determinar a percentagem de martensita α' formada durante a laminação e a martensita α' residual após o recozimento. A análise quantitativa das amostras foi realizada através do *software* TOPAS – Bruker 4.0.

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 (Figura 39) com os seguintes parâmetros: filtro de ferro para tubo de Co ($K_{\alpha 1} = 1,789 \text{ \AA}$), Voltagem de 40 kV, corrente de 40 mA, intervalo de 2θ entre 45 e 130°, passo de 2θ de 0,029°, tempo de contagem por ponto de 49,47s.



Figura 39 – Difratorômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical.

O esquema de preparo da amostra para essa técnica pode ser visto na Figura 40 e detalhado no início da seção 3.4.

3.0.4.4 Aspecto Microestrutural via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises de MEV, com o detector de elétrons retroespalhados, foram feitas na seção DL x DN após o corte das amostras (dimensão de 10 mm DL x espessura DN x 6 mm em DT) para se obter detalhes microestruturais nas condições como recebida, laminadas nos percentuais de redução acumulada selecionados e recozidas com maior percentual de reversão da martensita em austenita.

O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura modelo QUANTA 250 FEG - FEI, localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME (Figura 41).

Os parâmetros instrumentais para análise de MEV, com detector de elétrons retroespalhados, foram: abertura 5, tensão de aceleração de 20 kV, distância de trabalho

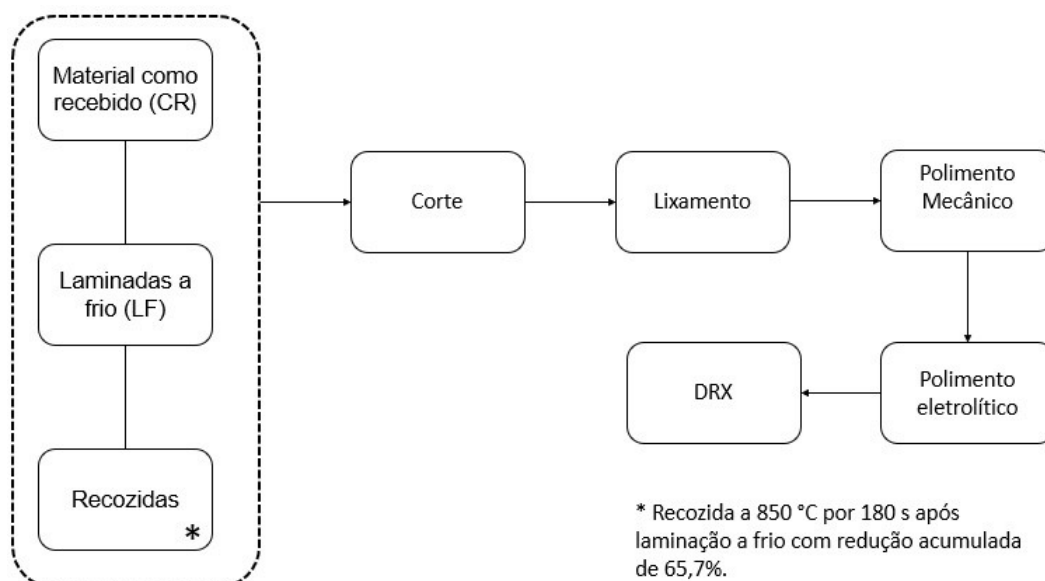


Figura 40 – Esquema de preparação da amostra para técnica de DRX.

de 10 mm e *spot size* igual a 5. Na Figura 42 é apresentado o esquema de preparo da amostra para o MEV e detalhado no início da seção 3.4.

3.0.4.5 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) no MEV

Nesta dissertação foi utilizada a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD - *Electron Back Scatter Diffraction*) com o objetivo de fazer uma avaliação da microtextura, mapeamento das fases, grau de misorientação na fase austenítica e do tamanho dos grãos austeníticos presentes nas amostras como recebida e Recozida a 850 °C por 180 s após laminação a frio com redução acumulada de 65,7% (amostra na qual se obteve o maior percentual de austenita revertida). Utilizou-se um detector de EBSD da marca Bruker (Figura 43) acoplado ao microscópio eletrônico de varredura modelo QUANTA 250 FEG - FEI, localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME.

Os dados da análise de EBSD foram coletados através do Software ESPRIT, utilizando os parâmetros abaixo:

- tensão de aceleração: 25 kV;
- spot size: 5,5;
- distância de trabalho (WD): 20,0 mm;
- abertura: 6;
- inclinação da amostra: 70°;
- distância do detector a amostra: 16 mm;
- inclinação do detector: 10,3 a 10,5°



Figura 41 – Microscópio eletrônico de varredura modelo QUANTA 250 FEG – FEI

- resolução do detector: 160 x 120;
- tempo de exposição: 15 ms;
- número de frames: 1;
- constrate: 0,1;
- ganho: 96;
- Fichas cristalográficas das fases: austenita (CFC) e martensita α' (CCC), com parâmetros de rede definidos a partir dos resultados da análise de DRX, sendo $a_{CFC} = 3,599 \text{ \AA}$ (com base na amostra como recebida) e $a_{CCC} = 2,866 \text{ \AA}$ (com base na amostra laminada com 65,7% de redução acumulada).

Para obtenção dos resultados EBSD foi utilizado o software ESPIRIT, no qual foi gerado o mapa de padrão de qualidade, cálculo do tamanho de grão e arquivo ASCII das amostras no estado como recebido e recozida a 850 °C por 180 s após laminação a frio com redução acumulada de 65,7%. Posteriormente, fez-se um tratamento dos dados presentes

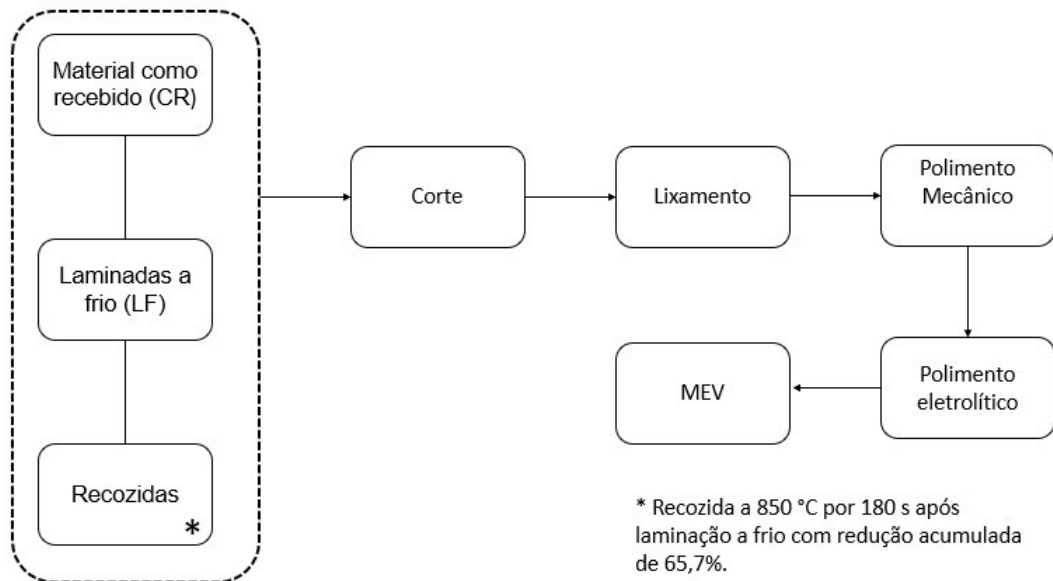


Figura 42 – Esquema de preparação da amostra para técnica de MEV do presente estudo.



Figura 43 – Detector Bruker para análise de EBSD do presente estudo.

no arquivo ASCII com auxílio do software Matlab e da macro Mtex para eliminar pontos não indexados no interior de cada grão e assim assumir orientação dos vizinhos e com isto obter os mapas de imagem de orientação associadas a IPF, de fases e de misorientação. O esquema de preparação da amostra para a técnica de EBSD é mostrado na Figura 44 e detalhado no início da seção 3.4.

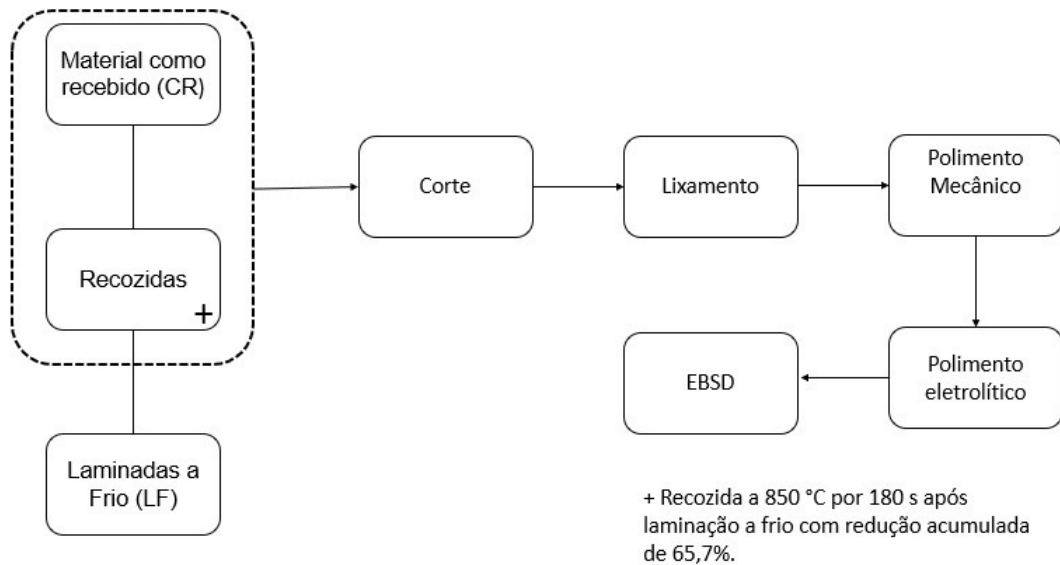


Figura 44 – Esquema de preparação da amostra para técnica de EBSD do presente estudo.

3.0.4.6 Tração Uniaxial

O ensaio de tração uniaxial foi uma técnica relevante neste estudo, pois permitiu avaliar a capacidade da transformação martensítica em função da condição de processamento das amostras como recebida e recozida a 850 °C por 180 s após laminação com redução acumulada de 65,7% do aço em estudo. Os corpos de prova foram confeccionados respeitando a norma Astm(16) “*Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Material - Designation: E8/E8M - 13a*” (Figura 45), em que as cotas são :

G – Comprimento útil 25 mm

W – Largura 6 mm

T – Espessura (CR \simeq 6 mm e Recozida \simeq 2,061 mm)

R – Raio 6 mm

L – Comprimento total 100 mm

A – Comprimento da seção reduzida 32 mm

B – Comprimento da seção de fixação 30 mm

C – Largura da seção de fixação 10 mm

Nestes ensaios foram analisadas as amostras com corpos de provas extraídos das direções DL, DT e D45, sendo estes tracionados com velocidade de deformados de 1,2 mm/min até à ruptura. Para todos os corpos de provas, antes ensaiados, foram feitas marcações ao longo do comprimento útil, distantes 5 mm entre si relação a parte central do seu comprimento conforme esquematizado na Figura 46. Estas marcações foram feitas por não se fazer uso de nenhum tipo de extensômetro durante o ensaio, e assim pode-se

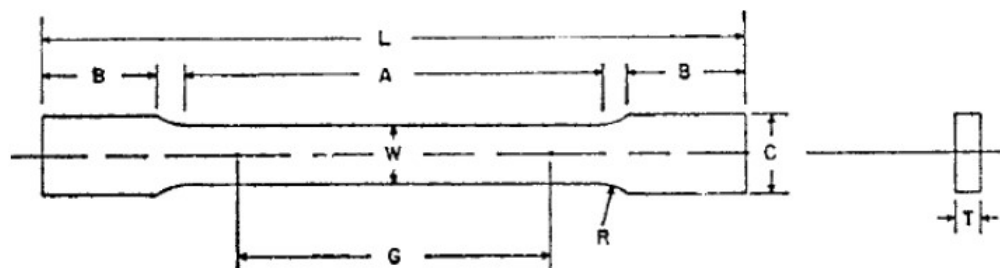


Figura 45 – Corpo de prova reduzido para ensaios de tração do presente estudo (Astm(16)).

calcular o alongamento uniforme de cada corpo de prova e também medir a fração de martensita α' formada com auxílio do ferritoscópio.

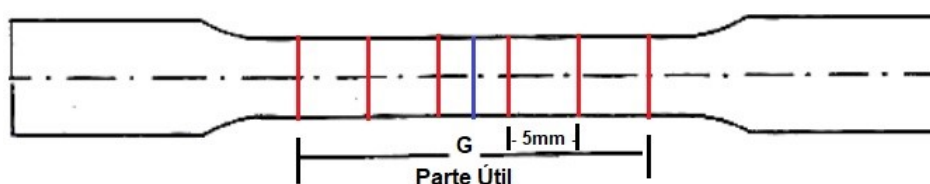


Figura 46 – Esquema das marcações no corpo de prova antes do ensaio de tração para obtenção do comprimento final.

Com o intuito de avaliar se a condição de recozimento selecionada para a caracterização detalhada veio a desenvolver no aço em estudo um comportamento mecânico anisotrópico. Pois os AIAs são conhecidos por serem isotrópicos nas aplicações de conformação que se destinam - em função dos processos convencionais para fabricação de chapas totalmente recristalizadas, em exceção para as somente laminadas a frio Raabe(55). Mas que podem vir a reforçar determinadas componentes de textura quando submetidos a recozimento para reversão após a laminação a frio Somani et al.; Sun et al.(56, 57). Com isto, a partir das medidas dos corpos submetidos aos ensaios de tração nas três direções (DL, DT e D45), foi determinado índice de anisotropia plástica (R) para as chapas do material como recebido e condição recozida selecionada (Equação 3.3), definido como sendo:

$$R = \frac{\epsilon_w}{\epsilon_t} \quad (3.3)$$

No qual ϵ_w é a deformação na direção da largura e ϵ_t é a deformação na direção da espessura, conforme a Figura 47.

De modo a se verificar a existência de uma variação no valor do R sobre o plano da chapa, a qual é nomeada de anisotropia planar (ΔR) e calculada seguindo a Equação 3.4:

$$\Delta R = \frac{R_0 + R_{90} - 2R_{45}}{2} \quad (3.4)$$

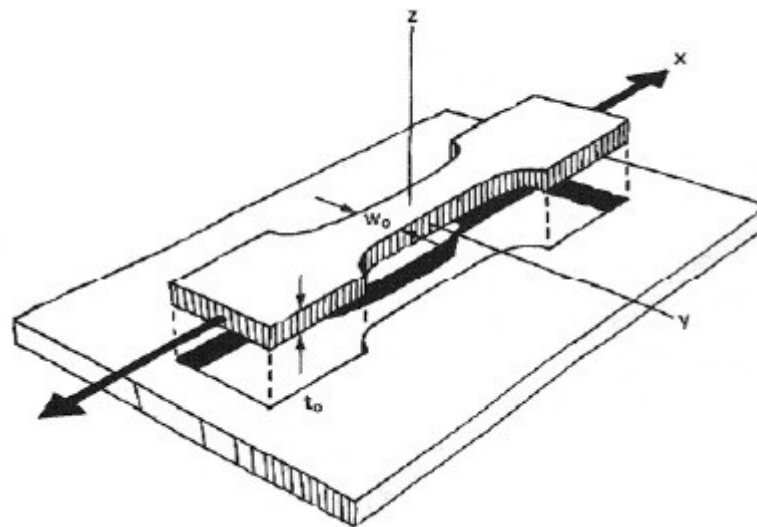


Figura 47 – Esquema da retirada do CP de tração da chapa metálica William e Robert(17).

Onde R_0 , R_{45} e R_{90} são os valores de R calculados a partir das medidas da razão de ϵ_w por ϵ_t nos corpos de provas extraídos e ensaiados nas direções associadas a DL (R_0), D45 (R_{45}) e DT (R_{90}).

A anisotropia planar pode se manifestar na estampagem de chapas metálicas através da formação de orelhas em suas bordas, orelhamento, sendo necessário valores de ΔR próximo de zero para evitar esse fenômeno indesejado, como pode ser visto na Figura 48.

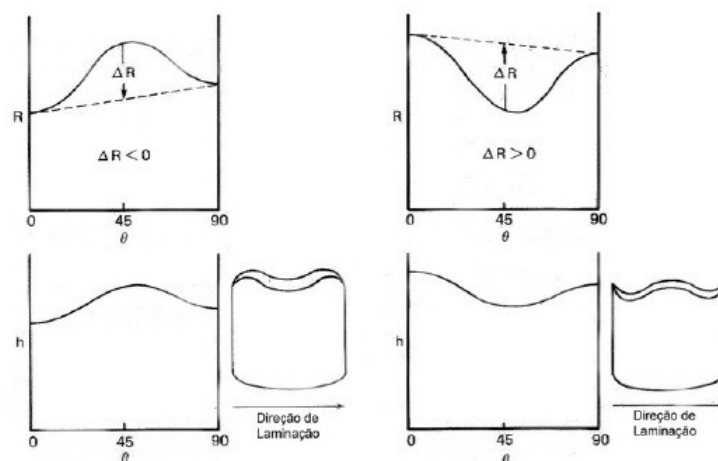


Figura 48 – Formação das Orelhas William e Robert(17).

A anisotropia ao longo da espessura também sofre variação e pode ser diferente daquela encontrada ao longo do seu plano, sendo necessário determinar outro índice denominado índice de anisotropia normal R_m de acordo com a Equação 3.5, definido como:

$$R_m = \frac{R_0 + R_{90} + 2R_{45}}{4} \quad (3.5)$$

Sendo que para $R_m > 1$ o material apresenta resistência maior ao longo da espessura e para $R_m < 1$ o material tem uma tendência a se romper durante o processo. Por fim, quanto menor o valor de R_m maior será essa tendência a ruptura.

O equipamento utilizado para o ensaio de tração uniaxial foi a máquina universal de ensaio mecânico, marca EMIC, modelo DL- 10000 (capacidade máxima de 100 kN), a qual foi ilustrado na Figura 49.



Figura 49 – Máquina universal de ensaios mecânicos, marca EMIC, modelo DL-10000.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Material no estado Como Recebido (CR)

4.1.1 Análise composicional versus temperaturas de transformações (Mi e Md30) e EDE

De acordo com a composição química do aço inoxidável austenítico 201LN em estudo descrita na Tabela 13 calculou-se os valores das temperaturas de transformação martensítica Mi e Md30 e da EFE, conforme apresentado na Tabela 16, segundo as equações 2.4, 2.5 e 2.6 – destacadas no capítulo 2 da Revisão da Literatura.

Nota-se que as temperaturas de Mi e Md30 apresentaram valores abaixo da temperatura ambiente, Tabela 16, principalmente devido ao teor de carbono, níquel e manganês presentes nesse aço. Esse resultado corrobora para que o material esteja susceptível a transformação martensítica provocada por solicitações externas e que esta transformação ocorre devido a indução da nucleação por deformação plástica gerando valores inferiores a 50% de martensita para quando da aplicação de 30% de deformação verdadeira, como por exemplo uma laminação a frio ou ensaio de tração uniaxial, retratadas no presente trabalho, por volta de 20 a 25 °C.

Tabela 16 – Valores de Mi, Md30 e EDE em função da composição química do aço ASTM 201LN objeto desse estudo.

Mi (°C)	Md30 (°C)	EDE
- 40,24	-21,2	10,46

4.1.2 Identificação e quantificação das fases

O material como recebido (CR) foi avaliado pela técnica de difração de raio X para identificação de fases e a quantificação de fases presentes foi analisada pelo método de Rietveld com auxílio do software TOPAS. Na Figura 50 é apresentado o difratograma de DRX para amostra CR, ou seja, do aço inoxidável austenítico para o aço ASTM 201LN processado em escala industrial na APERAM no laminador a quente e forno de recozimento a 1050 °C. Nota-se que para o material todos os picos que foram encontrados pertencem a fase austenítica (γ).

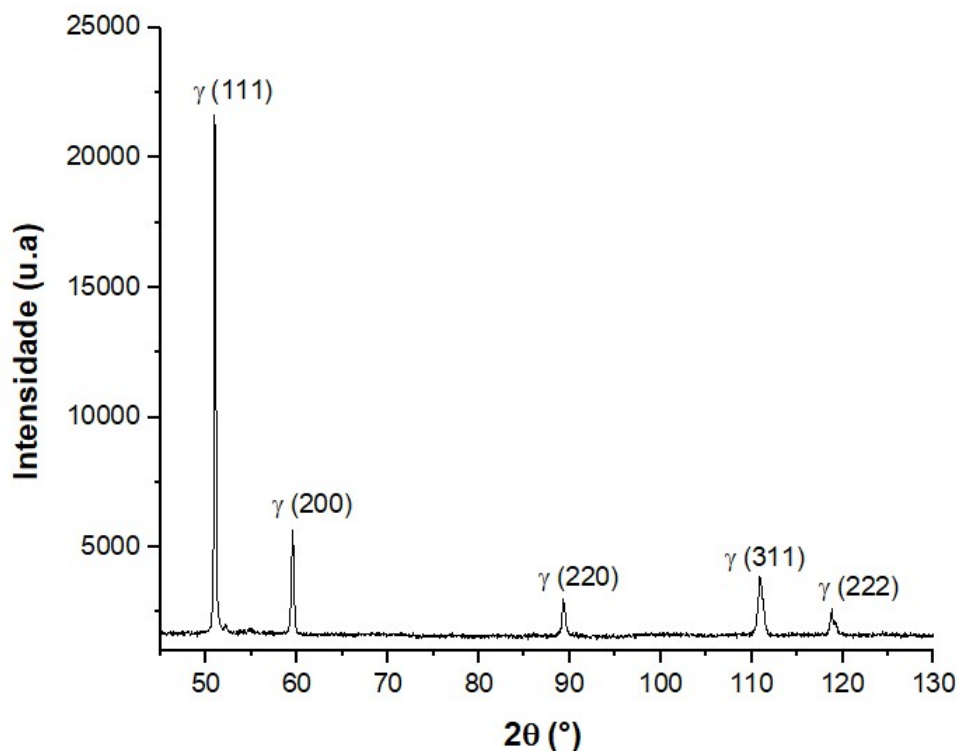


Figura 50 – Difratograma do AIA ASTM 201LN na condição como recebida (CR), destacando a presença da fase austenita (γ).

4.1.3 Caracterização Microestrutural

A micrografia e os mapeamento de orientação e fases obtidos a partir da técnica de microscopia eletrônica de varredura com auxílio dos detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi utilizada com o intuito de caracterizar a microestrutura e microtextura presente no AIA ASTM 201LN, com base em análise na seção relacionado a DL x DN. A micrografia da amostra no estado como recebido (CR) é apresentada na Figura 51 com o aumento de 500x (A) e no detalhe com aumento de em 2000x (B).

Nota-se na Figura 51(a) que a microestrutura é composta por grãos com tamanhos homogêneos e que contém a presença de maclas de recozimento, as quais pode ser vistas com maior detalhe na Figura 51(B). Esses grãos austeníticos equiaxiais contendo maclas são aspectos característicos de uma estrutura austenítica presente nesse aço, que foi submetido a laminação a quente seguido de recozimento para completa recristalização a 1050 °C em escala industrial, confirmando o resultado obtido pelo DRX (Figura 50). Enquanto as linhas que se destacam onduladas e paralelas a direção de laminação (Figura 51(a)) normalmente estão associadas a vestígios de ferrita δ , a qual se forma durante solidificação no lingotamento contínuo e praticamente se elimina na homogeneização composicional e microestrutura promovida pela laminação a quente.

Com base nos dados coletados com o detector de EBSD, foram gerados mapas de

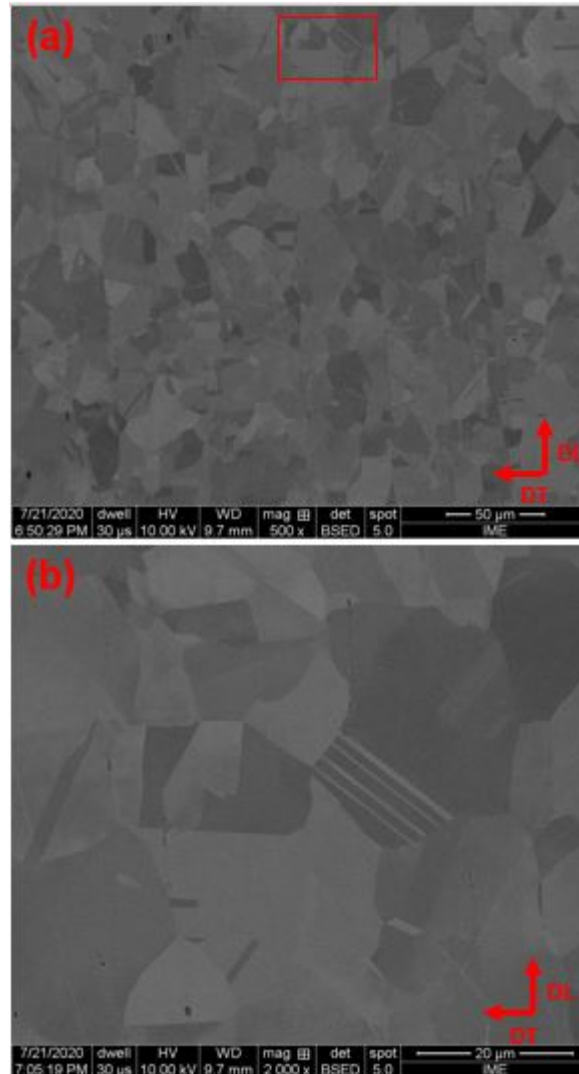


Figura 51 – Micrografia do AIA ASTM 201LN na condição como recebida, obtida com uso do detector de elétrons retroespalhados no MEV, com aumentos de 500x (A) e 2000x (B).

padrão de qualidade Figura 52(a) e microscopia de imagem de orientação dos grãos e a respectiva figura de polo inversa (IPF) para a estrutura CFC, Figura 52(b), de região selecionada da amostra CR, Figura 51, juntamente com o histograma de distribuição do tamanho de grão austenítico, Figura 52(C). Enquanto na Figura 53 são apresentados os mapas de fases, Figura 53(a) e mapa de misorientação para fase austenítica, Figura 53(b). Estes resultados são provenientes de varredura conduzida em região da seção do plano transversal DL x DN com aumento de 300x.

Com base nos mapas apresentados nas Figuras 52 e 53 pode-se destacar uma varredura com um bom padrão de qualidade em toda área analisada (Figura 52 (a)), e para microestrutura monofásica austenítica (Figura 53(a)) e contendo 2290 grãos com tamanho médio de $38,1 \mu\text{m}$ (Figura 52(C)). A partir do histograma gerado e destacado na Figura 52(C) pode-se destacar que cálculo do tamanho de grão apresentou um desvio padrão de

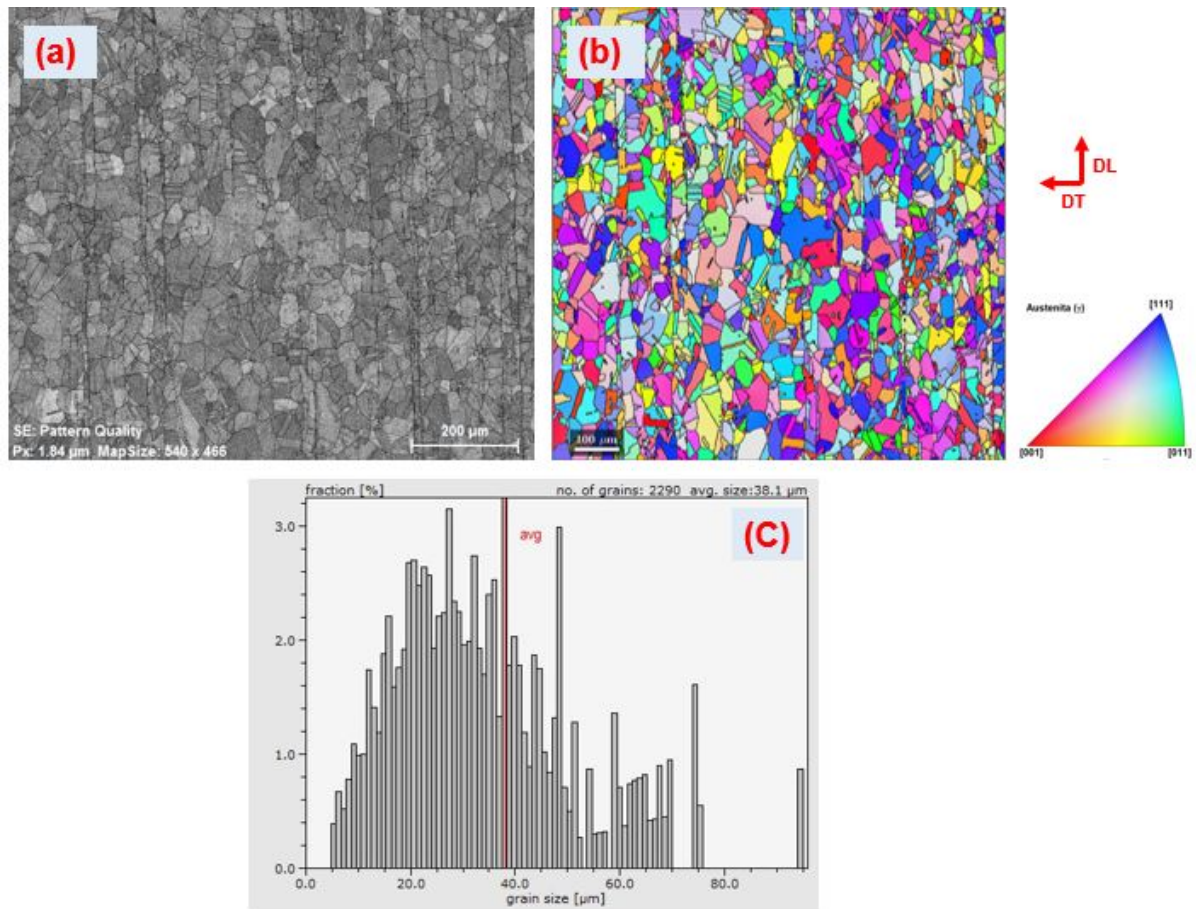


Figura 52 – Informações obtidas na análise de EBSD para amostra CR na seção DLxDN: Padrão de qualidade gerado pelo software Esprit (A), mapa de imagem de orientação do grão e seu respectivo IPF (B) e histograma de distribuição do tamanho de grão com respectiva média e população de grão (C).

11,40 μm e \pm “Erro experimental” de 0,488 μm .

Esse resultado é similar ao encontrado, no AIA 201LN na condição como recebido e processado da mesma forma no fornecedor APERAM, por SOUZA(12) – exceto pelo tamanho um pouco menor: 50,1 μm para uma população de 4605 grãos em uma varredura com aumento de 200x para os resultados da autora. Esta diferença pode ser explicada em parte pela diferença da composição química entre as amostras, já que a autora utilizou um aço de corrida diferente produzido também na Aperam (Tabela 10). Como também o tamanho de grão calculado no *software ESPRIT* para o presente trabalho pode ter sido influenciado pelas linhas onduladas associadas aos vestígios da ferrita δ , que foi removida durante o polimento eletrolítico, e em parte parece ser sido “confundidos” com contorno de grão austenítico, como se destacam nos diferentes mapas (Figura 52(A,B) e Figura 53(A)) e em função do 0,87% de fase ferromagnética detectada pelo ferritoscópio na amostra como recebida.”

Na Figura 53(a) é apresentado o mapa de fase presente no material CR, no

qual existe apenas a presença da fase austenita, resultado esse que corrobora com o aspecto morfológica destacado na análise com detector de BSED no MEV (Figura 51) e fases identificadas no DRX (Figura 50) do material CR. Além disso, na Figura 53(b) é apresentado o mapa de misorientação do material CR, onde não se vê grandes desvios nas orientações dos grãos em toda a região analisada, esse resultado confirma a boa homogeneidade da orientação dos grãos no seu interior e a não presença de deformação residual de algum processo de laminação a quente anterior, em função do recozimento a 1050 °C aplicado ao material antes de ser fornecido.

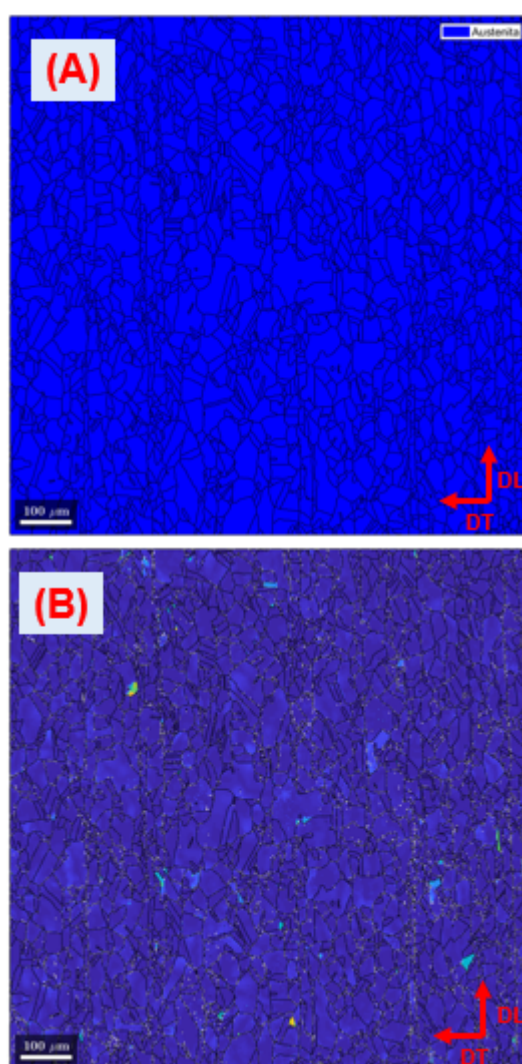


Figura 53 – Informações obtidas na análise de EBSD para amostra CR na seção DLxDN, após tratamento no Matlab com a macro MTEX: Mapa de fase (a) e Mapa de misorientação (b).

4.1.4 Propriedade Mecânicas

4.1.4.1 Dureza

Uma das caracterizações mecânicas para a amostra CR foi a medição da macrodureza Vickers, a qual apresentou um valor médio de 276 HV e um “Erro experimental” de 2,28 HV, destacando a homogeneidade da condição como recebida. Este resultado será comparado aos valores de dureza obtida da laminação a frio nas reduções acumuladas selecionados e dos distintos tempos de encharque no recozimento para a reversão a 850 °C em função da redução prévia na laminação a frio.

4.1.4.2 Tração Uniaxial

O ensaio de tração uniaxial foi feita na amostra na condição como recebida (CR) com base em corpos de prova extraídos em três direções diferentes, em função da direção de trabalho na laminação a quente, sendo elas: DL, DT e D45. Sendo avaliados 3 corpos de prova de cada direção até a ruptura, de modo a avaliar as seguintes propriedades do material: Limite de escoamento (LE), limite de resistência a tração (LRT) e alongamento uniforme.

No que se refere a medição do alongamento uniforme, após o ensaio de tração, dos corpos de provas na direção: DL, DT e D45, foram feitas novas medições nas marcações feitas antes do ensaio com distância de 5 mm entre elas ao longo do comprimento útil do CP (Figura 46), excluindo as marcas que continham a região de estricção.

Além disso, as medidas de Ferritoscopia foram feitas nestas regiões de deformação uniforme, ou seja, em que não houve estricção próxima a fratura. Para assim avaliar-se a contribuição da formação de martensita α' no endurecimento em função da tensão limite de resistência exibida em tração, e também se houve alguma alteração na fração de martensita formada em função da direção (DL, DT e D45) da solicitação na tração uniaxial.

Na Figura 54 são mostradas as curvas de tensão x deformação de engenharia resultantes dos ensaios de tração uniaxial para os 3 corpos de prova da chapa como recebida, CR_DL1, CR_DL2 e CR_DL3, extraídos na direção de laminação (DL). Na Tabela 17 são mostrados os valores das propriedades mecânicas extraídas desses corpos de prova com base nos valores da curva para os limites de resistência a tração (LRT) e de escoamento (LE) em 0,2% de deformação e calculados da deformação uniforme dos corpos de prova para o alongamento uniforme.

SOUZA(12) analisou o mesmo aço do presente estudo, somente com uma pequena diferença de composição química, por ter sido produzido na APERAM em uma corrida diferente e apresentar espessura de 5 mm na condição laminada a quente. No seu estudo fez uso de uma velocidade de deslocamento de travessão de 3 mm/min e obteve um valor de LE 745,41 MPa e de alongamento uniforme de 76,79% e de LRT de 1929,41 MPa, todos

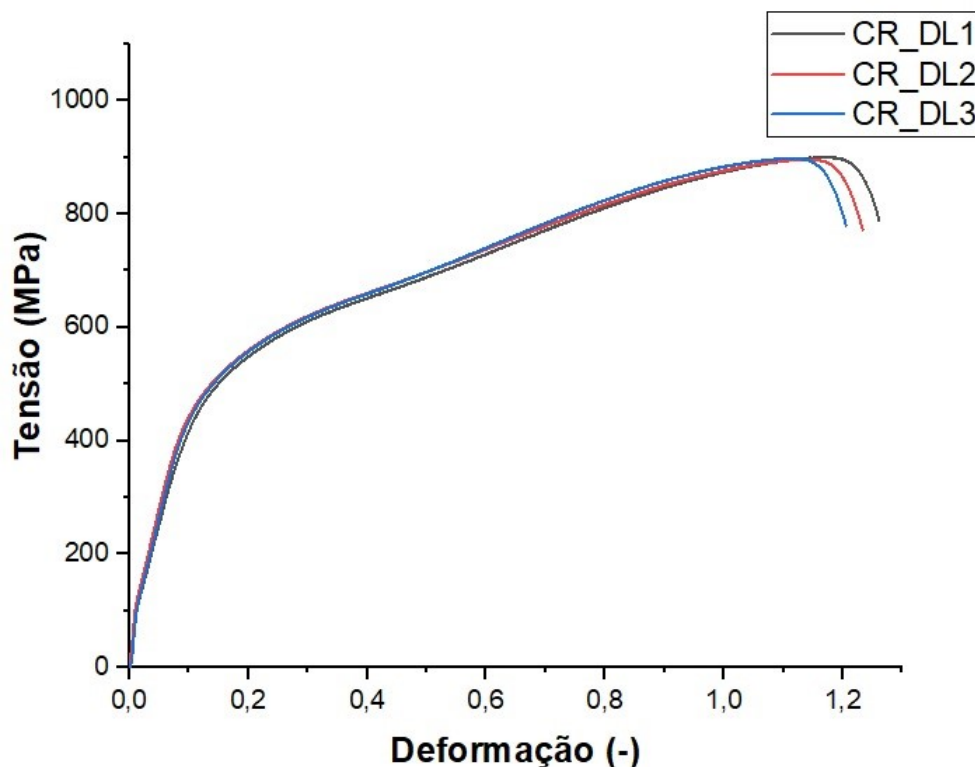


Figura 54 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra CR na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Tabela 17 – Propriedades mecânicas da amostra CR na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
CR_DL1	879,64	374	64,12
CR_DL2	881,93	412	63,92
CR_DL3	894,68	403	64,88
Média	885,42	396,33	64,31
Desvio Padrão	11,73	25,51	0,51

superiores aos valores encontrados no presente trabalho, que impôs uma velocidade de deformação de 1,2 mm/min. O que se justifica pelo fato que quanto maior seja a velocidade ou taxa de deformação maior será a fração de martensita α' formada nos estágios iniciais da deformação plástica e maior o incremento no endurecimento.

No entanto, se não houver meios para se manter a peça ou corpo de prova em temperatura constante ao longo de todo ensaios, a energia mecânica será convertida em energia térmica e maior será o incremento de temperatura por essa conversão e a exotérmica da transformação martensítica, quanto maior for a velocidade ou taxa de deformação imposta. Com isto, haverá uma redução na nucleação de martensita α' em conjunto com o incremento da deformação, e por consequência menor será a contribuição no endurecimento e maior será o alongamento em função de maior fração de austenita encruada para aços

susceptíveis ao efeito TRIP Haušild et al.(58).

Na Figura 55 são apresentadas as curvas de tensão x deformação de engenharia resultantes do ensaio de tração uniaxial da amostra como recebida, CR_D(45)1, CR_D(45)2 e CR_D(45)3, de corpos de prova extraídos na direção que forma uma angulação de 45° (D45) com a direção de laminação. Na Tabela 18 são mostrados os valores das propriedades mecânicas extraídas dos ensaios desses corpos de prova.

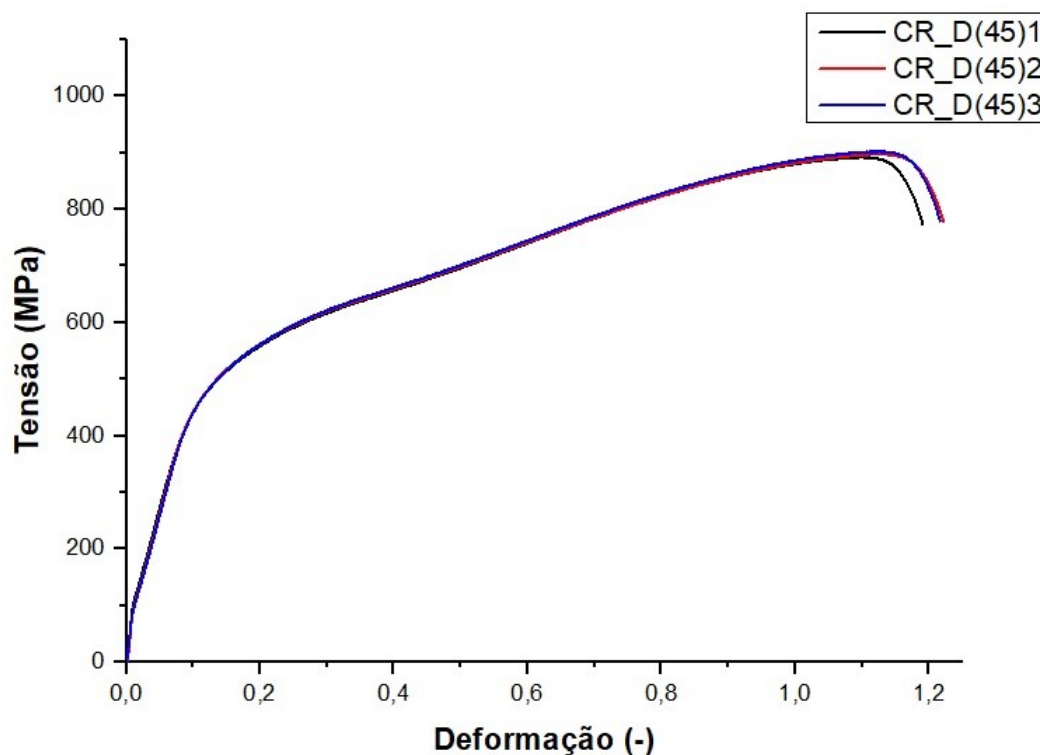


Figura 55 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra CR na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Tabela 18 – Propriedades mecânicas da amostra CR na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
CR_D(45)1	892,25	401	63,16
CR_D(45)2	897,47	408	63,60
CR_D(45)3	901,99	410	64,81
Média	897,23	406,33	63,85
Desvio Padrão	4,87	4,72	0,85

Nota-se que os valores médios de LRT, LE e alongamento total foram respectivamente 897,23 MPa, 406,33 MPa e 63,85%. Esses valores não apresentaram grande discrepância quando comparados com os resultados obtidos em DL, ou seja, 1,3% e 2,5% maior que o LRT e LE, respectivamente, e semelhantes ao que se refere ao alongamento

uniforme, com menores valores do desvio padrão para as três propriedades (Tabela 17 e 18).

Os resultados da curva de tensão versus deformação de engenharia da amostra CR na direção transversal (DT), de corpos de prova extraídos angulação de 90° com a direção de laminação, estão apresentados na Figura 56. Na Tabela 19 são mostrados os valores das propriedades mecânicas extraídas dos ensaios desses corpos de prova.

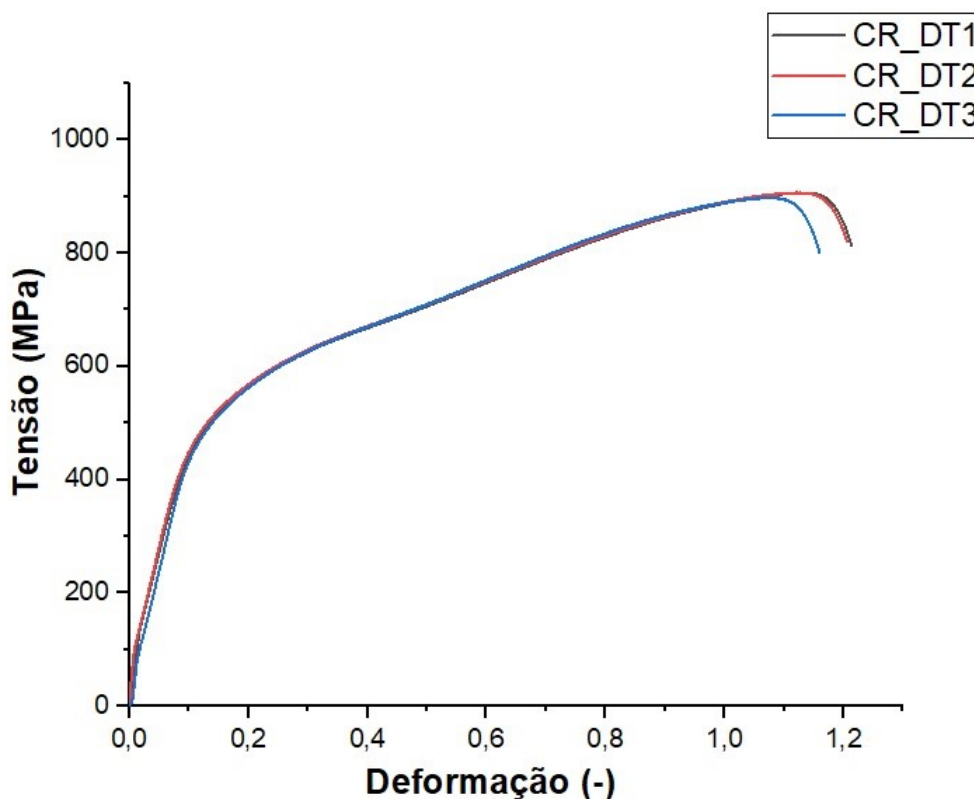


Figura 56 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra CR na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Tabela 19 – Propriedades mecânicas da amostra CR na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
CR_DT1	906,20	425	65,62
CR_DT2	906,33	430	62,64
CR_DT3	897,11	410	65,12
Média	903,21	421,66	64,46
Desvio Padrão	5,29	10,41	1,59

Nota-se que o LE médio da CR na direção transversal foi um pouco maior, cerca de 20 MPa, que o valor obtido para a CR em DL e D45. Ou seja, quando comparado a CR, os valores médios dos CPs DT, são 2% e 6% maior que o LRT e LE, respectivamente, e valores semelhantes ao que se refere ao alongamento uniforme, com menores valores

do desvio padrão para as três propriedades (Tabela 18 e 19). Esse fenômeno pode ser associado a uma possível maior susceptibilidade a transformação martensítica induzida por deformação em função da orientação dos grãos em relação a direção da tensão trativa para os CPs ensaios na direção DT, intermediária para D45 e inferior para direção DL, no que diz respeito ao endurecimento, principalmente no estágios iniciais de deformação (LE), sem prejuízos a ductilidade.

Na Tabela 20 são apresentados os resultados da porcentagem de martensita α' (%M) formada até o LRT e medidos por ferritoscopia nos CP's da condição como recebido nas direções DL, D45 e DT. Essa análise foi efetuada nas amostras após a ruptura no ensaio de tração, na qual foi analisado a região de deformação uniforme de cada CP, ou seja, a região que não sofreu estrição e suportou a tensão limite de resistência a tração (LRT).

Tabela 20 – Porcentagem de martensita (%M), avaliada por ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos Cp's da condição como recebido na direção DL, D45 e DT solicitados em tração uniaxial com velocidade de 1,2 mm/min.

Direção de Laminação		Direção em 45°		Direção Transversal	
Amostra	% M	Amostra	%M	Amostra	%M
CR_DL1	39,36	CR_D(45)1	36,96	CR_DT1	37,90
CR_DL1	38,58	CR_D(45)2	37,74	CR_DT2	38,06
CR_DL1	34,94	CR_D(45)3	37,76	CR_DT3	37,84
Média	37,63	Média	37,49	Média	37,93
Desvio Padrão	2,36	Desvio Padrão	0,46	Desvio Padrão	0,12

Observa-se que não houve uma variação significativa na porcentagem de martensita em nenhuma das direções ensaiados, resultando em valores médios de aproximadamente 37% com uma variação máxima de $\pm 2,36\%$ para DL (Tabela 20). Isso significa que pela a análise de Ferritoscopia nenhuma das direções foi mais susceptível para formação de martensita α' com o avanço da deformação plástica pelo incremento das tensões impostas. Como também ajuda explicar o porquê os valores de alongamento uniforme foram semelhantes (Tabela 17, 18 e 19). Visando confirmar a condição isotrópica da chapa do aço ASTM 201LN na condição como recebida em estudo, com uso das Equações (3.3),(3.4) e (3.5) para calcular o índice de anisotropia plástica (R), anisotropia planar (ΔR) e anisotropia normal (Rm).

A Tabela 21 apresentada os resultados da anisotropia do AIAs 201LN na condição como recebido para a anisotropia plástica (R), anisotropia planar (ΔR) e anisotropia normal (RM):

Nota-se que a anisotropia plástica (R) apresentou um valor bem próximo em todas as direções, isso confirma uma redução homogênea na espessura e largura, em toda área de deformação uniforme do CP de tração. A anisotropia planar apresentou um resultado

Tabela 21 – Valores de anisotropia do AIAs como recebido (CR) após ensaios de tração uniaxial com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	R	ΔR	Rm
CR_DL (R0)	0,929		
CR_D45 (R45)	0,935	0,012	0,941
CR_DT (R90)	0,966		

muito pequeno e próximo de zero que segundo a Figura 48 indica que esse material nessa condição não está sujeito a formação de orelhamento.

Por fim, o valor apresentado de anisotropia média ficou abaixo de 1, esse resultado segundo o William e Robert(17) indica que o material nessa condição tem tendência de redução na espessura levando ao comprometimento das propriedades mecânicas quando empregado níveis elevados de deformação nas operações de estampagem.

4.2 Material laminado a frio

Nessa seção são abordados os resultados das análises feitas nas amostras do AIAs 201LN laminadas com reduções acumuladas de 34,6%, 56,4% e 65,7%, conforme nomenclaturas apresentadas na Figura 34 do capítulo 3 de Material e Métodos. As técnicas de MEV, DRX e quantificação de fase pelo método de Rietveld via TOPAS foram selecionadas para se caracterizar essas condições de processamento quanto a modificações na morfologia microestruturais e fases (natureza e identificação) desenvolvidas, em função da deformação imposta na laminação a frio.

4.2.1 Caracterização microestrutural das amostras laminadas

As micrografias obtidas via microscopia eletrônica de varredura juntamente com o detector de elétrons retroespalhados (BSED) foram utilizadas para caracterizar as microestruturas desenvolvidas no AIA ASTM 201LN após o processo de laminação a frio com reduções acumuladas de 34,6%, 56,4% e 65,7%, a partir observações na seção transversal ao associada ao plano DLxDN.

A microestrutura da amostra LF34 (34,6% de redução acumulada) é apresentada na Figura 57 com os aumentos de 2000x (a) e nos detalhes em 5000x (b) e 10000x (c).

Nota-se que na Figura 57 uma microestrutura refinada resultante da laminação com redução acumulada de 34,7%, que destaca a presença regiões mais claras e inseridas nestas algumas regiões com uma coloração mais escura.

Na Figura 58 são ilustradas as micrografias da amostra LF56 com 56,4% de redução acumulada com o aumento de 2000x (a) e nos detalhes em 5000x (b) e 7000x (c).

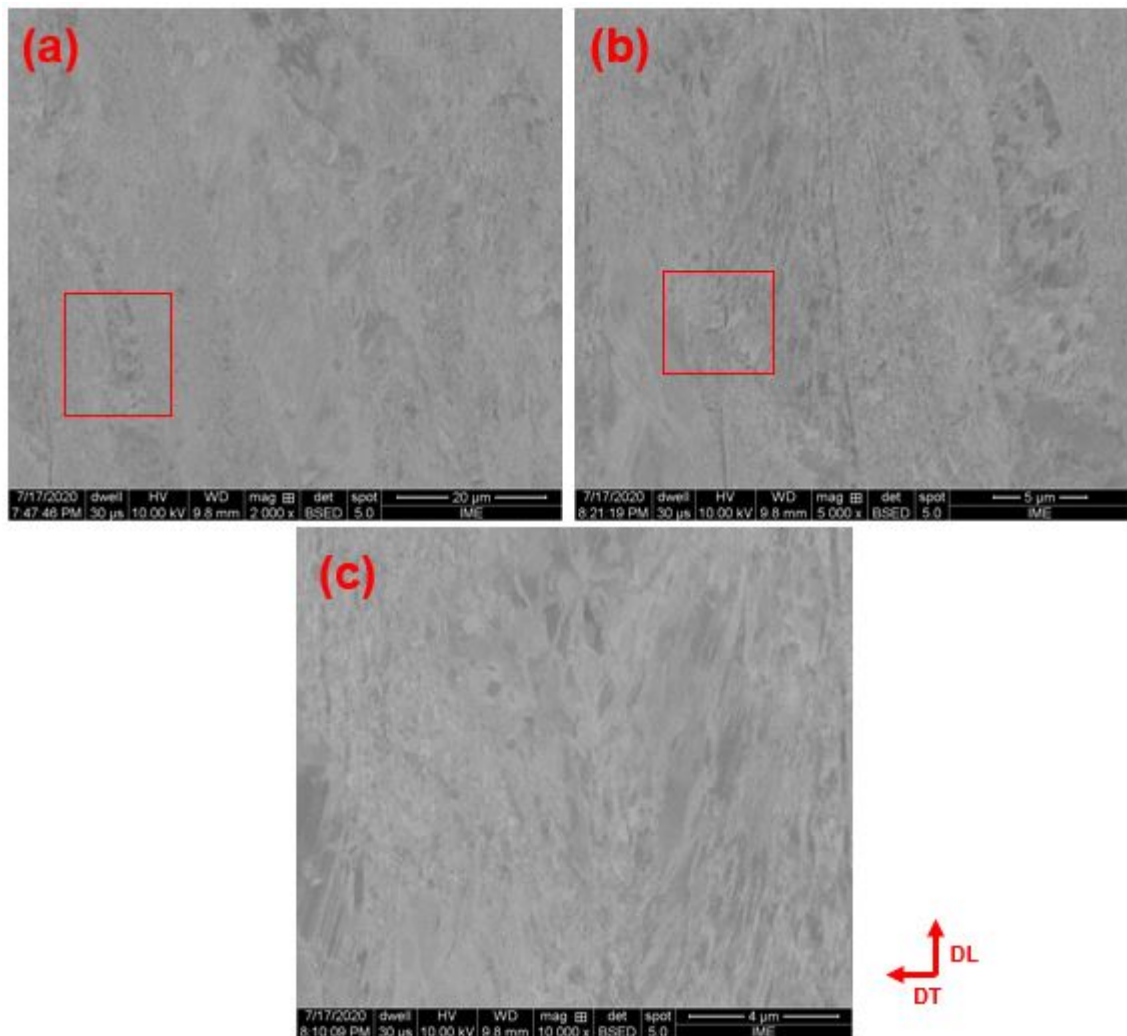


Figura 57 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF34 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c) 10000x.

Observou-se que na amostra LF56 (Figura 58) quando comparada com a amostra LF34 (Figura 57), apresentou um aparente pequeno incremento na fração de regiões de coloração mais escura e redução nas regiões mais claras.

A micrografia da amostra LF65 que tem redução acumulada de 65,7% é apresentada na Figura 59, de forma semelhantes as reduções anteriormente apresentadas, foram utilizados os aumentos de 2000x (a) e nos detalhes em 5000x (b) e 7000x (c).

Nota-se que a amostra LF65 apresenta uma microestrutura com regiões escurecidas mais refinadas e homogeneamente distribuída na microestrutura, circundada por regiões de coloração mais clara, que aparentemente incrementa em fração com a maior redução acumulada adotada para essa amostra que é de 65,7% (Figura 59).

Confrontando os aspectos microestruturais apresentados nas Figura 57, 58 e 59 com resultados da literatura (SILVA(14) e SOUZA(12)), pode-se inferir que as regiões mais claras da microestrutura são referentes a austenita que está sendo deformada e

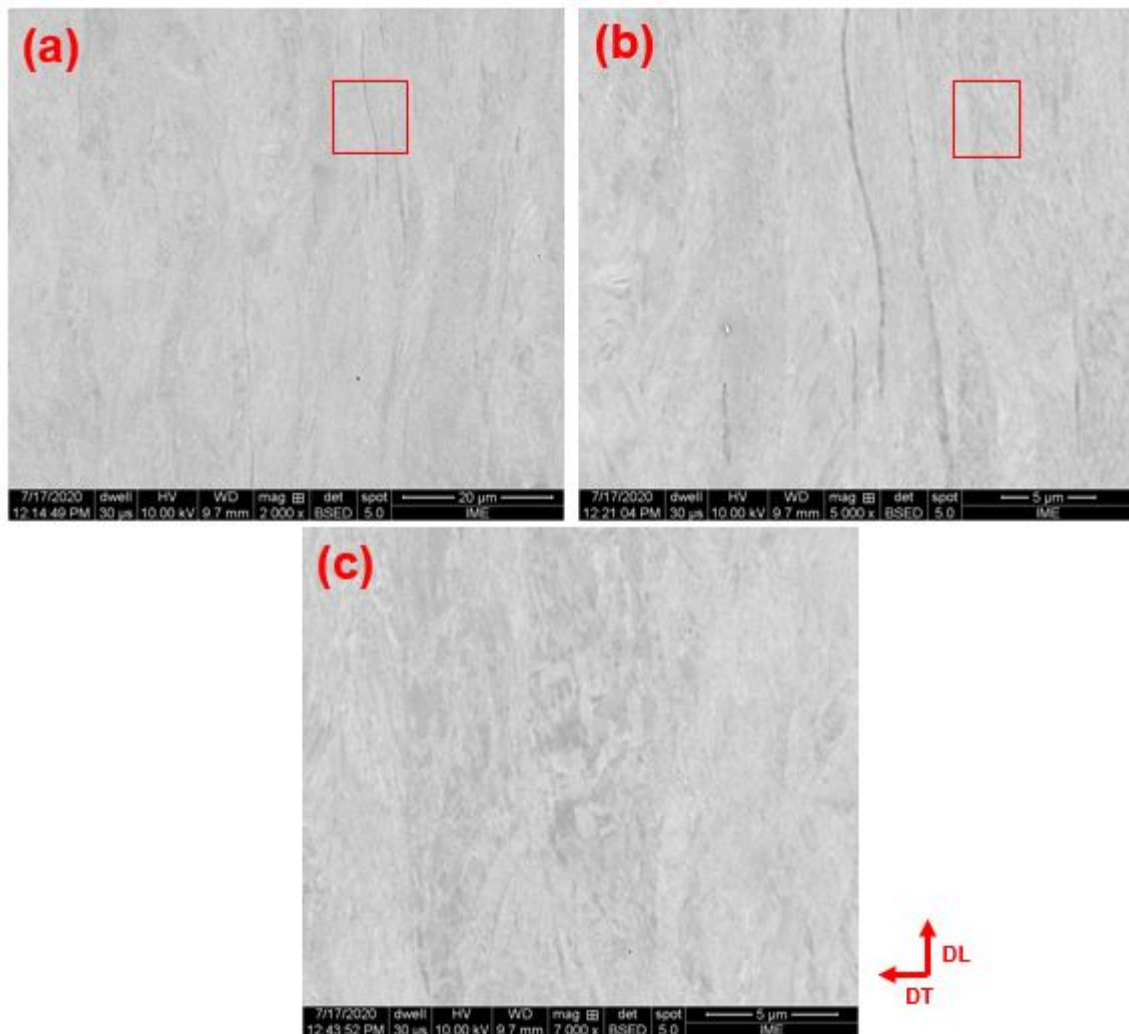


Figura 58 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF56 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c) 7000x.

acolhendo mais encruamento em função do incremento da redução acumulada. Como também as regiões escurecidas sendo referentes a martensita α' formada a partir da indução da transformação martensítica por deformação, que intensifica sua fragmentação com o incremento da deformação acumulada Behjati, Kermanpur e Najafzadeh(52).

4.2.2 Quantificação de fases em função da redução na laminação a frio

Nas Figura 60 e 61 são apresentados os difratogramas obtidos das amostras do aço inoxidável ASTM 201LN com 34,6% e 56,4% de redução acumulada, respectivamente.

No difratograma da amostra LF34 (Figura 60), quando comparado com o da amostra CR (Figura 50, nota-se o surgimento de três picos da fase martensita α' , sendo eles $\alpha'(110)$, $\alpha'(200)$ e $\alpha'(211)$. Além disso, observa-se uma redução na intensidade e alargamento dos picos da fase austenita γ ((111), (220) e (211)) na amostra laminada com 34,7% de redução. Esses resultados comprovam que uma parte da fase austenita foi

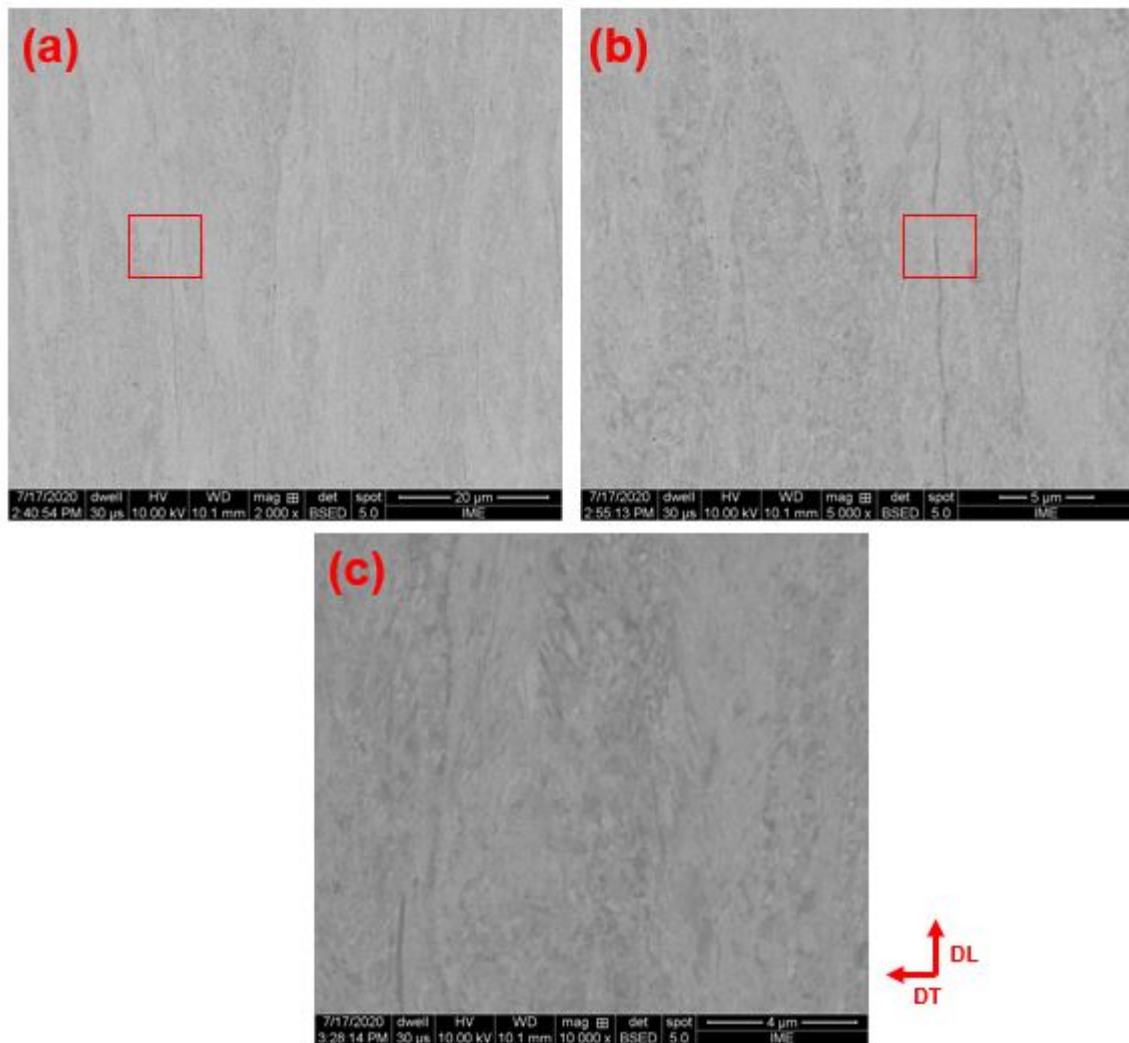


Figura 59 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF65 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c) 7000x.

transformada em martensita durante a laminação à frio.

A amostra LF56 (Figura 61) apresentou como resultado um difratograma com a presença dos mesmo três picos de martensita que foram encontrados na amostra LF34. Porém, nessa amostra nota-se que esses picos de martensita aparecem com uma maior intensidade principalmente o pico $\alpha'(211)$, no entanto na fase austenítica os picos $\gamma(111)$ e $\gamma(311)$ foram consumidos quase que por completos e o pico $\gamma(220)$ apresentou uma redução significativa na sua intensidade. Logo, a transformação martensítica ocorreu de forma mais intensa na amostra LF56, mas se torna necessário uma quantificação de fase para se saber a diferença do teor de martensita entre as duas condições, conforme é apresentado no final desta seção.

Na Figura 62 é mostrado o difratograma da amostra do aço inoxidável ASTM 201LN com a redução acumulada de 65,7%, maior adotada neste estudo.

Nota-se que na amostra LF65 apenas um pico da fase austenita faz presente com

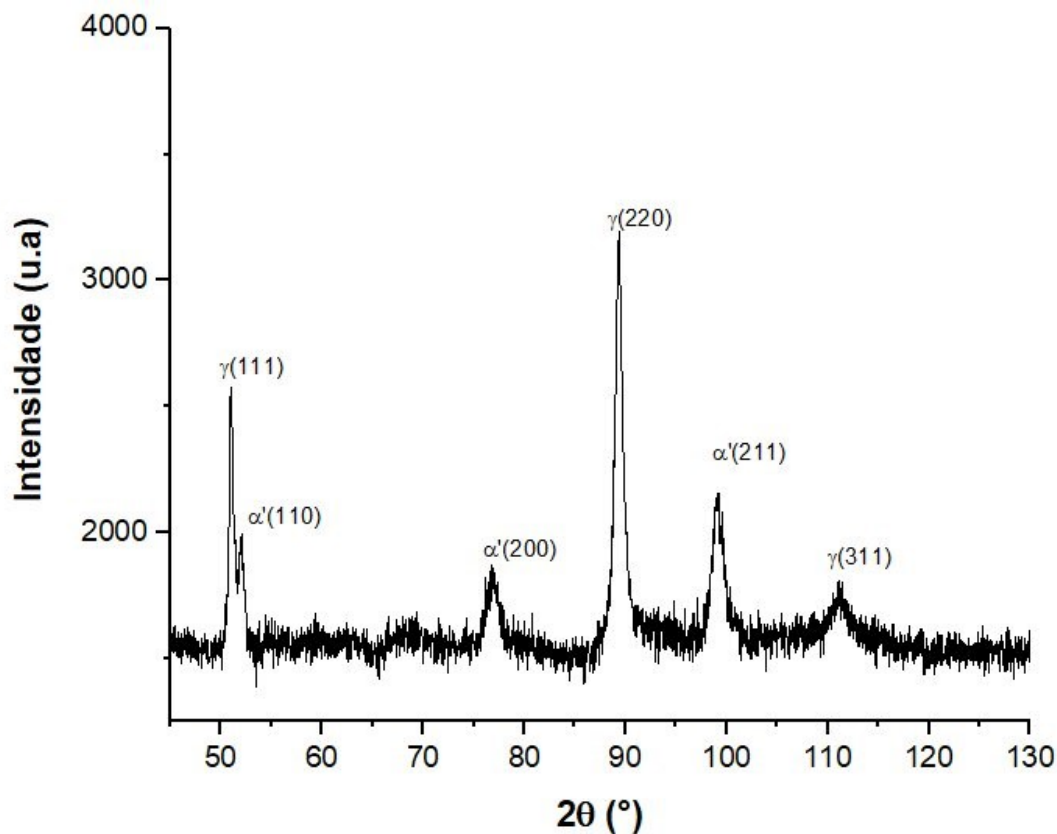


Figura 60 – Difratograma da amostra LF34, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.

redução na sua intensidade, ou seja, o $\gamma(220)$ e os picos da fase martensita apresentaram um aumento de intensidade significativa nessa redução mais acentuada, sendo o mais intenso o $\alpha'(211)$. Podendo-se inferir que há uma preferência inicialmente nas orientações da austenita a serem consumidas em favorecimento a formação da martensita α' :

- para redução acumulada de 34,7% na laminação a frio, observa-se o completo consumo das orientações de $\gamma(200)$ e $\gamma(222)$, significativa redução de $\gamma(111)$, pequena redução de $\gamma(311)$ e praticamente a manutenção na intensidade de $\gamma(220)$, em favorecimento a formação da martensita α' com a seguinte ordem crescente de intensidade $\alpha'(200)$, $\alpha'(110)$ e $\alpha'(211)$;

- com o incremento da redução acumulada de 34,7% para 56,4% na laminação a frio, observa-se o consumo praticamente completo das orientações de $\gamma(111)$ e $\gamma(311)$, e pequena redução na intensidade de $\gamma(220)$, em favorecimento do incremento na fração das orientações da martensita α' associada aos planos $\alpha'(200)$ e $\alpha'(211)$, nesta ordem crescente, e sem aparentemente favorecer a orientação $\alpha'(110)$;

- por fim, com incremento da redução acumulada de 56,4% para 65,7% na laminação a frio, observa-se o completo consumo das diminutas aparentes frações das orientações $\gamma(311)$ e $\gamma(111)$ da austenita e mais significativa consumo de $\gamma(220)$, em favorecimento ao

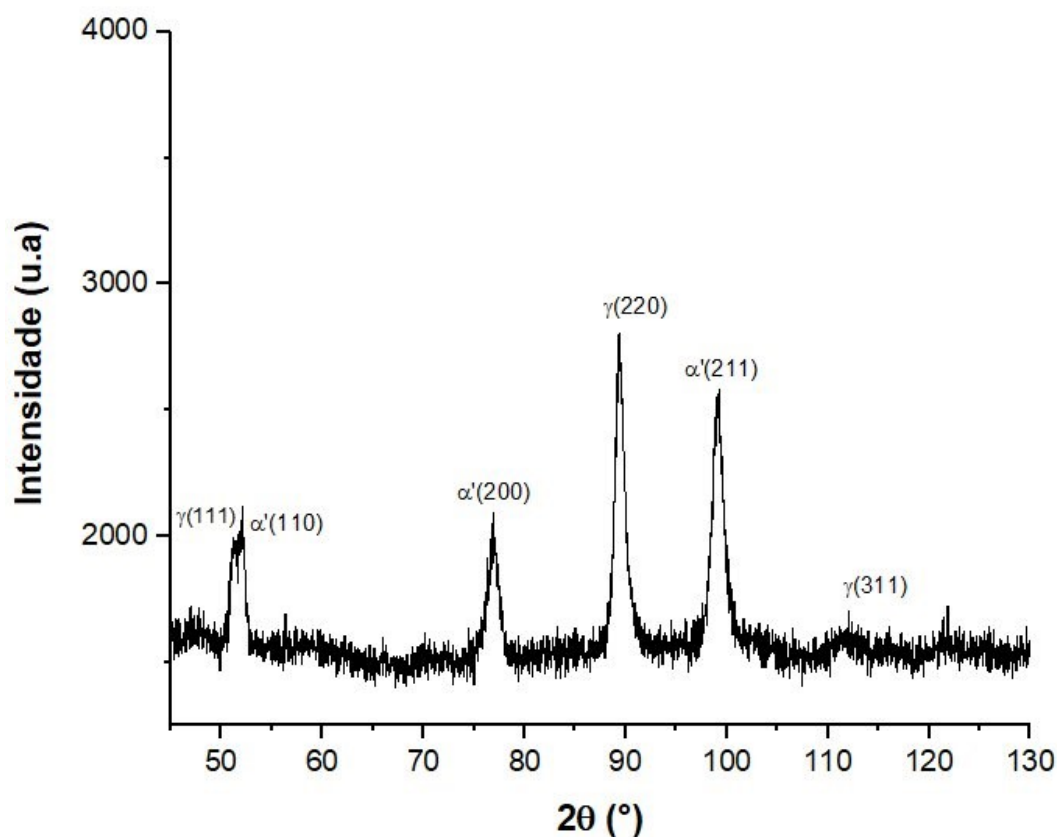


Figura 61 – Difratograma da amostra LF56, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.

incrementos das orientações finais observadas de $\alpha'(110)$, $\alpha'(200)$ e $\alpha'(211)$ da martensita.

MOALLEMI(10) afirma que para os AIAS 201LN quanto maior a redução acumulada maior será o teor de martensita formada pelo efeito TRIP, esse comportamento pode ser notado no material em estudo, pois a amostra com a maior redução (LF65) apresentou somente um pico da fase austenita $\gamma(220)$ indicando assim uma conversão martensítica significativa. Como também, a orientação $\gamma(220)$ da austenita é a menos susceptível a transformação e que acolhe o maior encruamento em função da deformação imposta. Porém, para que se tenha um resultado preciso da quantidade de cada fase presente se torna necessário uma quantificação de fase em todas as condições.

As quantificações de fases dos difratogramas das amostras LF34, LF56 e LF65 foram analisadas através do *software* TOPAS e são mostradas nas Figura 63(a), Figura 63(b) e Figura 63(c) respectivamente. Na Tabela 22 é apresentado o teor de austenita (γ), martensita (α') e GOF (*Goodness of fit*) para cada uma das reduções acumuladas.

Na Tabela 22 são apresentados os resultados obtidos pelo TOPAS, no qual houve um aumento do percentual de martensita α' com o aumento da redução acumulada na laminação a frio. Esse resultado corrobora com a análise visual prévia dos difratogramas antes da quantificação (Figura 60, 61 e 62). Além disso ao comparar o difratograma expe-

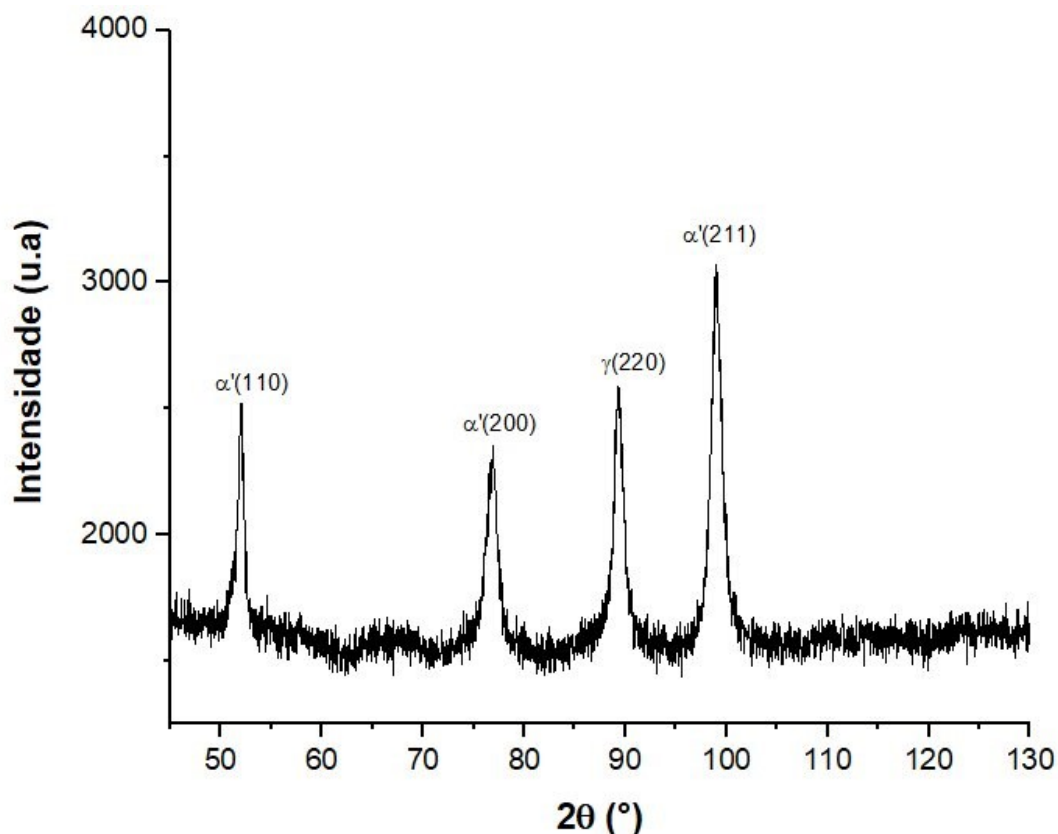


Figura 62 – Difratograma da amostra LF65, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.

rimental (preto/azul) e teórico (vermelho) os mesmos apresentaram um valor satisfatório ($GOF < 2$) em todas as amostras, validando assim o valor obtido na quantificação de fases.

Tabela 22 – Percentual das fases e GOF's presentes nas amostras laminadas a frio com distintas reduções acumuladas, com base em resultados da DRX.

Amostra	%Austenita (γ)	%Martensita (α')	GOF
LF34	81,86	18,14	1,25
LF56	65,41	34,59	1,13
LF65	54,74	45,26	1,33

Podem-se também afirmar, que as regiões claras das micrografias obtidas para estas amostras são a austenita em processo de encruamento e a as regiões mais escuras a martensita α' formada e que se fragmenta com o incremento da deformação (Figura 57, 58 e 59).

Logo, através da análise visual dos picos dos difratograma e da quantificação pelo *software* TOPAS, pode-se definir que na amostra com maior redução acumulada (LF65), apresentou uma maior formação da fase martensita. Esse comportamento pode ser explicado pela exposição da amostra a tensões compressivas maiores oriundas da laminação a frio que serviram como propulsor para a formação da fase martensita α' . Confrontando os mesmos

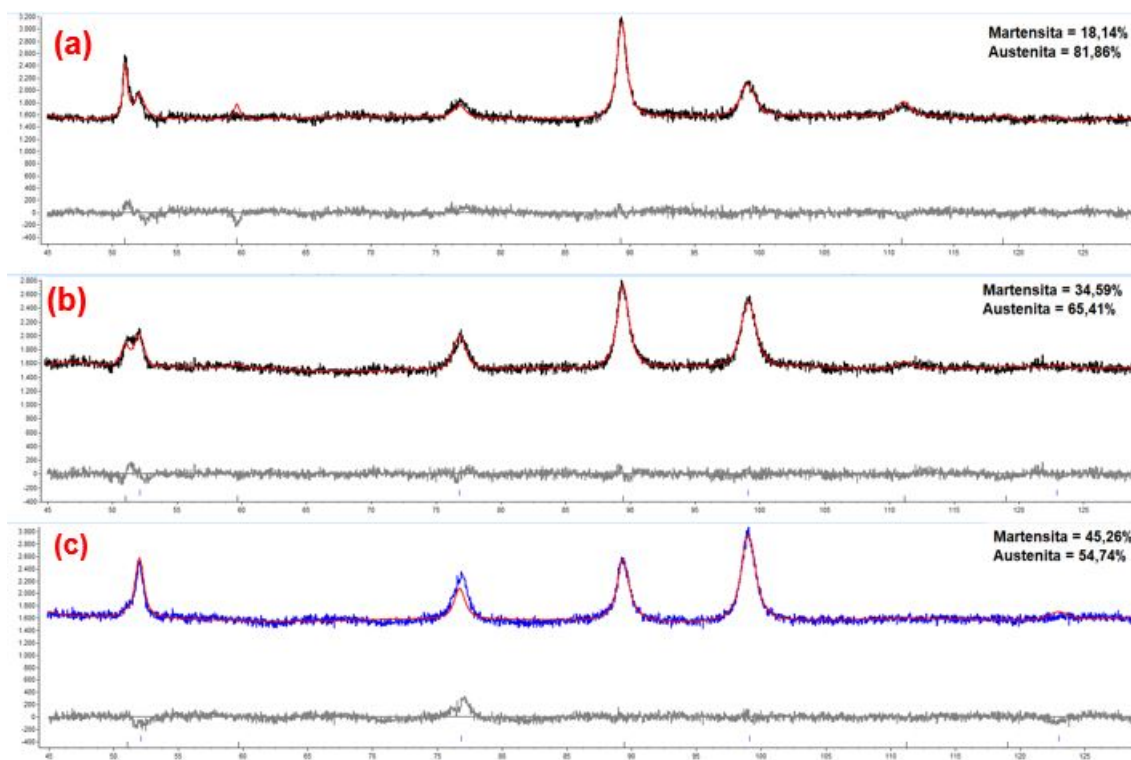


Figura 63 – Comparação dos difratogramas experimental e teórico para as amostras (a) LF34, (b) LF56 e (c) LF65 através do TOPAS.

com estudos de outros autores MOALLEMI et al.(8),SILVA(14),SOUZA(12),FILHO(7), nota-se que esse comportamento se faz presente em todos e que o incremento da redução acumulada no AIA 201 aumenta de forma significativa a fração volumétrica de martensita presente no material até uma deformação de saturação (ϵ_s) de 0,4 no qual essa taxa de transformação diminui (Figura 14, 15 e 16). Esse comportamento pode ser explicado devido a formação de martensita oriunda do Efeito TRIP, assim como o tipo de mecanismo que está sendo adotado para a formação dessa fase.

4.3 Material recozido

Com base nas amostras provenientes das 3 reduções acumuladas na laminação a frio, o estudo do recozimento para reversão foi dividido em duas partes:

- estudo exploratório para avaliar a propensão a reversão da martensita α' em austenita em função da redução acumulada na laminação a frio e tempo de encharque no recozimento para reversão a 850 °C, e a influências das modificações estruturais que se façam presente na macrodureza Vickers.

- seleção da condição laminada a frio e recozida com maior fração de austenita revertida para um estudo detalhado quanto ao aspecto microestrutural e microtextural, bem como comportamento mecânico e efeito TRIP em comparação a condição como

recebida.

4.3.1 Avaliação preliminar da reversão Martensítica

Nesse seção são abordados os resultados de dureza e ferritoscopia das amostras do AIA ASTM 201LN recozida na temperatura de 850 °C em tempos distintos de encharque após as 3 reduções acumuladas selecionadas para este estudo. Esses resultados serviram como base para determinação da condição laminada e recozida com maior reversão martensítica para ser avaliadas quanto ao seu comportamento mecânico e efeito TRIP face a condição como recebida.

Na Figura 64 é apresentada a análise da evolução da fração volumétrica de martensita realizada por ferritoscopia das amostras LF34 (Figura 64a), LF56 (Figura 64b) e LF65 (Figura 64c) que foram submetidas a um tratamento de recozimento contínuo em tempos entre 15 e 180 s, em comparação a condição somente laminada com distintos percentuais de redução (indicado nos gráficos como LF). Nota-se nas amostras recozidas a partir das condições laminadas LF34 e LF56 que não houve quase nenhuma modificação na fração volumétrica de martensita, tendo uma média aproximada de 18,6% e 32,8% de martensita para as condições somente laminadas LF34 e LF56, respectivamente, e valores médios de 18,3% e 27,5% após 180 s de encharque para as respectivas condições laminadas.

Torna-se importante destacar que na amostra LF65 (Figura 64c), houve um decréscimo significativo na fração de martensita nas amostras que tiveram tempos de recozimentos igual ou superior a 75 segundos. Porém, nenhuma amostra apresentou uma completa reversão martensítica para esta redução acumulada (65,7%) até o maior tempo de encharque empregue (180 s) no recozimento a 850 °C. Sendo que a maior reversão ocorreu na amostra LF65_R180, a qual foi laminada até uma redução acumulada de 65,7% e em seguida recozida a 850 °C no tempo de encharque de 180s. Essa amostra apresentou cerca de 6,97% de martensita retida, ou seja, reverteu por volta de 83,59% dos 42,47% da fração de martensita α' formada na laminação com 65,7% de redução acumulada, com base na medição via ferritoscopia. Estes resultados estão de acordado com as observações de Misra et al.(53), que destacam que quanto maior a deformação maior a fragmentação na martensita formada propicia a formação de um número maior de sítios para nucleação da austenita no processo de reversão que se dá no recozimento.

A dureza Vickers foi avaliada nas amostras LF34 (Figura 65a), LF56 (Figura 65b) e LF65 (Figura 65c) e nos seus pares recozidos entre os tempos de encharque de 15 e 180 s no recozimento para reversão a 850 °C, a fim de verificar a influência da fração de martensita induzida por deformação (quando somente deformada) e das modificações estruturais (recristalização da austenita encruada e reversão de α' em γ) nesta propriedade mecânica (Dureza HV).

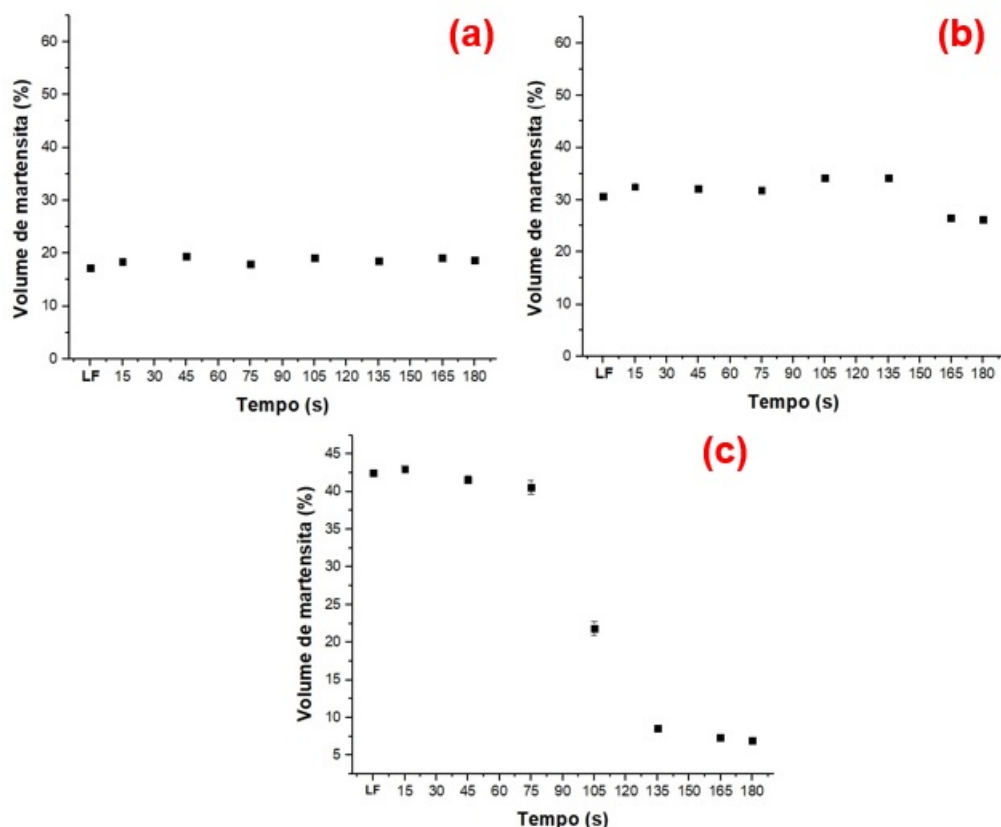


Figura 64 – Ferritoscopia das amostras laminadas do aço inoxidável ASTM 201LN com (a) 34,6%, (b) 56,4% e (c) 65,7% de redução acumulada e que foram recozidas na temperatura de 850 °C com tempo variando entre 0-180s.

Diferentemente a evolução reversão da martensita em austenita, via medidas de ferritoscopia, quando observou-se o comportamento da evolução da macrodureza notou-se um aumento nos seus valores em todos os tempos de recozimentos nas amostras laminadas com 34,6% e 56,4% de redução acumulada. Ou seja, mesmo no tempo mais curto (15 s) de encharque no recozimento promoveu um incremento na dureza que se tornou mais significativa conforme o incremento na deformação acumulada prévia, a citar:

(i) O aumento quase de 40 HV para amostra com redução acumulada de 34,6% nos tempos mais curtos de encharques;

(ii) Pouco mais de 40 HV para 56,4%; e quase 60 HV para 65,7% no tempo curto de encharque. Indicando que apesar de o fenômeno de reversão não se fazer presente para estes tempos curtos, mas certamente alguma recristalização se faz presente na estrutura da martensita originalmente encruada e se faz mais significativa com aumento do percentual de encruamento PADILHA e GUEDES(29).

Quando se observa somente as amostras recozidas com base nas amostras com deformação acumulada de 34,6%, em todo intervalo de tempo de encharque avaliado (entre 15 e 180 s), nota-se que a dureza apresenta-se sempre superior a condição somente

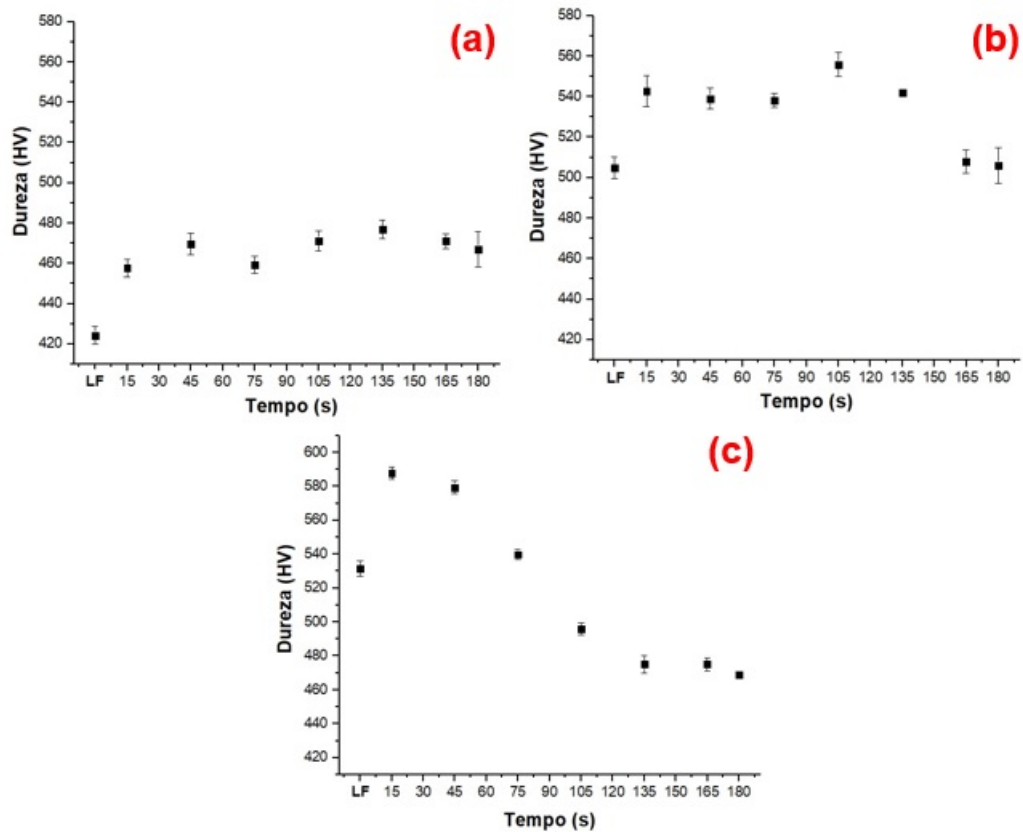


Figura 65 – Dureza HV das amostras laminadas do aço inoxidável ASTM 201LN com (a) 34,6%, (b) 56,4% e (c) 65,7% de redução acumulada e que foram recozidas na temperatura de 850 °C com tempo variando entre 0 e 180 s.

laminada e mínimo igual ou superior a dureza resultante do recozimento de 15 s a 850 °C (Figura 65a), mesmo sem nenhuma alteração significativa na fração de martensita detectada pelo ferritoscópio (Figura 64a). O mesmo comportamento é observado para as amostras recozidas com base nas amostras deformação acumulada de 56,4% e 65,5% até o tempo de recozimento de 135 s e 75 s (Figura 65b,c), respectivamente, em que a fração de martensita só reduz para tempos de recozimento superiores a estes (Figura 65b,c). Podendo inferir que a recristalização da estrutura encruada não conjugada a reversão da martensita contribui para o incremento da dureza, mas que a partir do momento que a reversão da martensita em austenita começa a tomar parte a dureza é sensivelmente reduzida quanto maior o percentual de deformação acumulada na laminação a frio prévia.

A amostra LF65_R180 foi a que apresentou uma maior queda na dureza Vickers, por volta de 11,74%, na qual sua dureza saiu de 531,4 HV, amostra laminada em uma redução acumulada de 65%, para 469,0 HV após o recozimento em 850 °C por 180 s.

Logo, na Figura 66 é apresentado um gráfico comparando a evolução da dureza (HV) e o teor de martensita (%) das amostras recozidas em 850 °C nos tempos variando entre 0 e 180 s e com redução acumulada de 67,5%.

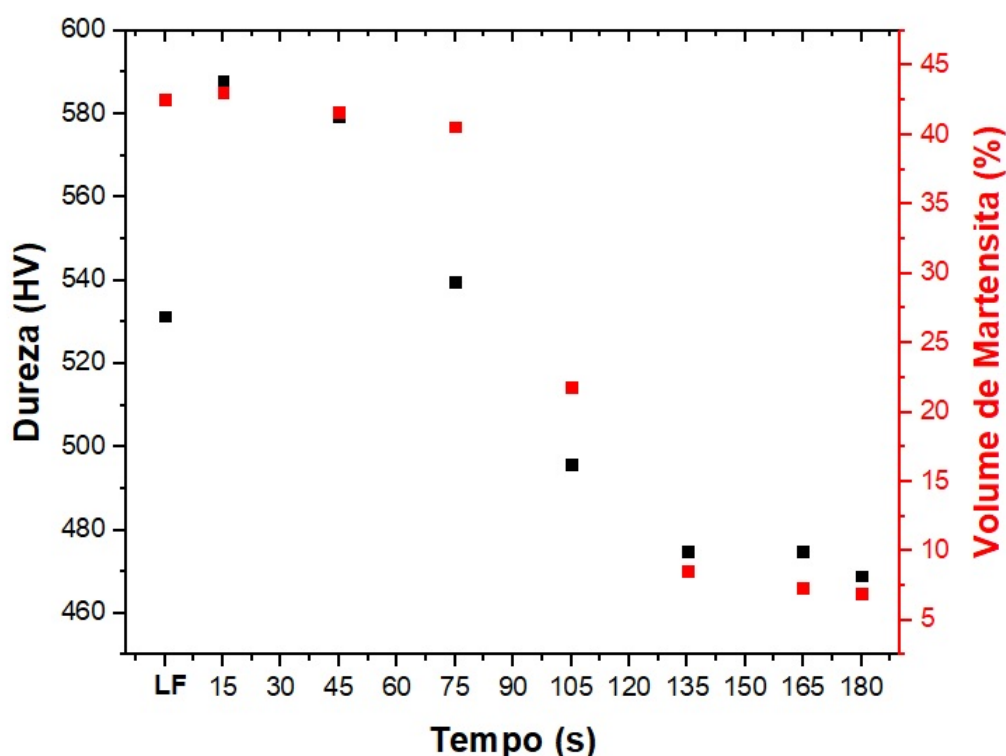


Figura 66 – Comparação entre a Dureza e a Ferritoscopia das amostras laminadas do aço inoxidável ASTM 201LN com 65,7% de redução acumulada e que foram recozidas na temperatura de 850 °C com tempo variando entre 0-180 s.

Sendo assim, observando os resultados da ferritoscopia quanto Dureza Vickers, a condição de tratamento térmico que apresentou a maior reversão martensítica (6,97% de martensita retida) foi a da amostra LF65_R180 e com valor dureza muito superior a condição como recebida totalmente austenítica ($276 \pm 2,28$ HV), a mesma foi selecionada para análises mais aprofundadas e que são abordadas na seção 4.3.1 a seguir.

4.4 Condição de recozimento selecionado

4.4.1 Caracterização microestrutural da condição recozida selecionada

A microscopia eletrônica de varredura com auxílio do detector de elétrons retroespalhados (BSED) foi utilizada para caracterizar a microestrutura presente no AIA ASTM 201LN após o processo de laminação a frio com redução acumulada de 65,7% e recozido em uma temperatura de 850 °C por 180 s (condição selecionada), com base na observação da seção transversal associada a DL x DN. As micrografias da amostra LF65_R180 são apresentadas na Figura 67 com os aumentos de 2000x (a) e nos detalhes em 5000x (b) e 10000x (c).

Nota-se que a amostra LF65_R180 apresenta uma estrutura refinada e com uma

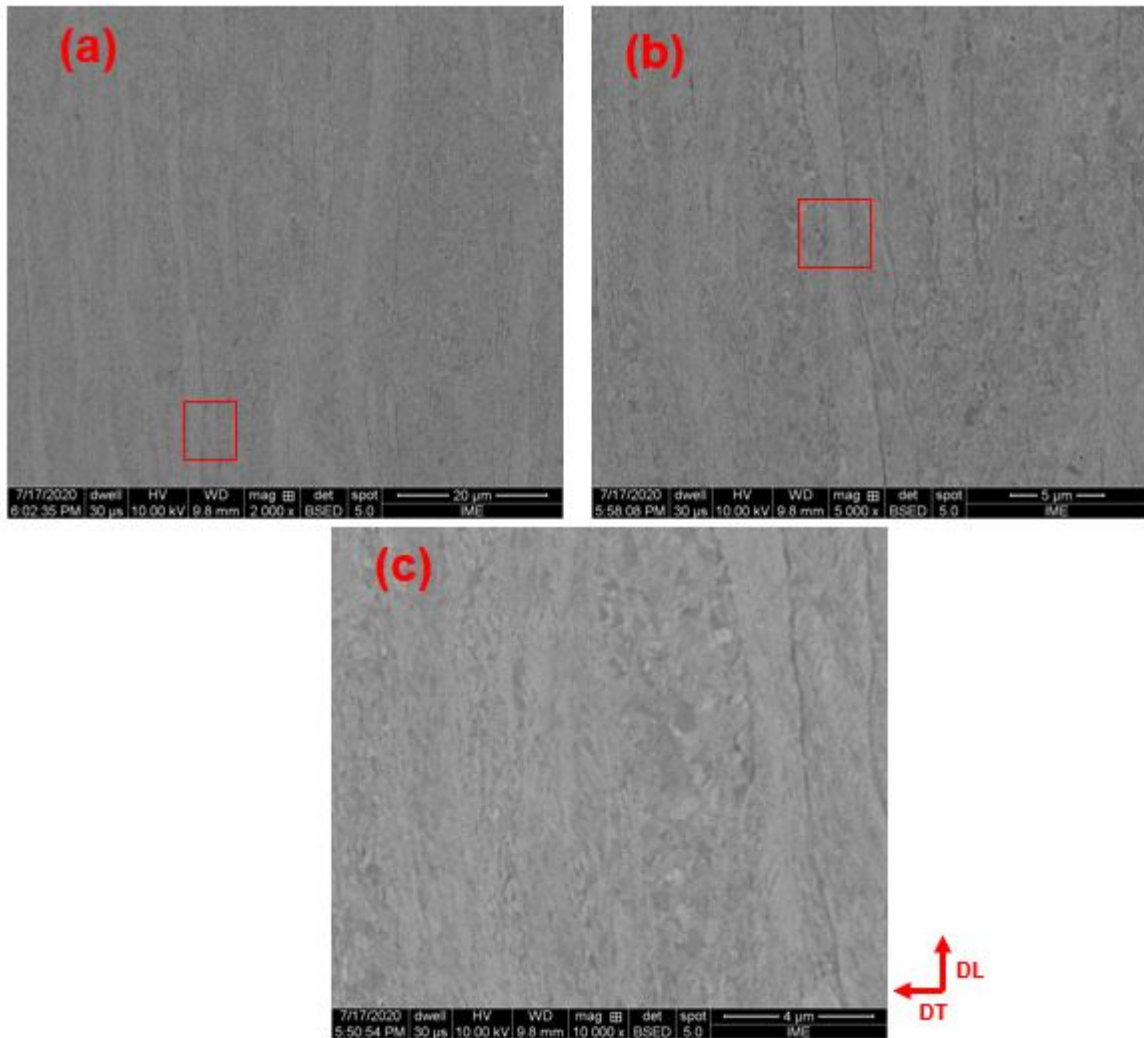


Figura 67 – Micrografias obtidas via MEV com detector de BSED da amostra LF65_R180 nos aumentos de (a) 2000x e (b) 5000x e (c) 10000x.

modificação estrutural significativa quando comparada a sua condição prévia somente laminada com 65,7% de redução acumulada (Figura 59). Onde se destacam regiões estreitas bandeadas mais claras, paralelas a DL, intercaladas com regiões mais alargadas com um misto de nanoregiões de tons claros e escuros melhor observadas na Figura 67c.

4.4.2 Identificação e quantificação de fases da condição recozida selecionada

Nas Figura 68 é apresentado o difratograma obtido da amostra do aço inoxidável austenítico ASTM 201LN em estudo com 65,7% de redução acumulada na laminação a frio e recozida em 850 °C por 180 s.

No difratograma da amostra LF65_R180 (Figura 68) quando comparado com o difratograma obtido pela a amostra referente da condição prévia com o mesmo percentual de redução acumulada antes do recozimento (Figura 62), pode-se observar uma alteração significativa quanto:

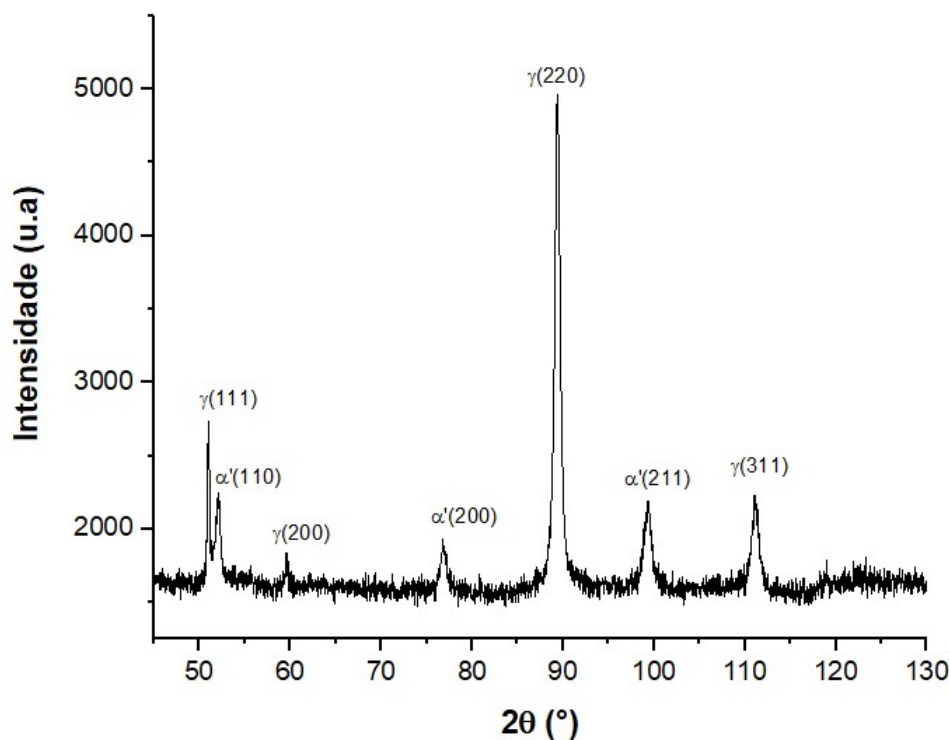


Figura 68 – Difratograma da amostra LF65_R180, destacando a presença da fase austenita (γ) e da fase martensita (α') e seus respectivos picos de difração.

- aos picos da martensita α' referente aos planos $\alpha'(200)$, $\alpha'(110)$ e $\alpha'(211)$, nesta ordem crescente, apresentam uma redução significativa nas suas respectivas intensidades;
- aos picos da austenita referente aos planos $\gamma(311)$, $\gamma(200)$, $\gamma(111)$ e $\gamma(220)$, nesta ordem crescente apresentam uma incremento significativa nas suas respectivas intensidades. Ressaltando que o único pico entre estes que era detectado na respectiva condição laminada é o $\gamma(220)$.

Esse comportamento comprova que a reversão martensítica ocorreu quase que completamente nessa condição de tratamento térmico (850 °C por 180 s) a partir da condição laminada com redução acumulada de 65,7%.

Na Figura 69 é apresentado a quantificação de fase da amostra LF65_R180 através do software TOPAS, no qual se fez um refinamento comparando os difratogramas experimental (azul) e teórico (vermelho). O resultado obtido foi de 11,38% de martensita e 88,64% de austenita, no qual o seu GOF (*Goodness of fit*) foi de 1,105 que garante a confiabilidade da quantificação. Valor este que difere do medida pela técnica de ferritoscopia (6,97% de martensita retida), mas esta diferença pode ser explicada por alguma textura formada com o tratamento térmico e que não é assumida pela condições de contorno na quantificação no TOPAS, no qual considera ser um material de textura aleatória.

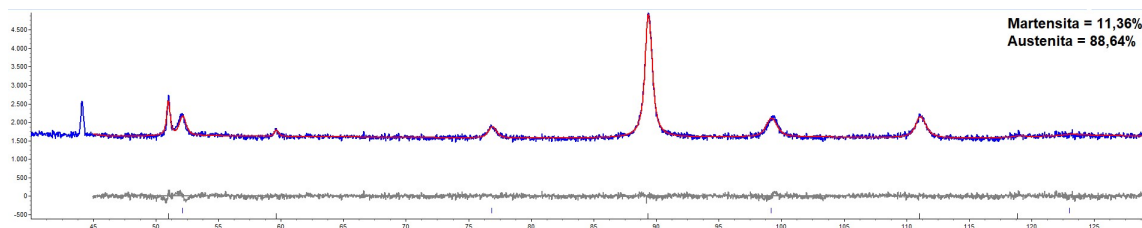


Figura 69 – Comparação dos difratogramas experimental e teórico para a amostra LF65_R180 através do TOPAS.

4.4.3 Microestrutura desenvolvida na condição recozida selecionada

Com o detector de EBSD foi gerado o mapa de padrão de qualidade da amostra LF65_R180 (Figura 70(A)) juntamente com o mapa de fases (Figura 70(B)) destacando a austenita em vermelho e a martensita α' em verde, obtidos com auxílio do software ESPRIT. Enquanto na Figura 71 são apresentados os mapas gerados a partir do tratamentos dos dados de EBSD no Matlab pela macro Mtex, destacando o mapa de misorientação da fase austenítica (Figura 71(a)) e o mapa de imagem orientações de grão em conjunto com IPF para a estrutura CFC (Figura 71(b)). Todas as análises com esse detector foram feitas na seção transversal associada DLxDN da amostra em questão com um aumento de 5000x.

Na Figura 70(a) tem-se o mapa de padrão de qualidade da amostra LF65_R180, enquanto na Figura 70(b) o mapa de fases destacando a distribuição e localização na estrutura da fase austenita e martensita α' inicialmente detectada na análise de DRX (Figura 68). Pode-se observar tanto no mapa de padrão de a qualidade como no mapa de fase regiões na cor preta onde não foi possível resolver identificar o padrão de Kikuchi associada a fase / orientação ali presente. Isto pode ser associado a alguma austenita ainda severamente encruada e de uma das fases (austenita ou martensita α') com tamanho de grão inferior ao passo adotado na análise de EBSD.

O mapa de fase referente ao material na condição recozida selecionada, apresentado na Figura 70(b), contém de forma majoritária a fase austenita (Vermelha) e apenas com a presença de pequenas regiões da fase martensita (Verde) distribuída entre os grãos da matriz austenítica. Esse resultado corrobora com o DRX (Figura 68) em termos de identificação da fase martensita α' , mas não pode ser diretamente confrontado com a quantificação pelo *Software* TOPAS (11% de martensita α') e ou pela ferritoscopia (6,97%). Pois foi somente conduzida uma varredura nesta amostra, sendo assim um número de varredura insuficiente para quantificar a martensita α' por EBSD com precisão.

Além disso, na Figura 71(a) é apresentado o mapa de misorientação da fase austenita na amostra LF65_R180, onde se verifica que existem regiões com grandes desvios nas orientações dos grãos (em função das de azul claro passando a verde e amarelo), esse resultado confirma que a presença de deformação residual nestes grãos de austenita. No qual se deve ao encruamento promovido na laminação com redução acumulada com 65,7%

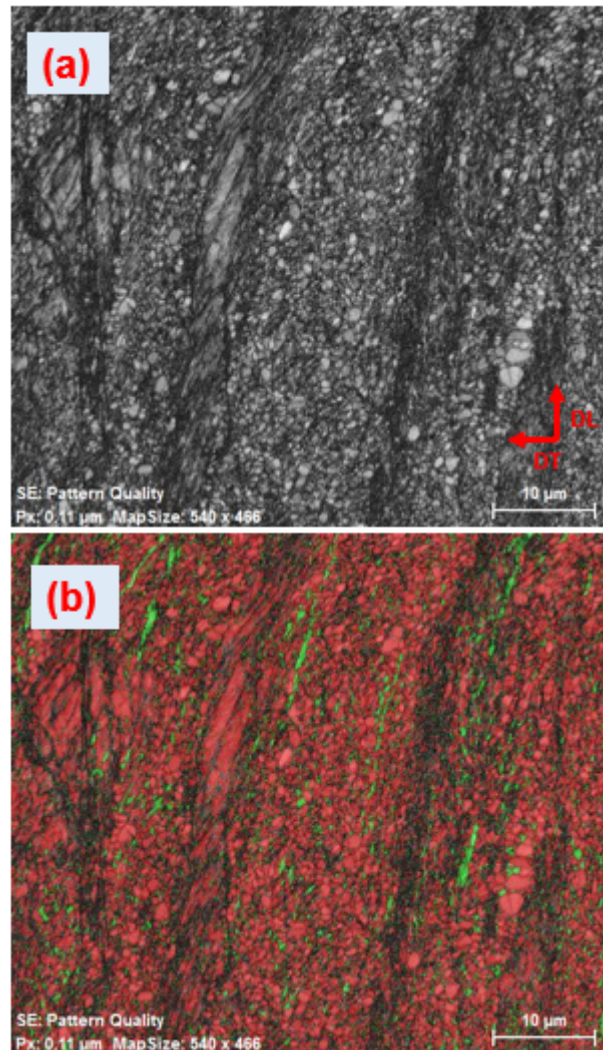


Figura 70 – Informações obtidas pelo software Esprit quanto análise de EBSD para a amostra LF65_R180: Padrão de qualidade (a), Mapa de fases γ (vermelha) e α' (verde) (b).

e posterior recozimento a 850 °C por 180 s não foi capaz de recrystalizar por completo a estrutura da austenita encruada.

Na Figura 71(b) é apresentado o mapa de imagem de orientação dos grãos austeníticos em conjunto com o IPF referente a estrutura CFC, podendo se inferir que principalmente a população de grão não recrystalizados a orientação se aproxima a de grãos com plano (111) paralelo a superfície da chapa, em função da coloração entre o azul e o cian. Por outro lado, para a maioria dos demais grãos, que são refinados e recrystalizados, aparentemente há uma aparente tendência de proximidade de grãos com plano (110) paralelo a superfície da chapa, em função da coloração mais próxima ao verde. Confrontando este resultado (Figura 71(b)) com seu respectivo DRX (Figura 68), há o destaque para a maior intensidade para o plano (220) da austenita e também a presença da orientação (111) da austenita em concordância com os resultados de EBSD. Este resultados

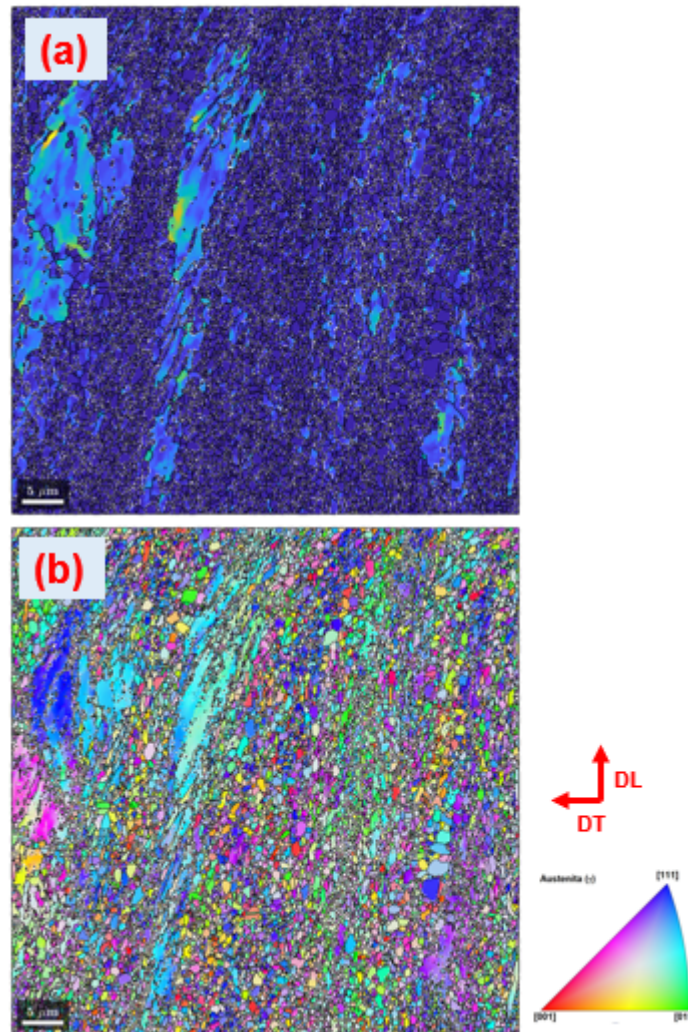


Figura 71 – Informações obtidas na análise de EBSD após tratamento no Matlab com a macro Mtex da amostra LF65_R180: Mapa de misorientação (a) e mapa de imagem de orientação dos grãos juntamente com a IPF da austenita (b).

em termos da austenita, principalmente recristalizada, corrobora com os resultados para as amostras de aço com composição similar laminadas com aproximadamente 56% de redução acumulada e recozidas a 750 °C por 15 minutos do trabalho de SOUZA(12).

Porém, SOUZA(12) obteve uma estrutura com total reversão e uma estrutura de grão austenítica com uma distribuição de tamanho de grão heterogênea e bimodal superior e distinta da observada no presente trabalho, onde os grãos recristalizada são bem menores e com uma distribuição mais homogênea.

No que se refere ao tamanho médio de grão o valor registrado pelo *software Esprit* ficou por volta de 1,4 μm em função de 6046 grãos foram analisados (Figura 72). Porém esse valor não pode ser considerado preciso, devido o zero solution dessa amostra está por volta de 38%, regiões em preto dos mapas de qualidade e fases apresentados na Figura 70. Sendo assim, seria necessário um EBSD com um maior aumento para tentar definir

com precisão o tamanho de grão, somada a um número mínimo de varredura para se ter uma estatística confiável. Mas pela análise da Figura 72, pode-se afirmar a maior população de grãos apresenta com tamanho inferior a unidade de micrometro, indicando que possivelmente grande parte dos grãos apresentam tamanho na faixa submicrométrica.

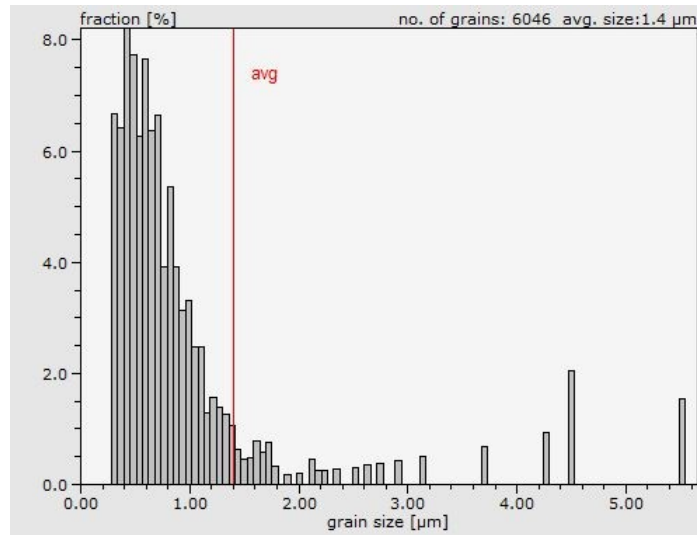


Figura 72 – Histograma do tamanho de grão da amostra LF65_R180 obtida pelo software Esprit pela técnica de EBSD.

Desta forma, agora é possível inferir que as regiões estreitas e mais claras reveladas nas micrografias (Figura 67), obtidas com detector de BSED no MEV, são associadas as austenita ainda encruada e as regiões mais refinadas com misto de diminutas regiões claras e escuras são relacionadas aos grãos de austenita recristalizada e da revertida também somada a martensita retida.

4.4.4 Comportamento mecânico e transformação de fases sob tração uniaxial na condição recozida selecionada

A tração uniaxial foi feita na amostra na condição recozida selecionada, ou seja, laminada a frio com redução acumulada de 65,7% e recozida a 850 °C por 180 s (LF65_180R), em corpos de provas extraídos de três direções diferentes da chapa, sendo elas: DL, DT e D45, seguindo procedimento igual ao adotada a condição como recebida, conforme metodologia estabelecida na seção 3.4.6 e resultados apresentados e discutidos na seção 4.1.2.5, para fins de comparação.

Na Figura 73 são apresentadas as curvas de tensão x deformação de engenharia resultantes do ensaio de tração uniaxial em triplicada da amostra LF65_R180 na direção de laminação. Na Tabela 23 são mostrados os valores das propriedades mecânicas extraídas desse ensaio, ou seja, LE e LRT da curva tensão x deformação e o alongamento uniforme calculada a partir da deformação ocorrida na região útil de deformação uniforme.

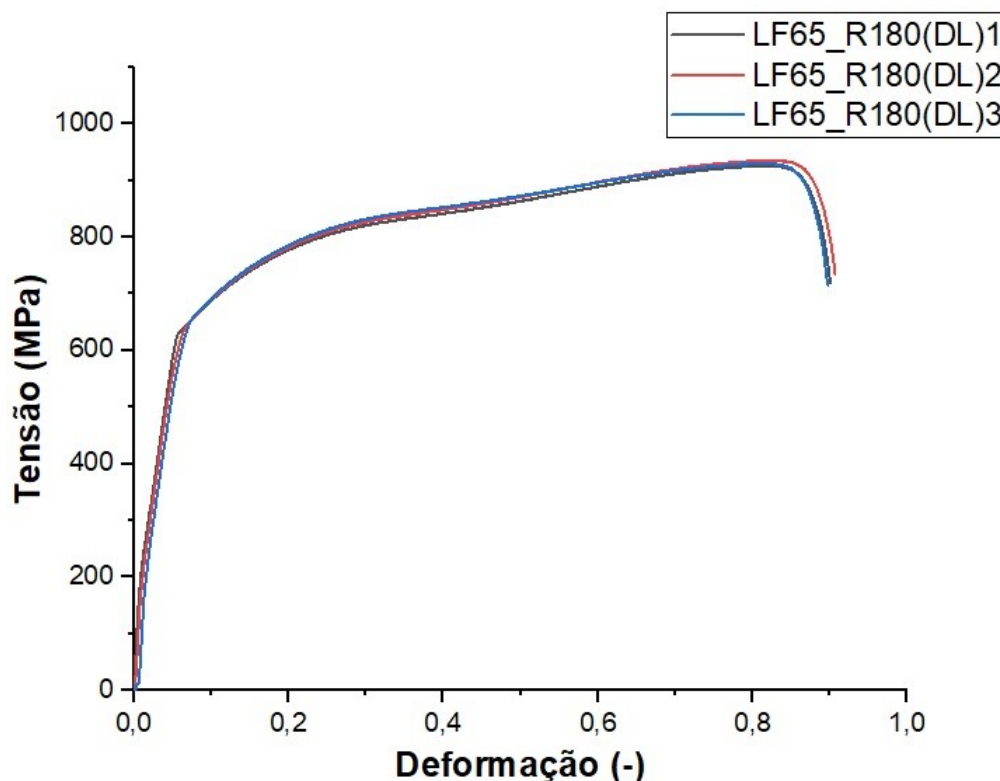


Figura 73 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra recozida selecionada (LF65_R180) na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Tabela 23 – Propriedades mecânicas da amostra na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
LF65_R180(DL)1	925,61	637	64,92
LF65_R180(DL)2	935,13	623	62,92
LF65_R180(DL)3	929,67	620	60,24
Média	930,14	626,67	62,69
Desvio Padrão	4,78	9,07	2,35

Observa-se que o LRT e LE do AIAs 201LN na condição de laminada a frio com redução acumulada de 65,7% e recozida em uma temperatura de 850 °C por 180 s, apresentaram respectivamente os valores médios de 930,14 MPa e 626,67 MPa. Logo, nota-se que em ambos os casos os valores são maiores que os resultados obtidos no material como recebido na mesma direção (DL). Na Tabela 24 é mostrada uma comparação entre os valores médios das propriedades mecânicas do material nas duas condições, como recebida e recozida selecionada, e a percentagem desse aumento (Δ^*).

Observa-se que a amostra LF65_R180 apresentou um valor médio de LRT em 4,8% maior que a amostra CR e seu alongamento total foi de 2,5% menor, ou seja, uma alteração não significativa nestas duas propriedades. Porém, o grande destaque se dar ao LE que

Tabela 24 – Comparação das propriedades mecânicas da amostra na condição como recebida e na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção DL deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
LF65_R180(DL)	930,14	626,67	62,69
CR_DL	885,42	396,33	64,31
Δ^* (%)	4,81	36,76	-2,58

aumentou em 36,8% quando comparado com a amostra CR. Isto provavelmente se deve a presença de grãos de austenita não recristalizada e a pequena fração de martensita retida (6,97%), e talvez também a aparente orientação preferencial dos grãos recristalizados na estrutura da amostra recozida selecionada, como destacada na análise de EBSD (Figura 71).

Os resultados da curva de tensão versus deformação de engenharia da amostra LF65_R180 na direção que forma uma angulação de 45° (D45) com a direção de laminação são apresentados na Figura 74, esse resultado foi replicado em três CP's. Na Tabela 25 são mostrados os valores das propriedades mecânicas extraídas dessas curvas, ou seja, LE e LRT da curva tensão x deformação e o alongamento uniforme calculada a partir da deformação ocorrida na região útil de deformação uniforme.

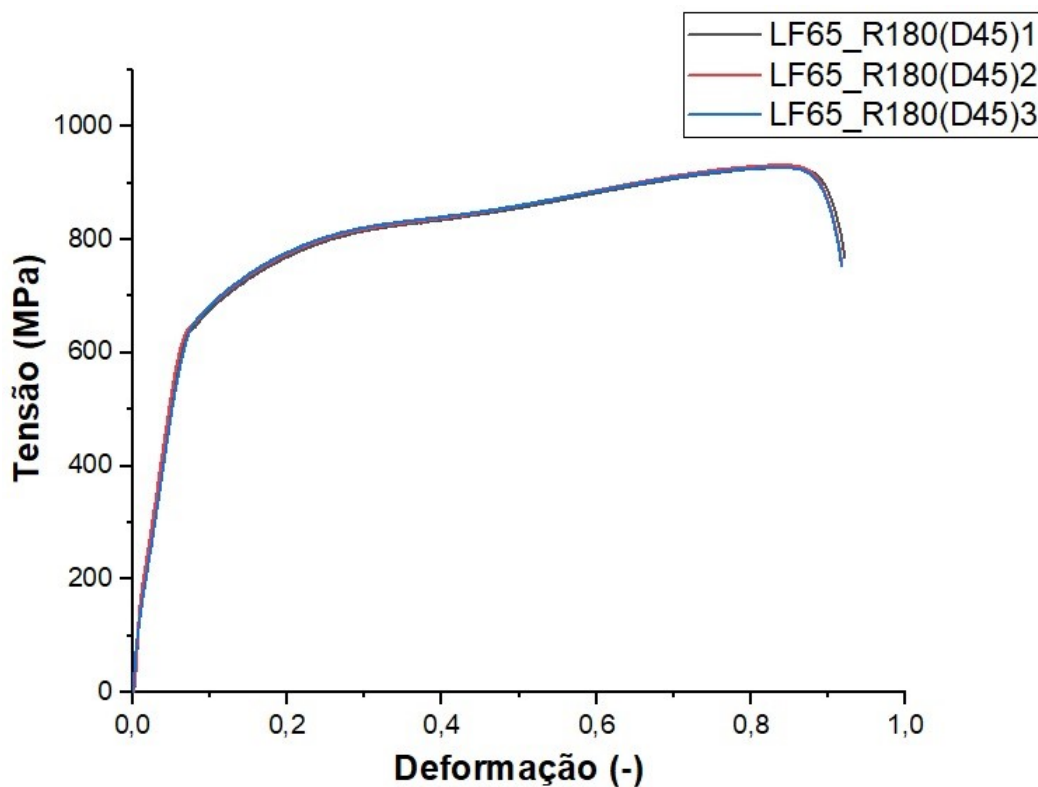


Figura 74 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra recozida selecionada (LF65_R180) na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Tabela 25 – Propriedades mecânicas da amostra na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção D45 deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
LF65_R180(D45)1	927,85	595	63,12
LF65_R180(D45)2	930,55	605	63,84
LF65_R180(D45)3	927,79	601	63,92
Média	928,73	600,33	63,62
Desvio Padrão	1,58	5,03	0,44

Na Figura 75 são apresentadas as curvas de tensão x deformação de engenharia resultantes do ensaio de tração uniaxial da amostra LF65_R180 na direção de transversal, no qual foi feito em triplicada. Na Tabela 26 são mostrados os valores das propriedades mecânicas dos corpos de prova ensaiados, ou seja, LE e LRT com base em valores da curva tensão x deformação e o alongamento uniforme calculada a partir da deformação ocorrida na região útil de deformação uniforme.

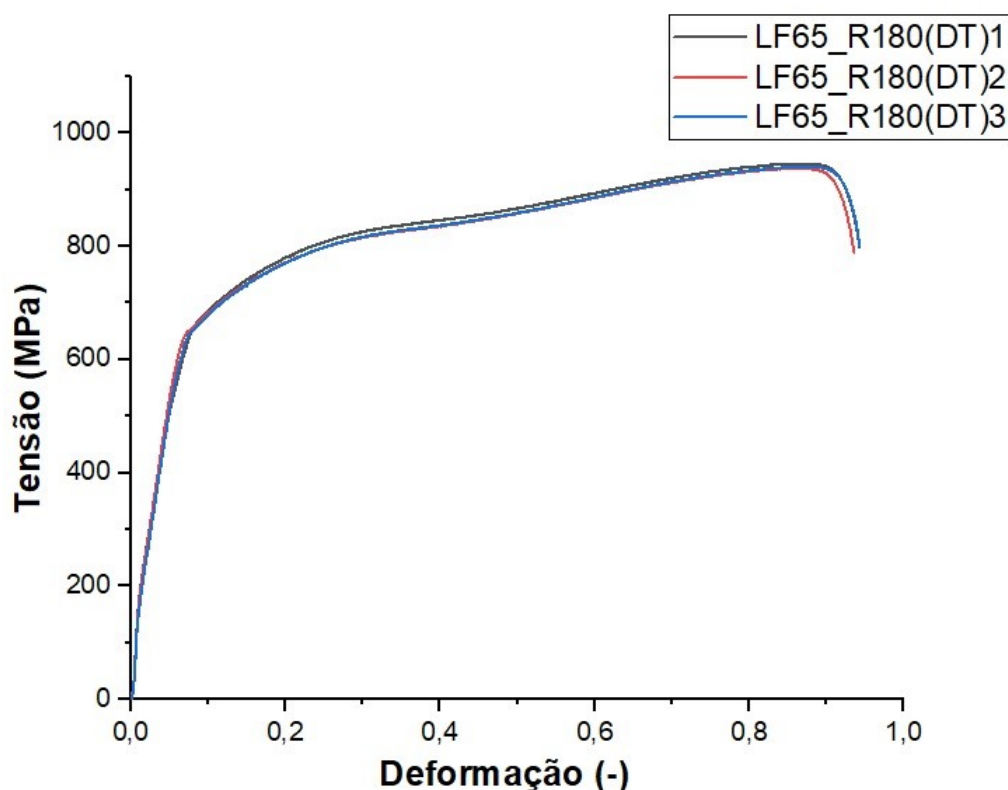


Figura 75 – Curva de Tensão versus Deformação de engenharia da amostra recozida selecionada (LF65_R180) na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Nota-se que o LE e o alongamento uniforme da amostra otimizada nas direções DT e D45, quando comparados com DL apresentaram valores bem próximos, entre 600-630 MPa e 60,3-65,1%. Enquanto o valor médio de LRT tende a ser ligeiramente superior para DT, quando se compara os valores similares de DL e D45 para a condição de recozimento

Tabela 26 – Propriedades mecânicas da amostra na condição recozida selecionada (LF65_R180) na direção DT deformada com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
LF65_R180(DT)1	942,02	630	64,92
LF65_R180(DT)2	938,98	626	62,92
LF65_R180(DT)3	940,63	603	60,24
Média	940,54	619,67	62,69
Desvio Padrão	1,52	14,57	2,35

selecionada (LF65_R180). mostrando que o material aparentemente não possui uma direção que favoreça a transformação martensítica e conseqüentemente o endurecimento desse material. Além disso, as direções D45 e DT da amostra com os parâmetros otimizados mostraram uma significativa incremento em LE somente, assim como em DL, quando comparados com a amostra como recebida. Essa comparação pode ser vista nas Tabela 24 e 27, onde (Δ^*) é a porcentagem do aumento ou diminuição de uma determinada propriedade do material recozido naquela direção.

Tabela 27 – Comparação das propriedades mecânicas da amostra na condição como recebida e na condição recozida selecionada (LF65_R180) nas direções D45 e DT deformadas com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	LRT (MPa)	LE (MPa)	Alongamento uniforme (%)
LF65_R180(D45)	928,73	600,33	63,62
CR_D45	897,23	406,33	63,85
$\Delta^*(\%)$	3,39	32,32	-0,36
LF65_R180(DT)	940,54	619,67	62,69
CR_DT	903,21	421,66	64,46
$\Delta^*(\%)$	3,97	31,95	-2,82

Observa-se que os valores de LRT e LE na direção D45 da amostra recozida selecionada são respectivamente 3,39% e 32,32% maiores que o da amostra CR. Enquanto em DT temos um aumento de 3,97% do LRT e 31,95% do LE. Em ambas as direções os valores de delta ficaram bem próximo do encontrado em DL, destacando apenas o LE que deu cerca de 36,75% maior na amostra otimizada em DL.

Nas Tabela 28 são apresentados os resultados da porcentagem de martensita (%M) por via da Ferritoscopia nos CP's da condição otimizada nas direções DL, D45 e DT na condição otimizada. Essa análise foi efetuada na região de deformação uniforme do comprimento útil dos corpos de prova de tração após a ruptura pelo ensaio de tração.

Observa-se que apenas na direção DT apresentou um valor médio um pouco maior, aproximadamente 32%, que as outras direções. Nota-se também que amostra na condição otimizada o teor de martensita foi menor que na amostra CR em DL, DT e D45. Isso significa que pela a análise de ferritoscopia a amostra na condição recozida selecionada tem menos susceptibilidade de formar martensita α' e conseqüentemente

Tabela 28 – Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos Cp's na direção DL, D45 e DT.

Amostra	%Martensita
LF65_R180(DL)1	27,80
LF65_R180(DL)2	28,56
LF65_R180(DL)3	27,65
Média	28,03
Desvio Padrão	0,48
LF65_R180(D45)1	30,30
LF65_R180(D45)2	30,80
LF65_R180(D45)3	30,47
Média	30,52
Desvio Padrão	0,25
LF65_R180(DT)1	31,95
LF65_R180(DT)2	32,77
LF65_R180(DT)3	32,15
Média	32,29
Desvio Padrão	0,43

encruar mais, provavelmente pelo fato de já possuir, antes de tracionada, um fração de austenita encruada e martensita retida (6,97%), que influenciou no aumento do LE. Já o fato de a condição recozida selecionada não ter apresentado um aumento significativo no LRT e alongamento uniforme, quando comparada a condição como recebida, provavelmente se deve ao refinamento do tamanho de grão austenítico que contribuiu para o endurecimento sem prejuízos a ductilidade. Devido ao significativo incremento da área de contorno de grão para limitar a movimentação das discordâncias nos grãos de γ do que para favorecer a formação de martensita α' .

Na Tabela 29 são apresentados os resultados da anisotropia do AIAs 201LN na condição otimizada para a anisotropia plástica (R), anisotropia planar (ΔR) e anisotropia normal (RM).

Tabela 29 – Valores de anisotropia do AIAs na condição de recozimento selecionada após ensaio de tração uniaxial com velocidade de 1,2 mm/min.

Amostra	R	ΔR	Rm
LF65_R180(DL) (R0)	0,864		
LF65_R180(D45) (R45)	0,890	-0,009	0,886
LF65_R180(DT) (R90)	0,898		

A anisotropia planar (ΔR) apresentou um resultado praticamente igual a zero, que segundo a Figura 48 indica que o material nessa condição aprimorada não é susceptível a formação de orelhamento. No caso da anisotropia plástica (R) apresentou um valor bem próximo em todas as direções, isso confirma uma redução homogênea em toda área de deformação uniforme do CP de tração.

Por fim, a anisotropia média (R_m) do material na condição otimizada ficou abaixo de 1, assim como na condição como recebida, indicando que nessa condição o material ainda tem a tendência de redução na espessura. Ou seja, em uma operação de estampagem, em função do baixo valor de R_m , as propriedades mecânicas da chapa podem vir a ser comprometidas quando em operações que envolvam níveis severos de deformação levando ao rompimento.

Os resultados obtidos do ensaio de tração do AIA 201LN laminado a frio até uma redução acumulada de 65% e recozida em 850 °C por 180 s, apresentaram um incremento significativo somente para seu LE, mas os valores de LRT, alongamento uniforme e coeficiente de anisotropia normal e planar mantiveram praticamente os mesmos quando comparada a condição como recebida. Ou seja, a condição de recozimento selecionada foi efetiva incrementar significativamente sua tensão de escoamento, mas não sua tenacidade e alterar suas características isotrópicas quanto ao comportamento mecânico.

5 CONCLUSÃO

Deste estudo sobre o aço inoxidável austenítico ASTM 201LN que visou avaliar a seleção de uma determinada condição de laminação a frio e subsequente tratamento térmico de recozimento para reversão na temperatura de 850 °C por 180 s, em escala laboratorial que se colocasse o mais próximo possível dos valores de taxas de aquecimento praticadas no recozimento contínuo em escala industrial, pôde-se concluir que:

- O material como recebido (CR) é completamente austenítico, no qual foi confirmado pelo seus aspectos morfológicos nas caracterização no MEV com auxílio dos detectores BSE e EBSD e assitido pela técnica de DRX.
- Nas condições laminadas a frio a temperatura ambiente, em função da redução acumulada a fração volumétrica de martensita α' induzida por deformação aumentou conforme o incremento da redução na espessura, ou seja, da redução acumulada. Com isto, observou-se um máximo de 54,74% (conforme quantificação por Rietveld dos resultados de DRX) martensita α' associada a 65,7% de deformação acumulada.
- No que se refere a quantificação do tamanho de grão os parâmetros adotados para a técnica de EBSD se mostrou uma técnica bastante eficiente para a amostra como recebido (CR). Porém, na amostra de condição selecionada a caracterização detalhada no recozimento para a reversão (850 °C por 180 s), os parâmetros adotados (step size, resolução e aumento de 5.000x) resultaram em um percentual elevado de pontos de sem solução, tornando a quantificação do tamanho de grão impreciso para esta condição.
- Conclui-se que o recozimento, em escala laboratorial, em taxa de aquecimento média de aproximadamente 11 °C/s entre 25 e 850 °C e manutenção entre 15 e 180 s na temperatura de encharque (850 °C) não foi suficiente para reverter por completo a martensita α' em austenita, originalmente formada nas reduções por laminação a frio devido ao efeito TRIP. Porém, foi possível ter-se uma reversão significativa ao usar a condição laminada com 65,7% de redução acumulada com o tempo de encharque de 180 s, o qual provocou um significativo refinamento nos grãos da austenita, seja pela reversão martensítica como da recristalização da austenita encruada, em conjunto com 6,97% de martensita α' retida com algum vestígio de austenita não recristalizada. O que resultou em um incremento de ~36% no LE, mas sem alterações significativas nos valores de LRT e alongamento uniforme em comparação a condição como recebida.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Em função dos resultados obtidos e discussão conduzida para processamento adotadas para a presente dissertação de mestrado, que se destaca pela não completa reversão e incremento somente na tensão LE, com manutenção da tensão LRT e da ductilidade, segure-se:

- Avaliar a propensão a reversão completa em temperatura mais elevada (p.ex. 900 °C) em função do tempo limite para o encharque no recozimento contínuo em escala industrial, fazendo uso das reduções acumuladas selecionadas na presente dissertação. Porém há de ter cuidado no incremento da temperatura de encharque, visto que o recozimento para reversão se define como aquele que se dá a uma abaixo da temperatura que propicie a completa recristalização. Para este fim, adotando mais altas taxas de aquecimento e resfriamento, semelhantes aos dos fornos de recozimento contínuo em escala industrial, será interessante o desenvolvimento de estudo inicialmente fazendo uso de um dilatômetro de têmpera e posteriormente, se possível, com sistema de aquecimento por indução magnética, ao invés de uso de fornos mufla, caso não seja possível direcionar testes em escala industrial;
- Um melhor entendimento das modificações estruturais (densidade e distribuição de discordâncias em função das fases presentes) que se fazem presentes tanto em função dos percentuais de redução na laminação a frio, como também na restauração da estrutura encruada e processo de reversão durante o recozimento a 850 e 900 °C, com uso de taxas de aquecimento e resfriamento que atendam as condições de recozimento contínuo. Destacando os fenômenos que se fazem presentes e justificam o incremento da dureza sem ocorrência de reversão ao longo do aquecimento e/ou tempos iniciais do encharque no recozimento. A citar o uso das técnicas de EBSD com alta resolução e de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET);
- Como também o uso da técnica de EBSD com alta resolução e MET, ao se tratar de amostras que contextualizem o avanço da reversão, onde se destaque grãos austeníticos muito refinados em conjunto com grãos austeníticos não recristalizados nos diferentes estágio do processo de restauração da estrutura encruada e reversão;
- Por fim ensaios de ferritoscópico concomitante aos ensaios de tração para as condições recozidas com incremento significativo em LE e LRT, com manutenção da ductilidade, e avaliações com taxas distintas de deformação a temperatura ambiente e/ou temperaturas de interesse, para o efeito TRIP bem como a cinética de formação de martensita α' em comparação a condição como recebida.

REFERÊNCIAS

- 1 TEBECHERANI, C. T. P. *Aços Inoxidáveis*. São Paulo, 1999.
- 2 FUNAKUBO, H.; KENNEDY, J. Shape memory alloys. *Gordon and Breach, xii+ 275, 15 x 22 cm, Illustrated*, 1987.
- 3 BADESHIA, H. *Worked examples in the Geometry of Crystal*. 2. ed. [S.l.]: The Institute of Metals, 2001.
- 4 ANDRADE-CAMPOS, A.; TEIXEIRA-DIAS, F.; KRUPP, U.; BARLAT, F.; RAUCH, E.; GRÁCIO, J. . effect of strain rate, adiabatic heating and phase transformation phenomena on the mechanical behaviour of stainless steel. *Strain*, v. 46, n. 3, p. 283–297, 2010.
- 5 COHEN, M. W. M. Fundamentals of martensitic reactions. In: *US-China Bilateral Metallurgy Conference*. [S.l.]: Treatises in Metallurgy, 1981.
- 6 C.GAUSS. In situ synchrotron x-ray evaluation of strain-induced martensite in aisi 201 austenitic stainless steel during tensile testing. *Materials Science and Engineering*, v. 651, p. 507–516, 2016.
- 7 FILHO, I. R. S. Austenite reversion in aisi 201 austenitic stainless steel evaluated via in situ synchrotron x-ray diffraction during slow continuous annealing. *Materials Science and Engineering*, v. 755, p. 267–277, 2019.
- 8 MOALLEMI, M.; NAJAFIZADEH, A.; KERMANPUR, A.; REZAEI, A. Effect of reversion annealing on the formation of nano/ultrafine grained structure in 201 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 530, p. 378–381, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.09.099>>.
- 9 TOMIMURA, Y. T. K. Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless steels. *Isij International*, v. 31, n. 12, p. 1431–1437, 1991.
- 10 MOALLEMI, M. 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.
- 11 SHIRDEL, M. P. M. 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.
- 12 SOUZA, C. oliveira de. *Desenvolvimento de Estruturas de Grãos Ultrafinos em Aço inoxidável ASTM 201LN Via Múltiplas Etapas de Laminação a Frio e Recozimento para Reversão*. 2013 p. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2019.
- 13 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.

- 14 SILVA, C. S. D. *Formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN*. Mestrado em Ciência dos Materiais — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.
- 15 FORTUNA, V. S. Selection of the severe plastic deformation mode for improving mechanical properties of aisi 201 steel. In: *AIP Conference Proceedings*. [S.l.]: AIP Publishing LLC, 2018. p. 020093.
- 16 ASTM, I. Standard test methods for tension testing of metallic materials designation: E8/e8m-09. *Universidad Del Valle, Pennsylvania*, 2010.
- 17 WILLIAM, F. H.; ROBERT, M. C. Metal forming mechanics and metallurgy. *Prentice Hall, Englewood Cliffs NJ*, v. 7632, p. 250–260, 1983.
- 18 OUTOKUMPU. *Handbook of Stainless Steel*. [S.l.: s.n.], 2013.
- 19 ASM, H. *Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys*. [S.l.]: ASM INTERNATIONAL, 2002.
- 20 HAMADA, A. 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, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.108>>.
- 21 SADEGHPOUR A KERMANPUR, A. N. S. Influence of ti microalloying on the formation of nanocrystalline structure in the 201l austenitic stainless steel during martensite thermomechanical treatment. *Mater. Sci. Eng. A 584*, p. 177–183, 2013.
- 22 MCGUIRE, M. F. *Stainless Steels for Design Engineers*. [S.l.]: ASM INTERNATIONAL, 2008. 72 p.
- 23 CHARLES, J.; MITHIEUX, J.-D.; SANTACREU, P.-O.; PEGUET, L. The ferritic stainless steel family: the appropriate answer to nickel volatility? *Science and Market 6*, v. 106, p. 703–717, 2008.
- 24 SHIN T.K. HA, W. C. H. Kinetics of deformation induced martensitic transformation in a 304 stainless steel. *Scripta Materialia*, p. 823–829, 2001.
- 25 PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. *ISIJ international*, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 43, n. 2, p. 135–143, 2003.
- 26 KIM, K. Y. Nitrogen-alloyed, metastable austenitic stainless steel for automotive structural applications. *Materials and Manufacturing Processes*, Taylor & Francis, v. 19, n. 1, p. 51–59, 2004.
- 27 ESKANDARI, M.; NAJAFIZADEH, A.; KERMANPUR, A. Effect of strain-induced martensite on the formation of nanocrystalline 316l stainless steel after cold rolling and annealing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 519, n. 1-2, p. 46–50, 2009.
- 28 REZAEI, A.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; MOALLEMI, M. Production of nano/ultrafine grained aisi 201l stainless steel through advanced thermo-mechanical treatment. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 528, n. 15, p. 5025–5029, 2011.

- 29 PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. *Aços Inoxidáveis austeníticos*. São Paulo: Hemus Editora, 1994.
- 30 COSTA, A. L. V. da; MEI, P. R. et al. *Aços e ligas especiais*. [S.l.]: Editora Blucher, 2010.
- 31 SILVA, A. d. C. & mei, pr aços e ligas especiais. *Editora Blucher. São Paulo*, 2006.
- 32 TRUMAN, J. *Stainless steels corrosion-metal/environmental reactions*. shreir. *Oxford*, v. 1, 1994.
- 33 KARJALAINEN, L. Effect of nitrogen content on grain refinement and mechanical properties of a reversion-treated ni-free 18cr-12mn austenitic stainless steel. *Steel. Res. Int.* 79, p. 404–412, 2008.
- 34 VITOS J.O NILSSON, B. J. L. Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory. *Acta Mater*, v. 54, p. 3821–3826, 2006.
- 35 TALONEN, J.; HÄNNINEN, H.; NENONEN, P.; PAPE, G. Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha$ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels. *Metallurgical and materials transactions A*, Springer, v. 36, n. 2, p. 421–432, 2005.
- 36 PADILHA, A. *Materiais de engenharia - microestrutura e propriedades*. [S.l.]: Hemus, 2000.
- 37 FOUDA, A. S. Corrosion protection of stainless steel 201 in acidic media using novel hydrazine derivatives as corrosion inhibitors. *Int. J. Electrochem. Sci*, v. 14, p. 2187–2207, 2019.
- 38 GAO, Y.; ZHENG, S. Effect of plasma nitriding temperatures on characteristics of aisi 201 austenitic stainless steel. *Surface Review and Letters*, v. 23, n. 01, 2016.
- 39 VASHISHTHA, R. T. H. Effect of acetic acid on corrosion behavior of aisi 201, 304 and 430 stainless steels. *International Journal of Materials Research*, v. 108, n. 5, p. 406–415, 2017.
- 40 OLIVEIRA, A. P. M. D. Erosive wear study of the aisi 201ln stainless steel: a comparison with the aisi 304 and aisi 410 stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions*, v. 50, n. 4, p. 1663–1671, 2019.
- 41 MORRIS, G. O. C. *Dislocation Teory os Martensitic Transformations in Dislocations in Solids*. [S.l.]: ELSEVIER, 1986.
- 42 WAYMAN, C.; BHADESHIA, H. Phase transformations, nondiffusive. In: *Physical Metallurgy*. [S.l.]: Elsevier, 1996. p. 1507–1554.
- 43 KING, H.; LARBALESTIER, D. Austenitic stainless steels at cryogenic temperatures: The compositional dependence of the ms. *Cryogenics*, Elsevier, v. 21, n. 9, p. 521–524, 1981.

- 44 UNFRIED-SILGADO, J. Stacking fault energy measurements in solid solution strengthened ni–cr–fe alloys using synchrotron radiation. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 558, p. 70–75, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.07.072>>.
- 45 LU, J. Stacking fault energies in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, v. 111, p. 39–46, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.042>>.
- 46 SHEN, Y. Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier BV, v. 552, p. 514–522, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.080>>.
- 47 SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D.; SPEER, J.; MATLOCK, D. Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 441, n. 1-2, p. 1–17, 2006.
- 48 ESKANDARI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A. Formation of nanocrystalline structure in 301 stainless steel produced by martensite treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 40, n. 9, p. 2241–2249, 2009.
- 49 JOHANNSEN, D.; KYROLAINEN, A.; FERREIRA, P. Influence of annealing treatment on the formation of nano/submicron grain size aisi 301 austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 37, n. 8, p. 2325–2338, 2006.
- 50 SCHINO, A. D.; SALVATORI, I.; KENNY, J. Effects of martensite formation and austenite reversion on grain refining of aisi 304 stainless steel. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 37, n. 21, p. 4561–4565, 2002.
- 51 BAGHBADORANI, H. S. Influence of nb-microalloying on the formation of nano/ultrafine-grained microstructure and mechanical properties during martensite reversion process in a 201-type austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 46, n. 8, p. 3406–3413, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-015-2931-3>>.
- 52 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*, Springer, v. 44, n. 8, p. 3524–3531, 2013.
- 53 MISRA, R.; NAYAK, S.; MALI, S.; SHAH, J.; SOMANI, M.; KARJALAINEN, L. On the significance of nature of strain-induced martensite on phase-reversion-induced nanograined/ultrafine-grained austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 41, n. 1, p. 3, 2010.
- 54 E92-16, A. Standard test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials. *West Conshohocken, PA*, 2016.
- 55 RAABE, D. Texture and microstructure evolution during cold rolling of a strip cast and of a hot rolled austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, Elsevier, v. 45, n. 3, p. 1137–1151, 1997.
- 56 SOMANI, M.; JUNTUNEN, P.; KARJALAINEN, L.; MISRA, R.; KYRÖLÄINEN, A. Enhanced mechanical properties through reversion in metastable austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials transactions A*, Springer, v. 40, n. 3, p. 729–744, 2009.

-
- 57 SUN, G.-S.; HU, J.; ZHANG, B.; DU, L.-X. The significant role of heating rate on reverse transformation and coordinated straining behavior in a cold-rolled austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 732, p. 350–358, 2018.
- 58 HAUŠILD, P.; DAVYDOV, V.; DRAHOKOUPIL, J.; LANDA, M.; PILVIN, P. Characterization of strain-induced martensitic transformation in a metastable austenitic stainless steel. *Materials & Design*, Elsevier, v. 31, n. 4, p. 1821–1827, 2010.