

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE DOUTORADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

CAMILA OLIVEIRA DE SOUZA

**DESENVOLVIMENTO DE ESTRUTURA DE GRÃOS ULTRAFINOS EM AÇO
INOXIDÁVEL ASTM 201LN VIA MÚLTIPLAS ETAPAS DE LAMINAÇÃO A FRIO
E RECOZIMENTO PARA REVERSÃO**

**Rio de Janeiro
2019**

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

CAMILA OLIVEIRA DE SOUZA

**DESENVOLVIMENTO DE ESTRUTURA DE GRÃOS ULTRAFINOS
EM AÇO INOXIDÁVEL ASTM 201LN VIA MÚLTIPLAS ETAPAS DE
LAMINAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO PARA REVERSÃO**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutora em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientadora: Dra. Andersan dos Santos Paula

Rio de Janeiro
2019

c2019

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).

xxx.x	Souza, Camila Oliveira de
Xxxxx	Desenvolvimento de estrutura de grãos ultrafinos em aço inoxidável ASTM 201LN via múltiplas etapas de laminação a frio e recozimento para reversão / Camila Oliveira de Souza; orientada por Andersan dos Santos Paula – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2019.
	202f. : il.
	Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia – Rio de Janeiro, 2019.
	1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Ligas de aço. 3. Aço inoxidável ASTM 201LN. I. Paula, Andersan dos Santos. II. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

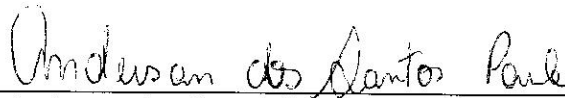
CAMILA OLIVEIRA DE SOUZA

**DESENVOLVIMENTO DE ESTRUTURA DE GRÃOS ULTRAFINOS
EM AÇO INOXIDÁVEL ASTM 201LN VIA MÚLTIPLAS ETAPAS DE
LAMINAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO PARA REVERSÃO**

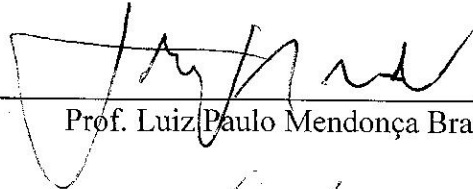
Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutora em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientadora: Prof^a. Andersan dos Santos Paula – D.C.

Aprovada em 28 de fevereiro de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:



Prof^a. Andersan dos Santos Paula - D.C. do IME - Presidente



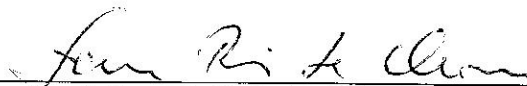
Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C. do IME



Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.C. do IME



Prof. Luciano Pessanha Moreira – D.C. da UFF



Prof. Tarcísio Reis de Oliveira – D.C. da UniLesteMG

Rio de Janeiro

2019

Dedico este trabalho aos meus pais, que são meus
companheiros e maiores incentivadores.

AGRADECIMENTOS

Aos meus amados pais João e Suely, pelo exemplo, amor e incentivo.

Aos queridos amigos Andrey, Bruna, Camila L., Carolline, Emília, Eustáquio, Fabiana, Géssica, Isabella, Juciane, Larissa, Mônica, Náhrima, Ramón, Raphael, Renato, Rodolfo, Saulo e Talita pela ajuda e apoio incondicionais.

Ao professor Luiz Paulo Brandão, pelas orientações nas análises de textura.

Aos professores Luciano Pessanha, Gláucio Soares, Rogério Itaborahy, Fabiane da Silva e à técnica Isabela Santana da UFF/EEIMVR, que autorizaram e viabilizaram meus ensaios de tração, as análises de ferritoscopia, a realização das medidas de dureza Vickers e a utilização dos equipamentos de preparação de amostras de metalografia.

Ao professor Marcelo Prado e ao pós-doc Flávio Tommasini pelo treinamento para a operação do MEV/FEG.

Ao professor Tarcísio Reis por nos conceder este material de estudo e ao técnico Cláudio Moreira da Aperam, pela colaboração em extrair o material da produção e promover o envio do mesmo.

Ao professor Rodrigo Felix e a todos do CBPF que viabilizaram os cortes das amostras para a laminação.

Aos professores Ladário da Silva e José Augusto Huguenin da UFF/ICEx que disponibilizaram e ofereceram suporte para uso do ultramicrodurômetro instrumentado.

Ao professor Júlio por viabilizar as condições de uso do laminador e fornecer a fonte para polimento eletrolítico.

À minha orientadora Andersan dos Santos Paula, por seus ensinamentos, compreensão e por sua imensa dedicação.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa de estudo concedida.

E, sobretudo, a Deus, minha fortaleza!

“O metal mais forte é forjado na chama mais quente. Assim como as pessoas mais fortes são criadas nas dificuldades mais difíceis.”

(em Meu Eterno Lar)

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	9	
LISTA DE TABELAS	16	
LISTA DE EQUAÇÕES	20	
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	21	
1	INTRODUÇÃO	27
1.1	Posicionamento da tese.....	27
1.2	Justificativa.....	28
1.3	Objetivos.....	32
1.3.1	Objetivo geral.....	32
1.3.2	Objetivos específicos.....	32
2	REVISÃO DE LITERATURA	34
2.1	Aços inoxidáveis (AIs)	34
2.1.1	Aços inoxidáveis austeníticos (AIAs)	35
2.2	Efeito TRIP	37
2.2.1	Fatores que influenciam na transformação martensítica	40
2.2.1.1	Influência da composição química	41
2.2.1.2	Influência da energia de empilhamento.....	41
2.2.1.3	Influência da temperatura	43
2.2.1.4	Influência da taxa de deformação	44
2.2.1.5	Influência do modo de deformação	44
2.2.1.6	Influência da pré-deformação	45
2.3	Aços inoxidáveis austeníticos da série 200	45
2.3.1	Aços inoxidáveis austeníticos AISI 201	46
2.4	Reversão por recozimento	48
2.5	Textura cristalográfica.....	53
2.5.1	Métodos de representação da textura cristalográfica	57
3	MATERIAL E MÉTODOS	61
3.1	Material.....	61
3.2	Métodos experimentais.....	62
3.2.1	Processamento.....	62
3.2.1.1	Laminação.....	63
3.2.1.2	Recozimento	64
3.2.1.2.1	Primeira etapa	64
3.2.1.2.2	Segunda etapa	67
3.2.1.3	Caracterizações	67
3.2.1.3.1	Quantificação de fases por Ferritoscopia e DRX.....	69
3.2.1.3.2	Análises Microestrutural / Microtextural e Macrotextural	73
3.2.1.3.3	Propriedades mecânicas.....	76
3.2.1.3.3.1	Macro dureza	76
3.2.1.3.3.2	Ultramicrodureza Instrumentada.....	77
3.2.1.3.3.3	Tração uniaxial.....	82

4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	84
4.1	Material no estado como recebido	84
4.1.1	Análises composicionais <i>versus</i> temperaturas de transformação e energias.	84
4.1.2	Identificação e quantificação das fases.....	87
4.1.3	Caracterização microestrutural	88
4.1.4	Macrotextura	93
4.1.5	Propriedades mecânicas.....	94
4.1.5.1	Dureza.....	94
4.1.5.2	Tração Uniaxial.....	94
4.1.5.3	Ultramicrodureza Instrumentada.....	96
4.2	Materiais laminados a frio	96
4.2.1	Processamento.....	96
4.2.2	Identificação e quantificação das fases.....	110
4.2.3	Macrotextura	116
4.2.4	Propriedades mecânicas.....	119
4.3	Material recozido – Avaliação preliminar	120
4.3.1	Processamento.....	120
4.3.2	Quantificação de fases	121
4.3.3	Propriedades mecânicas.....	121
4.4	Material nas condições otimizadas – Primeira etapa	123
4.4.1	Processamento.....	123
4.4.2	Identificação e quantificação de fases	127
4.4.3	Propriedades mecânicas.....	133
4.4.4	Macrotextura	134
4.5	Material nas condições otimizadas – Segunda etapa	138
4.5.1	Processamento.....	138
4.5.2	Quantificação de fases via Ferritoscopia	140
4.5.3	Propriedades mecânicas via Dureza	141
4.5.4	Identificação de fases	142
4.5.5	Macrotextura.....	143
4.5.6	Quantificação de fases via DRX	144
4.5.7	Caracterização microestrutural	147
4.5.8	Propriedades mecânicas.....	164
4.5.8.1	Tração uniaxial.....	164
4.5.8.2	Ultramicrodureza Instrumentada.....	172
5	CONCLUSÕES	182
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	184
7	REFERÊNCIAS	185
8	ANEXOS.....	191
8.1	Nomenclatura das amostras	191
8.2	Ajuste das cargas de dureza Vickers	194
8.3	Propriedades mecânicas via ultramicrodureza instrumentada	199

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1-1: Efeito da redução de espessura na fração volumétrica de martensita formada em um aço 201L laminado a 25 °C (Adaptado de REZAEI, <i>et al.</i> , 2011).....	29
Figura 1-2: Efeito da redução na espessura na dureza Vickers em um aço 201LN laminado a 25 °C (Adaptado de REZAEI, <i>et al.</i> , 2011).....	30
Figura 1-3: Ciclo de processamento termomecânico do AIAs 201 (Adaptado de HAMADA, <i>et al.</i> , 2015).....	31
Figura 2-1: Relação tensão <i>versus</i> temperatura e influência da tensão elástica e deformação plástica no efeito TRIP (COHEN & WAYMAN, 1981).	38
Figura 2-2: Gráfico da energia livre <i>versus</i> temperatura, para o efeito TRIP (Adaptado de STRAIN, 2010).....	39
Figura 2-3: Figura esquemática das discordâncias parciais delimitando os defeitos de empilhamento (PADILHA, 2000).	41
Figura 2-4: Ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIAs 201 (Adaptado de MOALLEMI, <i>et al.</i> , 2011).....	49
Figura 2-5: Efeito da redução de espessura na fração de martensita e dureza (Adaptado de MOALLEMI, <i>et al.</i> , 2011).	50
Figura 2-6: Diagrama esquemático que ilustra a relação entre macrotextura, microtextura e mesotextura (Adaptado de GODEC & JENKO, 2000).....	54
Figura 2-7: Arranjo experimental utilizado para análises de EBSD (Adaptado de PINTO & LOPES, 2001).....	55
Figura 2-8: MIO de uma amostra antes do procedimento de tratamento dos dados coletados (A); Mesma região após tratamento dos dados (B); Triângulo unitário de referência das cores utilizadas (C) (Adaptado de PINTO & LOPES, 2001).....	56
Figura 2-9: Função de distribuição de mesorientação de uma amostra de Inconel 625 (Adaptado de PINTO & LOPES, 2001).....	57
Figura 2-10: Tubo de um material CFC, laminado a frio, em 3D no espaço de Euler (Adaptado de VIANA, 2003).	58

Figura 2-11: Figuras de pólos diretas (200) de chapas laminadas de aço com matriz CCC. Os pontos indicam componentes de textura (Adaptado de VIANA, 2003).	58
Figura 2-12: ODF's da austenita (A) e martensita α' (B) de um AIA 201, para níveis de deformação de $\varepsilon = 0,22$, $\varepsilon = 0,51$ e $\varepsilon = 0,92$ (SOUZA FILHO, <i>et al.</i> , 2017).	59
Figura 3-1: Esquema com um resumo dos procedimentos experimentais realizados.	62
Figura 3-2: Laminador piloto FENN MFG, modelo D-51719 – IME.	64
Figura 3-3: Equipamentos utilizados no primeiro processo de recozimento. (a) Termopar Fluke 51 K/J Thermometer e (b) Forno da marca EDG modelo 3000.	66
Figura 3-4: Fator de correção para análises de Ferritoscopia em função da espessura das amostras (FEREZIN, 2016).	70
Figura 3-5: Ferritoscópio FISCHER - FMP30, para a quantificação de martensita deste estudo (Adaptado de ALVES, 2018).	72
Figura 3-6: Difrátômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical.	73
Figura 3-7: Ultramicrodurômetro instrumentado, marca Shimadzu, modelo DUH-211S.	78
Figura 3-8: Indentador deformando o material e respectivas áreas de contato (A_s) e projeção (A_p) associadas à profundidade de contato (h_c) para uma força máxima ($F_{máx}$) que resulta numa profundidade máxima ($h_{máx}$) de indentação (Adaptado de TAYLOR, 2010; GURGEL, 2016).	79
Figura 3-9: Curva da carga aplicada <i>versus</i> profundidade de indentação sob condição de carga e descarga em ensaio de ultramicrodureza instrumentada (Adaptado de TAYLOR, 2010; GURGEL, 2016).	79
Figura 3-10: Corpo de prova reduzido para ensaios de tração (ASTM E8/E8M-13a, 2013)...	82
Figura 3-11: Máquinas universais de ensaios mecânicos, marca EMIC, modelo DL-2000 (A) e modelo DL-6000 (B).	83
Figura 4-1: Difratograma do aço 201LN na condição como recebida (CR) obtido com radiação de $Co K\alpha$	87
Figura 4-2: Micrografia do aço 201LN na condição como recebida, obtida com uso do detector de elétrons retroespalhados/MEV, com um aumento de 500x (A) e com um aumento de 2000x (B).	89
Figura 4-3: Informações obtidas pelo <i>software</i> Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra CR no plano da chapa.	90
Figura 4-4: Informações obtidas pelo <i>software</i> Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra CR ao longo da espessura.	92

Figura 4-5: ODF da austenita, amostra na condição como recebida com as seções Φ_2 em 0° e 45°	93
Figura 4-6: Curvas de Tensão <i>versus</i> Deformação de Engenharia das amostras CR.....	95
Figura 4-7: Difratogramas das amostras laminadas a frio: 4TA (A), 4SAL (B), 6TA (C), 6SAL (D), 8TA (E) e 8SAL (F).....	110
Figura 4-8: Comparação dos difratogramas experimental e teórico com as frações volumétricas de martensita e austenita, para as amostras 4TA (A), 4SAL (B), 6TA (C), 6SAL (D), 8TA (E) e 8SAL (F).....	112
Figura 4-9: Evolução da fração volumétrica de martensita em função da deformação verdadeira para as amostras na condição CR e laminadas em temperatura ambiente e pré-resfriadas em salmoura.	114
Figura 4-10: Comparação entre a Ferritoscopia e os métodos teóricos de quantificação de fases para as amostras laminadas a frio.....	115
Figura 4-11: ODF da austenita deformada da amostra com 4 passes em temperatura ambiente (4TA), Φ_2 em 0° e 45°	116
Figura 4-12: ODF da austenita deformada da amostra com 4 passes e pré-resfriada em salmoura (4SAL), Φ_2 em 0° e 45°	117
Figura 4-13: ODF da austenita deformada da amostra com 6 passes em temperatura ambiente (6TA), Φ_2 em 0° e 45°	117
Figura 4-14: ODF da austenita deformada da amostra com 6 passes e pré-resfriada em salmoura (6SAL), Φ_2 em 0° e 45°	117
Figura 4-15: ODF da austenita deformada da amostra com 8 passes em temperatura ambiente (8TA), Φ_2 em 0° e 45°	118
Figura 4-16: ODF da austenita deformada da amostra com 8 passes e pré-resfriada em salmoura (8SAL), Φ_2 em 0° e 45°	118
Figura 4-17: Comparação entre a dureza HRC e as deformações verdadeiras para as amostras na condição CR, laminadas em temperatura ambiente e pré-resfriadas em salmoura.	119
Figura 4-18: Evolução da fração volumétrica de martensita em função das condições de laminação 4, 6 e 8 passes e de tratamento térmico para reversão.....	121
Figura 4-19: Correlação da dureza Vickers (HV) em função das condições de laminação 4, 6 e 8 passes e de tratamento térmico para reversão.	122

Figura 4-20: Rota das condições otimizadas na primeira etapa de processamento e de tratamento térmico do material em estudo.	123
Figura 4-21: Difratoogramas das amostras CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15 e 1TTSA_15 (A) e CR, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15 (B).	128
Figura 4-22: Correlação das intensidades (A), áreas (B) e larguras a meia altura (C) dos picos difratados de austenita das amostras CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA, 1TTSA, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA e 2TTSA.	129
Figura 4-23: Correlação das intensidades (A), áreas (B) e larguras a meia altura (C) dos picos difratados de martensita das amostras 1LFTA, 1 LFSA, 2LFTA e 2LFSA.	130
Figura 4-24: Evolução da fração volumétrica de martensita em função das condições de processamento, desde a condição como recebida (CR).	132
Figura 4-25: Correlação da Dureza HV em função das condições de processamento, desde a condição como recebida (CR).	133
Figura 4-26: ODF da austenita deformada da amostra 1LFTA, Φ_2 em 0° e 45°.....	134
Figura 4-27: ODF da austenita deformada da amostra 1LFSA, Φ_2 em 0° e 45°.....	134
Figura 4-28: ODF da austenita deformada da amostra 1TTTA_15, Φ_2 em 0° e 45°.....	135
Figura 4-29: ODF da austenita deformada da amostra 1TTSA_15, Φ_2 em 0° e 45°.....	135
Figura 4-30: ODF da austenita deformada da amostra 2LFTA, Φ_2 em 0° e 45°.....	136
Figura 4-31: ODF da austenita deformada da amostra 2LFSA, Φ_2 em 0° e 45°.....	136
Figura 4-32: ODF da austenita deformada da amostra 2TTTA_15, Φ_2 em 0° e 45°.....	137
Figura 4-33: ODF da austenita deformada da amostra 2TTSA_15, Φ_2 em 0° e 45°.....	137
Figura 4-34: Micrografias das amostras 1TTTA_15 com um aumento de 1500x (A), 1TTTA_15 com um aumento de 5000 x (B), 2TTTA_15 com um aumento de 1500x (C) e 2TTTA_15 com um aumento de 5000 x (C).....	139
Figura 4-35: Evolução da fração volumétrica de martensita para as amostras 2LFTA e 2LFSA, submetidas a novos tempos de tratamento térmico.	140
Figura 4-36: Correlação da Dureza Vickers (HV) com as amostras 2LFTA e 2LFSA, submetidas a novos tempos de tratamento térmico.....	141
Figura 4-37: Difratoogramas das amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, referentes às amostras 2LFTA e 2LFSA, respectivamente, recozidas por 4 minutos.	142
Figura 4-38: Fluxograma da nova rota de processamento deste estudo.....	143
Figura 4-39: ODF da austenita deformada da amostra 2TTTA_4, com Φ_2 em 0° e 45°.....	143
Figura 4-40: ODF da austenita deformada da amostra e 2TTSA_4, com Φ_2 em 0° e 45°...144	

Figura 4-41: Comparação dos difratogramas experimental e teórico com as frações volumétricas de martensita e austenita, para as amostras 1LFTA (A), 1LFSA (B), 2LFTA (C) e 2LFSA (D).....	145
Figura 4-42: Comparação das frações volumétrica de martensita registradas por Ferritoscopia e DRX.....	146
Figura 4-43: Micrografias da amostra 1LFTA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).....	148
Figura 4-44: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') das regiões 1 (A), 2 (B), 3 (C), 4 (D) e 5 (E) da amostra 1LFTA.	1490
Figura 4-45: Micrografias da amostra 1LFSA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000 x (D).....	150
Figura 4-46: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') das regiões 1 (A), 2 (B), 3 (C), 4 (D) e 5 (E) da amostra 1LFSA.	151
Figura 4-47: Micrografias da amostra 1TTTA_15 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C).....	152
Figura 4-48: Informações obtidas pelo <i>software</i> Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 1TTTA_15 no plano da chapa.	153
Figura 4-49: Micrografias da amostra 1TTSA_15 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (D).....	154
Figura 4-50: Informações obtidas pelo <i>software</i> Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 1TTSA_15 no plano da chapa.	155
Figura 4-51: Micrografias da amostra 2LFTA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).....	156
Figura 4-52: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') nas regiões 1 (A) e 2 (B) da amostra 2LFTA.	157
Figura 4-53: Micrografias da amostra 2LFSA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C), 5000x (D).....	158
Figura 4-54: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') nas regiões 1 (A) e 2 (B) da amostra 2LFSA.	159
Figura 4-55: Micrografias da amostra 2TTTA_4 com aumentos de 500x (A), 1500x e 8000x (D).....	160

Figura 4-56: Informações obtidas pelo <i>software</i> Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 2TTTA_4 no plano da chapa.	161
Figura 4-57: Micrografias da amostra 2TTSA_4 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C).	162
Figura 4-58: Informações obtidas pelo <i>software</i> Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 2TTSA_4 no plano da chapa.	163
Figura 4-59: Curvas de Tensão <i>versus</i> Deformação de Engenharia das amostras 1TTTA1, 1TTTA3 e 1TTTA5 (A) e 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5 (B).	166
Figura 4-60: Curvas de Tensão <i>versus</i> Deformação de Engenharia das amostras 2TTTA2, 2TTTA5 e 2TTTA6 (A) e 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3 (B).	169
Figura 4-61: Evolução das propriedades mecânicas de: HT115 (A), DHT115-1 (B), DHT115-2 (C), E_{it} (D) e H_{it} (E) para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.	173
Figura 4-62: Evolução dos trabalhos total (A), elástico (B) e plástico (C) para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.	175
Figura 4-63: Evolução das propriedades mecânicas de dureza clássica (HT115) para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B).	176
Figura 4-64: Evolução das durezas dinâmica elasto-plástica (DHT115-1) (A e B) e dureza dinâmica plástica (DHT115-2) (C e D) para as cargas de 1 e 20 gf, respectivamente.	177
Figura 4-65: Evolução da dureza de indentação (H_i) (A e B) e do módulo de indentação (E_{it}) (C e D) para as cargas de 1 e 20 gf, respectivamente.	178
Figura 4-66: Comparação da evolução dos trabalhos W_t , W_e e W_p para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B).	179
Figura 8-1: Correlação das amostras da segunda sequência de laminação com as cargas disponíveis no durômetro utilizado.	196
Figura 8-2: Dureza (HV) para as cargas de 5 e 20kgf aplicadas às amostras 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15.	197
Figura 8-3: Comparação entre a espessura mínima e a espessura real das amostras das condições otimizadas na primeira etapa (CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15).	198

Figura 8-4: Comparação entre a espessura mínima e a espessura real das amostras das condições otimizadas na segunda etapa (2LFTA_1; 2LFSA_1; 2LFTA_2; 2LFSA_2; 2LFTA_3; 2LFSA_3; 2LFTA_4; 2LFSA_4).....	198
Figura 8-5: Comparação entre a espessura mínima e a espessura real das amostras das condições otimizadas na segunda etapa (2LFTA_5; 2LFSA_5; 2LFTA_7,5; 2LFSA_7,5; 2LFTA_10; 2LFSA_10; 2LFTA_12,5; 2LFSA_12,5).	199
Figura 8-6: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra CR, utilizando a carga de 1 gf.	206
Figura 8-7: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTTA_15, utilizando a carga de 1 gf.	207
Figura 8-8: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTSA_15, utilizando a carga de 1 gf.	208
Figura 8-9: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTTA_4, utilizando a carga de 1 gf.	209
Figura 8-10: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTSA_4, utilizando a carga de 1 gf.	210
Figura 8-11: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra CR, utilizando a carga de 20 gf.	211
Figura 8-12: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTTA_15, utilizando a carga de 20 gf.....	212
Figura 8-13: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTSA_15, utilizando a carga de 20 gf.....	213
Figura 8-14: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTTA_4, utilizando a carga de 20 gf.....	214
Figura 8-15: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTSA_4, utilizando a carga de 20 gf.....	215

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1: Composição química dos aços inoxidáveis austeníticos 201.....	37
Tabela 2-2: Valores de EDE dos aços investigados no presente estudo.	43
Tabela 2-3: Composição química dos aços 201 e 201L.....	47
Tabela 2-4: Composição química dos aços 201.....	47
Tabela 2-5: Composição química e EDE dos aços 201 mod e 304.....	48
Tabela 2-6: Composição química do AIA 201Nb.	51
Tabela 2-7: Composição química do AIA 201L.	52
Tabela 3-1: Composição química (% em massa) do aço inoxidável austenítico 201LN fornecido pela APERAM South América.	61
Tabela 3-2: Condições e número de amostras para o tratamento térmico de recozimento de reversão.	65
Tabela 3-3: Resumo das etapas de preparação das amostras para caracterização mecânica e microestrutural.	68
Tabela 3-4: Tempo e tensão utilizados para polimento e ataque eletrolíticos, seguidos das técnicas utilizadas e as respectivas amostras.....	69
Tabela 4-1: Valores das temperaturas de transformação martensítica e EDE calculados em função da composição química do aço 201LN em estudo.	85
Tabela 4-2: Valores de EDE dos aços 201 e 201L.....	85
Tabela 4-3: Composição química típica de um AIA 304L da APERAM.....	86
Tabela 4-4: Valores das temperaturas de transformação martensítica e EDE para um AIA 304L da APERAM.....	86
Tabela 4-5: Propriedades mecânicas extraídas das amostras CR.....	95
Tabela 4-6: Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's CR1, CR2 e CR3, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.	96
Tabela 4-7: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 4 passes, à temperatura ambiente.	97
Tabela 4-8: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 4 passes, e pré-resfriadas em salmoura.....	97

Tabela 4-9: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 6 passes, à temperatura ambiente.	98
Tabela 4-10: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 6 passes, e pré-resfriadas em salmoura.	99
Tabela 4-11: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, em temperatura ambiente, com 8 passes.	100
Tabela 4-12: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 8 passes, e pré-resfriadas em salmoura.	101
Tabela 4-13: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 8 passes, pré-resfriadas em salmoura.	101
Tabela 4-14: Variação de temperatura para as amostras laminadas em temperatura ambiente com 4, 6 e 8 passes.	102
Tabela 4-15: Variação de temperatura para as amostras pré-resfriadas em salmoura com 4, 6 e 8 passes.	102
Tabela 4-16: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 4 passes (1 a 3).	104
Tabela 4-17: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 6 passes (4 a 6).	105
Tabela 4-18: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 8 passes (7 a 9).	106
Tabela 4-19: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à e pré-resfriadas em salmoura com 4 passes (R1 a R3).	107
Tabela 4-20: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 6 passes (R4 a R6).	108
Tabela 4-21: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 8 passes (R7 a R9).	109

Tabela 4-22: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para a amostra R9, laminada a frio e pré-resfriada em salmoura com 8 passes.	109
Tabela 4-23: Frações volumétricas de austenita ($V\gamma$) e martensita ($V\alpha'$) para as amostras com 4 passes em temperatura ambiente (4TA) e pré-resfriadas em salmoura (4SAL).	111
Tabela 4-24: Frações volumétricas de austenita ($V\gamma$) e martensita ($V\alpha'$) para as amostras com 6 passes em temperatura ambiente (6TA) e pré-resfriadas em salmoura (6SAL).	112
Tabela 4-25: Frações volumétricas de austenita ($V\gamma$) e martensita ($V\alpha'$) para as amostras com 8 passes em temperatura ambiente (8TA) e pré-resfriadas em salmoura (8SAL).	112
Tabela 4-26: Amostras laminadas a frio seguidas de sua fração volumétrica de martensita (%) e deformação verdadeira (ϵ).	120
Tabela 4-27: Reduções na espessura, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ em cada passe, para as amostras 1LFTA e 1LFSA.	124
Tabela 4-28: Reduções na espessura, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ em cada passe, para a amostra 2LFTA.	125
Tabela 4-29: Reduções na espessura, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ em cada passe, para a amostra 2LFSA.	126
Tabela 4-30: Propriedades mecânicas extraídas das amostras 1TTTA1, 1TTTA3, 1TTTA5, 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5.....	167
Tabela 4-31: Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's 1TTTA1, 1TTTA3, 1TTTA5, 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.	168
Tabela 4-32: Propriedades mecânicas extraídas das amostras 2TTTA2, 2TTTA5, 2TTTA6, 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3.....	170
Tabela 4-33: Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's 2TTTA2, 2TTTA5, 2TTTA6, 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.	171
Tabela 8-1: Descrição das amostras CR e laminadas a frio.....	191
Tabela 8-2: Descrição das amostras otimizadas na primeira etapa.....	192
Tabela 8-3: Descrição das amostras otimizadas na segunda etapa.	193

Tabela 8-4: Descrição das amostras otimizadas na segunda etapa.	194
Tabela 8-5: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para a amostra CR utilizando a carga de 1gf.	200
Tabela 8-6: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15, utilizando a carga de 1gf.	201
Tabela 8-7: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, utilizando a carga de 1gf.	202
Tabela 8-8: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para a amostra CR utilizando a carga de 20 gf.	203
Tabela 8-9: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15 utilizando a carga de 20 gf.	204
Tabela 8-10: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4 utilizando a carga de 20 gf.	205

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 2-1	40
Equação 2-2	40
Equação 2-3	40
Equação 2-4	42
Equação 2-5	42
Equação 3-1	70
Equação 3-2	70
Equação 3-3	70
Equação 3-4	74
Equação 3-5	74
Equação 3-6	80
Equação 3-7	80
Equação 3-8	80
Equação 3-9	81
Equação 3-10.....	81
Equação 3-11.....	81
Equação 3-12.....	81
Equação 4-1	86
Equação 4-2	86
Equação 4-3	102
Equação 4-4	102
Equação 4-5	103
Equação 8-1	195

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

SAL - Salmoura

SÍMBOLOS

A_i	-	Temperatura de início da transformação austenítica
A_f	-	Temperatura final da transformação austenítica
A_p	-	Área de projeção
A_s	-	Área de contato
cm	-	Centímetro
cps	-	Contagem por segundo
C_{it}	-	Fluência da indentação
ΔG	-	Diferença de energia
DH	-	Dureza Dinâmica
DHT115	-	Dureza Dinâmica com indentador triangular Berkovich 115
ε_{ef}	-	Deformação efetiva imposta em cada passe de laminação
E_f	-	Espessura após o passe
E_i	-	Espessura antes do passe
gf	-	Gramas-força
F	-	Força
$F_{m\acute{a}x}$	-	Força máxima
GPa	-	Giga Pascal
h	-	Altura
h_c	-	Profundidade de contato
H_{it}	-	Dureza de indentação
$h_{m\acute{a}x}$	-	Profundidade máxima
h_r	-	Curva de descarregamento
HRC	-	Dureza Rockwell C

HV	-	Dureza Vickers
J	-	Joule
kgf	-	Quilogramas-força
K	-	Grau Kelvin
KN	-	Quilo-Newton
L	-	<i>Low</i>
Lf	-	Comprimento total
m ²	-	Metro quadrado
M _d	-	Temperatura de início da transformação martensítica induzida por deformação
M _{d30}	-	Temperatura na qual 50% de martensita é produzida após 30% de deformação verdadeira
M _f	-	Máxima temperatura de transformação martensítica
M _i	-	Temperatura de início da transformação martensítica
min	-	Minuto
mJ	-	Mili-joule
mm	-	Milímetro
MPa	-	Mega Pascal
η _{it}	-	Razão elástica da indentação
nm	-	Nanometro
P	-	Carga aplicada em kgf
r	-	Redução em cada passe
R	-	Raio do cilindro de laminação
s	-	Segundo
s ⁻¹	-	Taxa de deformação
T	-	Temperatura
T _f	-	Temperatura imediatamente após o passe T _i
T _i	-	Temperatura antes do passe
T ₀	-	Temperatura de equilíbrio
Vα'	-	Fração volumétrica de martensita
Vγ	-	Fração volumétrica de austenita
W	-	Trabalho
α'	-	Martensita alfa-linha

ε	-	Martensita épsilon / Deformação verdadeira
γ	-	Austenita
μm	-	Micrometro

LISTA DE SIGLAS

ABNT	-	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AIAs	-	Aço Inoxidável Austenítico
AIs	-	Aços Inoxidáveis
AISI	-	<i>American Iron and Steel Institute</i>
AOD	-	<i>Argon oxygen decarburization</i>
ASM	-	<i>American Society for Metals</i>
ASTM	-	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BSED	-	Detector de elétrons retroespalhados
CCC	-	Cúbico de corpo centrado
CFC	-	Cúbico de face centrada
CG	-	Granulação grosseira
CI	-	Índice de confiança
CP	-	Corpo de prova
DL	-	Direção de laminação
DT	-	Direção transversal
DN	-	Direção normal
DRX	-	Difração de Raios X
EBSD	-	<i>Electron Back Scatter Diffraction</i>
EDE	-	Energia de Defeito de Empilhamento
EEIMVR	-	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica
FC	-	Fator de correção
FDOC	-	Função de Distribuição de Orientações
GOF	-	<i>Goodness of fit</i>
GNL	-	Gás natural liquefeito
ICE _x	-	Instituto de Ciências Exatas
IME	-	Instituto Militar de Engenharia
LN	-	<i>Low Nitrogen</i>

LE	-	Limite de escoamento
LRT	-	Limite de resistência à tração
MDF	-	<i>Misorientation Distribution Function</i>
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	-	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MIO	-	Microscopia por Imagem de Orientação
MO	-	Mapa de Orientação
NG	-	Granulação nanométrica
ODF	-	Função de Distribuição de Orientações
TA	-	Temperatura ambiente
TG	-	Tamanho de grão
TRIP	-	<i>Transformation Induced Plasticity</i> (Transformação Induzida por Plasticidade)
UFF	-	Universidade Federal Fluminense
UFG	-	Granulação ultrafina
UNS	-	<i>Unified Numbering System</i>

RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos estão presentes em aplicações estruturais devido à sua grande resistência à corrosão, excelente ductilidade e soldabilidade. Tais características são visadas porque concedem ao aço excelentes propriedades mecânicas oriundas do efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação). O objeto deste estudo é um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, com elevado teor de nitrogênio, menor teor de carbono e uma substituição parcial de níquel por manganês, visando um menor custo quando comparado aos aços inoxidáveis austeníticos da série 300. Com o objetivo de se obter um refinamento de grãos e incremento na resistência mecânica (Limite de escoamento – LE, e Limite de resistência em tração – LRT) sem prejuízos a ductilidade, este trabalho, baseado em medidas de ferritoscopia, dureza e difração de raios X (DRX), pode estabelecer uma rota de processamento otimizada composta por duas sequências de laminação a frio (8 passes de redução na espessura, cada sequência), em temperatura ambiente e pré-resfriamento em salmoura, com um recozimento intermediário (750 °C por 15 minutos) e um recozimento final (750 °C por 4 minutos), ambos para reversão da martensita em austenita. Com enfoque na rota de processamento otimizada, foram executadas as caracterizações microestrutural/microtextural (via detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) acoplados a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com canhão de emissão de campo (FEG)) e textural por DRX, que permitiram observar a redução no tamanho de grão austenítico (da ordem de aproximadamente 50 µm para cerca de 3 µm, com distribuição heterogênea e bimodal), mantendo a fraca textura da condição como recebida e associada principalmente às componentes Cobre {112}<111>, Cubo gêmeo {122}<122>, Goss {110}<100>, Latão {100}<112> e Taylor {4,4,8}<11,11,8>. Por outro lado, as caracterizações mecânicas, via Tração uniaxial a temperatura ambiente, evidenciaram um incremento dos valores de LE e de LRT e uma redução do coeficiente de encruamento e alongamento das amostras recozidas, quando comparadas com o material de partida, além de uma dispersão nos resultados das propriedades mecânicas avaliadas via ultramicrodureza instrumentada quando sob carga máxima de 1 gf. Por fim, conclui-se que houve um indicativo de uma possível redução no efeito TRIP avaliada pela quantificação da porcentagem de martensita induzida por deformação via ferritoscopia, após a realização do ensaio de tração nas amostras austeníticas fruto das etapas de recozimento para reversão, e que o material estudado obteve um excelente refinamento de grão e incremento na sua resistência mecânica com decréscimo no coeficiente de encruamento, sem perda significativa na sua ductilidade.

Palavras-chaves: Aço com efeito TRIP, tamanho de grão, martensita, austenita, reversão, recozimento.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels are present in structural applications because of their high corrosion resistance, excellent ductility and weldability. Such characteristics are targeted because they give the steel excellent mechanical properties from the TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) effect. The object of this study is an ASTM 201LN austenitic stainless steel, with high nitrogen content, lower carbon content and a partial substitution of nickel by manganese, aiming at a lower cost when compared to 300 series austenitic stainless steels. With the objective of obtaining a grain refinement and increase in the mechanical resistance (Yield Strength – YS and Ultimate Tensile Strength – UTS) without damages to the ductility, this work, based on ferritoscopy, hardness and X-ray diffraction (XRD) measurements, can establish an optimized processing route composed of two cold rolling sequences (8 steps thickness reductions, each sequence), at room temperature and pre-cooling in brine, with an intermediate annealing (750 °C for 15 minutes) and final annealing (750 °C for 4 minutes), both for reversion of the martensite in austenite. Focusing on optimized processing route, the microstructural/microtextural characterizations (backscattered electrons (BSED) and electron backscatter diffraction (EBSD) detectors coupled to a scanning electron microscope (SEM) with field emission gun (FEG)) and textural by XRD were performed, which allowed us to evaluate the reduction in austenitic grain size (approximately 50 µm to about 3 µm average diameter, with heterogeneous and bimodal distribution), while maintaining low level texture related to as received condition and associated primarily with Copper {112}<111>, Twin Cube {122} <122>, Goss {110} <100>, Brass {100} <112> and Taylor {4,4,8} <11,11,8> components. The mechanical characterizations via uniaxial tensile at room temperature, showed an increase on the YS and UTS values and a reduction on the work hardening coefficient and elongation of the annealed samples when compared to the as received material, besides a dispersion in the mechanical properties results evaluated via instrumented ultramicrohardness when under a maximum load of 1 gf. Finally, it is concluded that there was an indication of a possible reduction in the TRIP effect evaluated by martensite strain-induced percentage quantification via ferritoscopy, after conducting the tensile test in austenitic samples from reversion annealing, and that studied material obtained an excellent grain refinement and increase in its mechanical resistance with decrease in the hardening coefficient, without significant loss in its ductility.

Keywords: TRIP effect steel, grain size, martensite, austenite, reversion, annealing.

1 INTRODUÇÃO

1.1 POSICIONAMENTO DA TESE

No início do século XX, os engenheiros e pesquisadores se esforçaram a fim de melhorar a resistência à corrosão e à oxidação do aço, que naquela época representavam um empecilho em aplicações marítimas, ambientes de altas temperaturas ou imposição de carregamentos cíclicos. Em 1911 e 1912 vários países europeus obtiveram êxito em desenvolver aços inoxidáveis com características ferríticas (primeira descoberta) e martensíticas (segunda descoberta). Dando continuidade aos estudos, o laboratório de Física pertencente à empresa alemã Krupp, Breno Straub, juntamente com o metalurgista Eduard Maurer, desenvolveram os aços inoxidáveis austeníticos cuja composição era de 20%Cr, 7%Ni e 0,25%C (% em peso) (COHEN, *et al.*, 1981).

Os aços inoxidáveis austeníticos estão presentes em aplicações estruturais devido à sua grande resistência à corrosão, alto desempenho, quando submetido a altas temperaturas, excelente ductilidade e soldabilidade. Essas propriedades são atribuídas à introdução de níquel que estabiliza a estrutura austenítica, possibilitando a obtenção de um material com características distintas. Dentre os aços inoxidáveis austeníticos, o ABNT 304 é o mais popular no mercado, sendo utilizado em válvulas e em outras peças de tubulações, trocadores de calor, equipamentos para indústria química e vasos de pressão em refinarias de petróleo. Entretanto, o aço 316, que possui 2% de molibdênio, tem sua composição química como padrão para as propriedades de resistência à corrosão (CHARLES, *et al.*, 2008).

Utilizados em aplicações estruturais, os aços inoxidáveis austeníticos da série 200 são o resultado de uma substituição parcial de níquel por manganês, visando um menor custo. A resistência à corrosão destas ligas é inferior à dos aços da série 300 (CHARLES, *et al.*, 2008).

De acordo com a composição química dos aços inoxidáveis austeníticos, eles podem apresentar uma característica particular: transformação de fase induzida por plasticidade. Tal efeito é visado porque concede ao aço propriedades mecânicas como alta resistência, ductilidade e tenacidade (IAWAMOTO, 1998). Este fenômeno é denominado efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação ou do inglês, *Transformation Induced Plasticity*).

Em condições de trabalho a frio, em que o material é plasticamente deformado gerando o efeito TRIP, a deformação homogênea pertencente à fase austenítica, resulta na transformação martensítica. Transformação de fase esta que ocorre no estado sólido, ausente de difusão, resultante de um movimento coordenado e/ou cooperativo entre os átomos da fase matriz e que mantém uma estreita correspondência de reticulado entre a fase mãe (austenita, em aços) e a fase produto (martensita) resultante da transformação, porém, com nova estrutura cristalina e sem alteração da composição química. Por conseguinte, a fração volumétrica de martensita transformada aumenta com o aumento da deformação (PETIT, *et al.*, 2007).

Na última década, há uma notável atenção no desenvolvimento de estruturas ultrafinas (submicrométrica ou nanométricas), a fim de se obter uma combinação de elevada resistência e boa ductilidade para aplicações em estruturas leves (REZAEI, *et al.*, 2011). Com o objetivo de se obter este refinamento de grãos, inicialmente promove-se a transformação martensítica por intermédio uma laminação a frio severa e posteriormente submete-se o material a um tratamento térmico de recozimento, que reverte a martensita induzida por plasticidade em austenita, que resultará em um decréscimo significativo no tamanho de grão.

1.2 JUSTIFICATIVA

Este trabalho possui interesse tanto acadêmico quanto industrial de compreender a evolução da transformação martensítica induzida por plasticidade e de sua reversão em austenita em função de diferentes níveis de deformação em um aço inoxidável austenítico de grau 201LN. Visto que este material possui um efeito TRIP limitado, devido ao elevado expoente de encruamento, porém a obtenção de uma estrutura nanométrica ou submicrométrica promoverá propriedades mecânicas diferenciadas. Tal tema de estudo possui relevância ao se tratar especificamente dos aços da série 200, de menor custo de fabricação do que os da série 300, visando motivar estudos recentes e a ampliação de suas aplicações.

O interesse de estudo foi motivado por resultados recentes encontrados na literatura, destacando os trabalhos de REZAEI (2011), MOALLEMI (2012) e HAMADA (2015). REZAEI e colaboradores (2011) trabalharam com um aço inoxidável austenítico de grau 201L, com o objetivo de alcançar uma estrutura de grãos nanométrica. Para isto, foi realizado um tratamento termomecânico repetitivo. O material recozido tinha uma espessura inicial de 8 mm e foi laminado a frio com uma redução de espessura que variou de 10 a 95%. Múltiplos

passes de laminação a frio foram realizados à temperatura de 25 °C e a reversão (martensita-austenita) para as amostras laminadas com 95% de redução, foi realizada por um recozimento isotérmico à temperatura de 850 °C, para diferentes tempos de 15 a 1800 s.

Na Figura 1-1 são apresentadas as frações volumétricas de martensita *versus* a redução de espessura, para o estudo de REZAE (2011). É notável que esta fração aumenta quase linearmente até 25% de redução e é saturada à uma redução de 40% (REZAE, *et al.*, 2011).

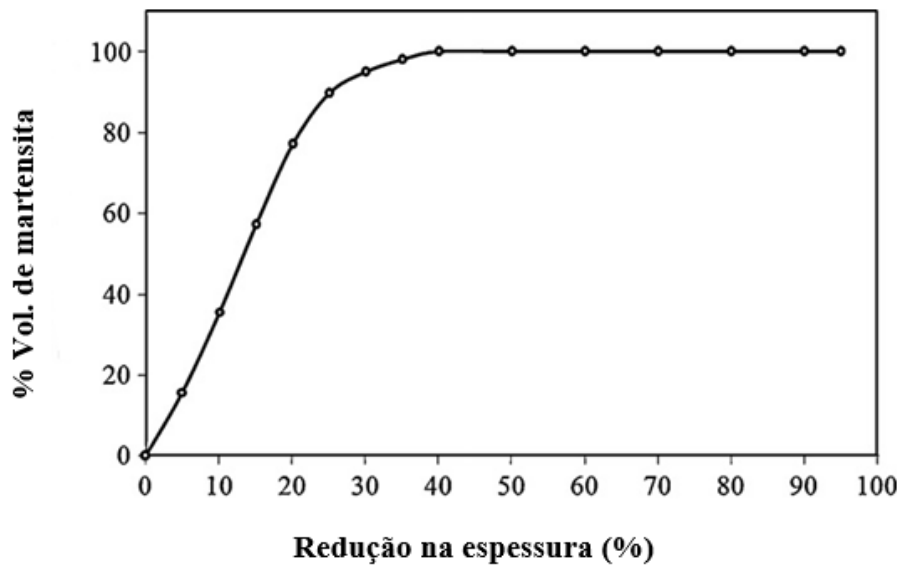


Figura 1-1: Efeito da redução de espessura na fração volumétrica de martensita formada em um aço 201L laminado a 25 °C (Adaptado de REZAE, *et al.*, 2011).

Na Figura 1-2 é apresentada a correlação da dureza Vickers com a redução de espessura e verifica-se que a dureza aumenta de forma proporcional à esta redução e que a taxa de aumento da dureza é maior no início da transformação e até à redução de 30%.

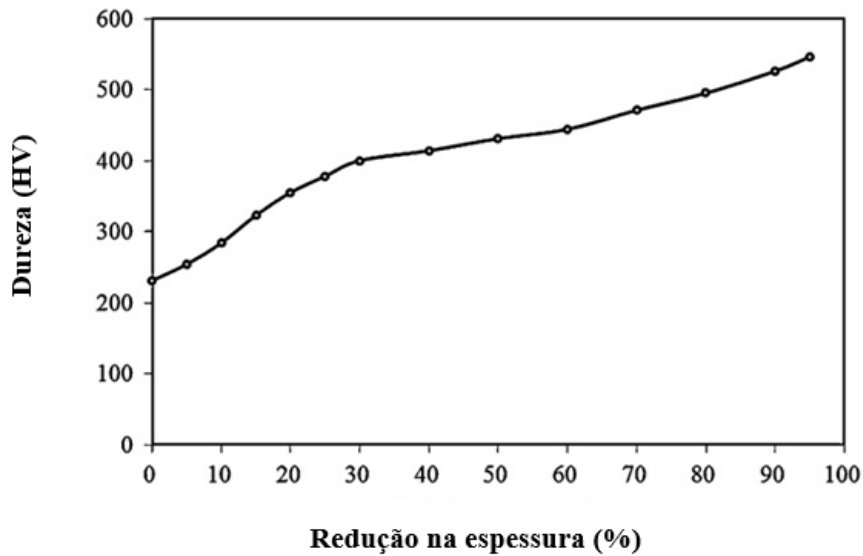


Figura 1-2: Efeito da redução na espessura na dureza Vickers em um aço 201LN laminado a 25 °C (Adaptado de REZAEE, *et al.*, 2011).

Para as amostras do aço 201L laminadas a frio com 95% de redução, a resistência ao escoamento é aumentada para 1950 MPa, mas o alongamento total é drasticamente reduzido para 4%. Após recozimento a 850 °C durante 30 s, a resistência ao escoamento é muito maior que 1485 MPa, com um bom alongamento de 33%. Com o aumento do tempo de recozimento, a resistência ao escoamento das amostras é diminuída, no entanto, o alongamento dos materiais nanocristalinos é diminuído drasticamente devido à pouca capacidade de endurecimento por trabalho, o que reduz drasticamente o alongamento uniforme antes do estiramento sob tensão uniaxial (REZAEE, *et al.*, 2011). No caso do aço austenítico 201L, uma capacidade elevada de endurecimento por trabalho a frio foi obtida, através da transformação martensítica induzida por plasticidade durante os ensaios de tração, levando a um bom alongamento uniforme, bem como elevada resistência (REZAEE, *et al.*, 2011).

MOALLEMI e colaboradores (2012) mostraram que o tamanho de grão do aço inoxidável 201 pode ser eficientemente reduzido para aproximadamente 260 nm, resultando em um material com grãos nanométricos ou ultrafinos. Os valores de ambos foram maiores quando comparados ao tratamento de reversão por recozimento em um único estágio. Neste estudo, os investigadores compararam as propriedades mecânicas de ensaio de tração dos aços de grau 201 submetidos a duas etapas de tratamento (laminação a frio em temperatura ambiente, com redução de espessura de 70% na primeira sequência e redução de 60% na segunda sequência, seguido de recozimento, a 850 °C por 60 s, após cada laminação) e em um único estágio (redução de espessura de 90% e parâmetros de recozimento similares). Com isto

verificaram um incremento em resistência mecânica e uma apreciável ductilidade, reduzindo o tamanho de grão de 370 ± 70 nm para 260 ± 40 nm, resultado de duas etapas de tratamento.

HAMADA e colaboradores (2015) realizaram um tratamento de reversão por recozimento em um AIA 201 de granulação grosseira ($18\mu\text{m}$). Inicialmente, o material foi laminado com 60% de redução de espessura e, posteriormente recozido até a temperatura de reversão, entre 700 e 1000 °C, seguido por resfriamento ao ar. Na Figura 1-3 é apresentado o ciclo de processamento termomecânico deste material.

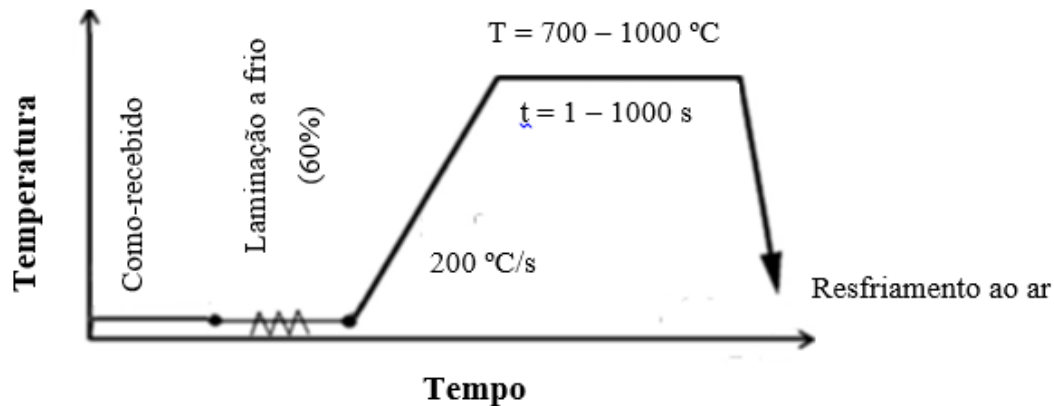


Figura 1-3: Ciclo de processamento termomecânico do AIA 201 (Adaptado de HAMADA, *et al.*, 2015).

Após 60% de redução, a fração de martensita correspondeu a 30% e a microestrutura formada compreende uma grande quantidade de austenita deformada, com significativa martensita α' induzida por deformação. Verificou-se que o recozimento em 800 °C por 1 s dá origem a uma microestrutura constituída por uma mistura de finos grãos de austenita, com tamanho de aproximadamente 500 nm e grandes áreas de austenita retida. Já para um aquecimento a 800 °C por 10 s, o tamanho médio de grão da austenita é de 1,5 μm e para uma elevada temperatura de recozimento (1000 °C), durante 1 s, têm-se uma estrutura austenítica com grãos grosseiros com um tamanho de grão de 5 μm .

HAMADA e colaboradores (2015) também notaram que a tensão de escoamento e a resistência à tração aumentam com a diminuição da temperatura de recozimento, especialmente abaixo de 900 °C. Como por exemplo, tensão de escoamento de 800 MPa, resistência à tração de 1100 MPa e alongamento até a fratura de aproximadamente 50% são obtidos no recozimento a 800 °C, durante 10 s.

Como os resultados obtidos em estudos similares são significativos, acredita-se que este trabalho será de fundamental importância para justificar as aplicações do presente material, pois deverá mostrar novas respostas na caracterização e evolução microestrutural,

contribuindo positivamente para trabalhos futuros, principalmente no que diz respeito a realidade industrial.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 OBJETIVO GERAL

O presente estudo teve como objetivo geral obter um refinamento dos grãos austeníticos em um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN através de processamento termomecânico que envolveu: Múltiplas etapas de laminação a frio (sob condições de temperatura ambiente e pré-resfriado em salmoura) sob um determinado percentual de deformação ótimo para maior reversão de martensita em austenita, com etapas intermediárias de recozimento para reversão. Onde o uso do pré-resfriamento em salmoura visou avaliar a possibilidade de redução de incremento de temperatura da chapa ao ser deformada, a cada passe de laminação.

1.3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

De modo a atender o objetivo geral proposto, este estudo foi dividido nas seguintes etapas, seguidas de suas caracterizações:

1. Inicialmente o material foi laminado a frio em um laminador piloto, segundo condições pré-definidas por (DA SILVA, 2017). Então se fez uso da técnica de ferritoscopia, com o intuito de avaliar a quantificação da martensita induzida por deformação, da técnica de difração de Raios X (DRX) que permitiu identificar e quantificar as fases presentes neste material, além de caracterizar a evolução da textura cristalográfica da austenita deformada (macrotextura). A macrodureza foi avaliada via dureza Vickers.
2. Após a laminação a frio, este material foi recozido com o objetivo de se investigar as condições ótimas de deformação e de tratamento térmico para reversão. Para isto, se fez uso das técnicas de ferritoscopia e dureza Vickers.

3. As condições foram reavaliadas e redefinidas, então com o intuito de se avaliar a caracterização mecânica e homogeneidade estrutural, utilizou-se a dureza Vickers, a ultramicrodureza instrumentada e o ensaio de tração uniaxial à temperatura ambiente com subsequentes medidas de ferritoscopia. A caracterização microestrutural foi avaliada via microscopia eletrônica de varredura (MEV) com auxílio dos detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons-retroespalhados (EBSD).

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS (AIs)

Os aços inoxidáveis possuem uma composição química baseada nos elementos químicos Fe-C-Cr-Ni. Existem elementos de liga que são essenciais para sua constituição, como por exemplo, o cromo, que forma uma camada passivadora e contínua de óxido de cromo ao longo da superfície do material. Essa camada é responsável por conferir a principal característica dessa classe de material: A resistência à oxidação e à corrosão em diferentes meios e temperaturas de serviço. Em seguida, vem o níquel que contribui de forma significativa para as propriedades mecânicas, sendo o principal elemento estabilizador da fase austenítica.

Outros elementos também fazem parte de sua constituição e sua presença é essencial para o melhoramento de determinadas propriedades. Por exemplo, a adição de molibdênio melhora a resistência à corrosão localizada e também promove o endurecimento por solução sólida. O cobre melhora a resistência à corrosão para certos reagentes, como o ácido sulfúrico. Tântalo, Nióbio e Titânio evitam a corrosão intergranular e o silício melhora a resistência à oxidação em temperaturas elevadas (FRITZLEN & ELBAUM, 1961).

A microestrutura de um aço inoxidável pode ser influenciada pela sua composição química, sendo possível obter três tipos de microestrutura: Martensítica, ferrítica e austenítica. Cada classe dos AIs possui propriedades mecânicas e físicas únicas e será produzida de acordo com uma norma específica. Existem cinco principais categorias que os AIs podem ser classificados (SILVA & MEI, 2006):

- Aços inoxidáveis martensíticos 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. São caracterizados pela estrutura tetragonal e são necessários quando a aplicação requer propriedades de boa resistência à tração, fluência e resistência à fadiga combinadas com resistência à corrosão. Neste grupo podem-se citar os aços AISI 403, 410, 416, 420 e 422.

- Aços inoxidáveis ferríticos são ligas de Fe-Cr que possuem estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) e que não endurecem por tratamento térmico de têmpera. Geralmente, possuem teor de cromo mais elevado do que os martensíticos, em torno de 10 a 30%, e menor teor de carbono. Neste grupo podem-se citar os aços AISI 405, 409, 430, 446 e 502.
- Aços inoxidáveis austeníticos 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 ou 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%.
- 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. Esta classe possui menor teor de níquel quando comparado aos aços austeníticos, mas com propriedades mecânicas e de corrosão similares ou superiores aos austeníticos.
- Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação são ligas de Fe-Cr (12 - 17%), Ni (4 - 8%), Mo (0 - 2%), contendo adições de elementos que permitem o endurecimento da martensita pela precipitação de compostos intermetálicos à base de alumínio, cobre, nióbio e/ou titânio.

2.1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS (AIAs)

Os aços inoxidáveis austeníticos são paramagnéticos, pois a estrutura austenítica se mantém estável devido aos elementos austenitizantes presentes e endurecem apenas por deformação a frio, tal endurecimento deve-se à fase austenítica que se transforma em martensita, por efeito da deformação resultante (PADILHA, *et al.*, 2003).

Nestes materiais, juntamente ao tipo do aço, pode-se vir adicionada a nomenclatura “L” que se refere ao aço com menor teor de carbono, enquanto “L(N)” refere-se ao aço com menor teor de carbono e maior teor de nitrogênio.

Na indústria da construção naval, aços inoxidáveis, como 304, 316 e 304L são normalmente adaptados para uso em sistemas de gás natural liquefeito (GNL), por possuírem propriedades mecânicas superiores quando submetidos a uma temperatura ambiente baixa a nível criogênico.

Existem aços denominados aços inoxidáveis superausteníticos, que podem conter até 6% de Mo e quantidades elevadas de Cr, Ni e N, resultando em um teor de ferro próximo ou inferior a 50%. Na maior parte dos aços, o teor máximo de silício é de 1%, no entanto, teores mais elevados, entre 1 e 3% pode melhorar a resistência à oxidação ou escamação.

Outros elementos de liga, tais como, cobre, boro ou enxofre, podem ser adicionados aos aços inoxidáveis austeníticos. Utilizando baixos teores de carbono (AISI 304L, 316L e 317L) e/ou ligas estabilizadas com titânio ou nióbio (AISI 321 e 347) é possível minimizar a possibilidade de ocorrência de corrosão intergranular destes materiais, através da formação de carbonetos e/ou carbonitretos de Ti e/ou Nb a fim de garantir a permanência do Cr em solução sólida. Elementos como fósforo, enxofre ou selênio melhoram a usinabilidade. 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 do mesmo. Esta família de aços é conhecida como AIAs da série 200 e são utilizados em aplicações estruturais e como utensílios de cozinha. A resistência à corrosão destas ligas é inferior à dos aços da série 300.

Nas décadas de 80 e 90, a série 200 ainda tinha aplicação marginal e fraca expressividade no mercado, apesar de apresentarem boa combinação de resistência mecânica e ductilidade. O alto valor do níquel fez com que as empresas buscassem alternativas de desenvolvimento mais acessíveis para aumentar a competitividade. O século XXI apresenta um cenário diferente: Novas ligas da classe dos AIs Fe-Cr-Mn foram desenvolvidas pelas grandes siderúrgicas mundiais para serem utilizadas em diversas aplicações.

Na Tabela 2-1 é apresentada a composição química dos aços 201 (HAMADA, *et al.*, 2015), 201L (HAMADA, *et al.*, 2013), 304 (DISCHINO & KENNY, 2002) e 304L (KUMAR & SHARMA, 2014), conforme designação dada pelos autores dos respectivos trabalhos. Nota-se que o teor de carbono dos aços 201L e 304L são menores, quando comparados aos

aços 201 e 304. Os AIA's da série 200 possui um teor de Ni menor e um teor de Mn maior, quando comparados aos AIA's da série 300.

Tabela 2-1: Composição química dos aços inoxidáveis austeníticos 201.

AÇO	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	N
201	0,05	0,32	6,74	17,50	3,72	0,05	0,23	0,23
201L	0,03	0,28	7,40	17,00	3,70	0,01	0,05	0,20
304	0,06	0,02	0,33	18,40	8,60	0,11	-	0,02
304L	0,02	0,30	1,50	18,6	10,10	-	-	0,02

Fonte: (HAMADA, *et al.*, 2015), 201L (HAMADA, *et al.*, 2013), 304 (DISCHINO & KENNY, 2002) e 304L (KUMAR & SHARMA, 2014).

2.2 EFEITO TRIP

De acordo com a composição química dos AIA's, eles podem apresentar uma característica particular: Transformação de fase induzida por plasticidade. Tal efeito é visado porque concede ao aço propriedades mecânicas como alta resistência, ductilidade e tenacidade (IAWAMOTO, *et al.*, 1998). Este fenômeno é denominado efeito TRIP (Plasticidade Induzida por Transformação ou do Inglês, *Transformation Induced Plasticity*).

É fundamental a compreensão da influência da tensão elástica e da deformação plástica no processo de transformação martensítica por efeito TRIP. Como mostrado na Figura 2-1, a aplicação de uma tensão em uma temperatura que não esteja muito acima de M_i (temperatura de início da transformação martensítica) 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, em concordância com a inclinação da linha AB que se faz presente na Figura 2-1 (COHEN & WAYMAN, 1981). Na temperatura designada como $M_{i\sigma}$ 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 $M_{i\sigma}$ não diminuem ao longo da linha AB, mas ocorre na linha BC (Figura 2-1) 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 & WAYMAN, 1981).

Ao longo da linha AB (Figura 2-1), a tensão de escoamento é determinada pelo início da transformação assistida por tensão e aumenta com o aumento da temperatura, enquanto que 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 & WAYMAN, 1981).

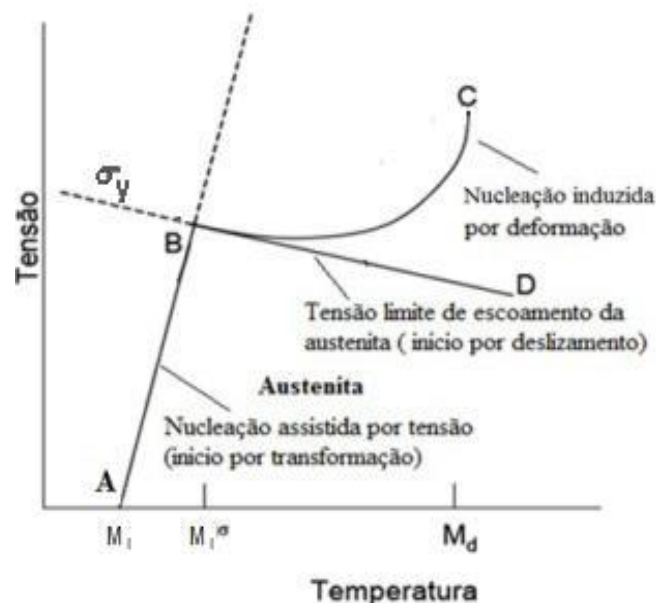


Figura 2-1: Relação tensão *versus* temperatura e influência da tensão elástica e deformação plástica no efeito TRIP (COHEN & WAYMAN, 1981).

É importante a compreensão de alguns conceitos termodinâmicos que ocorrem no efeito TRIP. Na Figura 2-2 é apresentado o gráfico de energia livre *versus* temperatura, com as curvas de energia livre da austenita (γ) e da martensita (α') (STRAIN, 2010).

Inicialmente, a austenita é uma fase com energia livre muito menor que a martensita, sendo estável. Com o decréscimo da temperatura, a energia livre da austenita aumenta e da martensita diminui até que as duas energias se igualam (temperatura de equilíbrio, T_0), porém para que ocorra a transformação martensítica é preciso uma força motriz, isto é, um grau de resfriamento distante de T_0 (diferença de energia livre entre austenita e martensita). Os fatores

associados a este grau de resfriamento são: a área interfacial, o volume do cristal de martensita formado, e as energias (do volume, da interface, de distorção elástica e de deformação plástica).

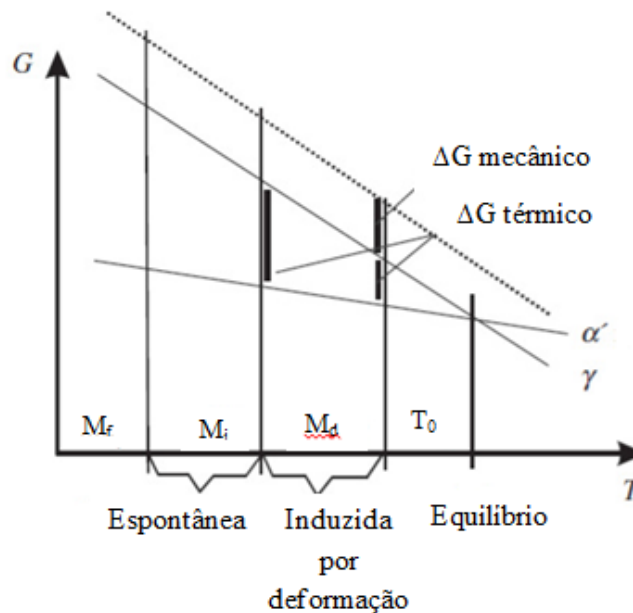


Figura 2-2: Gráfico da energia livre *versus* temperatura, para o efeito TRIP (Adaptado de STRAIN, 2010).

A transformação martensítica não-termoelástica, como ocorre no efeito TRIP, acima de M_i , ou por ciclagem térmica, abaixo de M_i , se dá pelo surgimento dos núcleos que em seguida, crescem rapidamente. No caso do efeito TRIP, em condições isotérmicas, para o progresso da transformação é necessário o incremento da tensão aplicada ou da deformação plástica resultante. Por outro lado, a indução da transformação por ciclagem térmica sua continuidade dá-se pelo decréscimo da temperatura e com isso, surgirão novos núcleos até atingir a temperatura M_f (máxima temperatura na qual há a formação da martensita por ciclagem térmica).

Quando determinado material está em uma temperatura do campo austenítico (entre M_i e M_d) e um nível de tensão qualquer, seja a nível de promover deformação elástica ou plástica, é aplicada ao mesmo, a energia livre da austenita vai incrementar em função da quantidade de deformação aplicada. Com isso, o ponto de equilíbrio T_0 vai se deslocar para o ponto T_0' (temperatura maior que T_0), desestabilizando o sistema e gerando uma força motriz que é suficiente para dar início à transformação martensítica induzida por plasticidade. Uma parte desta força está associada à energia térmica (ΔG térmico) e outra parte está associada à energia mecânica (ΔG mecânico). A transformação martensítica se dá na temperatura M_d (máxima temperatura na qual há a formação de martensita induzida por plasticidade).

As temperaturas M_i e M_d podem ser estimadas através de equações empíricas baseadas em composição química, como a exemplo de M_i na Equação 2-1 (BEHJATI, 2013).

$$M_i(^{\circ}\text{C}) = 1305 - 1665(\%C + \%N) - 28(\%Si) - 33(\%Mn) - 42(\%Cr) - 61(\%Ni) \quad \text{Equação 2-1}$$

Estima-se também a temperatura M_{d30} , que pode ser definida como a temperatura na qual 50% de martensita é produzida após 30% de deformação verdadeira, sendo esta inferior à temperatura M_d . Convencionou-se a temperatura M_{d30} , pois na prática é muito difícil determinar a temperatura M_d . Uma de suas representações mais comuns, Equação 2-2, foi estabelecida por Angel e posteriormente modificada por Nohara (Equação 2-3) com o acréscimo da contribuição do tamanho de grão ASTM (TG) (BEHJATI, 2013).

$$M_{d30-ANGEL}(^{\circ}\text{C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad \text{Equação 2-2}$$

$$M_{d30-NOHARA}(^{\circ}\text{C}) = 551 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 29(\%Ni + \%Cu) - 18,5(\%Mo) - 68(\%Nb) - 1,42(TG - 8) \quad \text{Equação 2-3}$$

2.2.1 FATORES QUE INFLUENCIAM NA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

A transformação da austenita (γ) para martensita ocorre por processo de cisalhamento, sem haver difusão (HAN, 2008). Dois tipos de martensita podem ser formados nos aços inoxidáveis austeníticos: A martensita ϵ (hexagonal compacta, HCP) e martensita α' (cúbica de corpo centrado, CCC). As fases ϵ e α' são metaestáveis e podem ser revertidas à austenita se aquecidas à temperatura abaixo da temperatura de recristalização.

A ocorrência e a quantidade de ambos os tipos de martensita ϵ e α' dependem de uma série de fatores, como: A composição do aço, a energia de defeito de empilhamento, a temperatura, a taxa e modo de deformação (MARSHALL, 1984).

2.2.1.1 INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

No que se refere à composição química, os efeitos dos elementos de liga nos aços e ligas especiais não alteram somente as fases ou constituintes presentes em equilíbrio, mas também no modo e na velocidade com que as fases se formam. A presença de elementos de liga pode alterar a característica própria das fases presentes (SILVA & MEI, 2006).

2.2.1.2 INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE EMPILHAMENTO

A estrutura cristalina dos AIAs é CFC e pode ser obtida por meio de empilhamento de planos de máxima densidade atômica $\{111\}$ arranjados em uma sequência regular do tipo ABCABCABC. Esta sequência de empilhamento pode ser alterada por deformação plástica, dando origem a um defeito de empilhamento. Na Figura 2-3 está representado, de maneira esquemática, os defeitos de empilhamento que são delimitados por discordâncias parciais. A energia de defeito de empilhamento (EDE) pode ser determinada experimentalmente medindo-se a distância entre as discordâncias parciais com auxílio de microscopia eletrônica de transmissão (MET) (PADILHA, 2000).

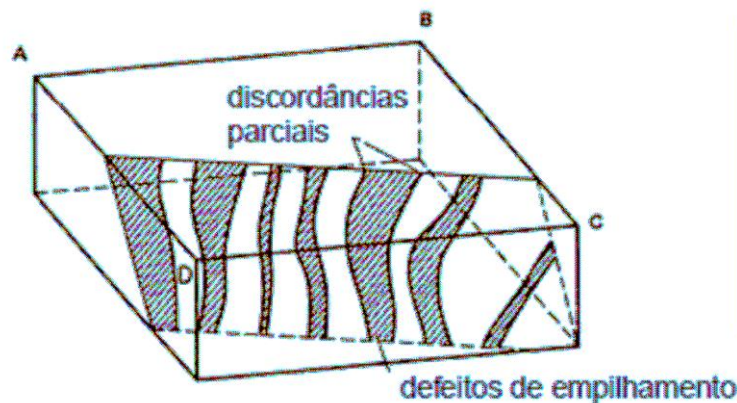


Figura 2-3: Figura esquemática das discordâncias parciais delimitando os defeitos de empilhamento (PADILHA, 2000).

A influência da EDE é muito significativa nas propriedades dos materiais. Quanto maior for esta energia, mais próximas estão as discordâncias parciais, facilitando o escorregamento com desvio e a escalada, então as discordâncias têm maior mobilidade e tendem a aniquilar-se com discordâncias de sinais opostos. Como consequência desses fatores, um metal de alta

EDE apresenta menor densidade de discordâncias, pois tem um caminho médio livre maior que um metal de baixa EDE. Já os metais de baixa EDE apresentam maior densidade de discordâncias, maior energia armazenada na deformação e menor mobilidade devido à distância das discordâncias parciais estarem mais afastadas entre si. Conseqüentemente, a ocorrência de escorregamento com desvio ou escalada se torna mais difícil e a taxa de encruamento aumenta (PADILHA, 2000).

As condições de baixa EDE e grande tamanho de grão favorecem a ocorrência de maclas por deformação. Em metais CFC de baixa EDE, como por exemplo, os AIAs, a densidade de discordâncias e o encruamento aumentam quando conformados a frio.

Dependendo do valor da EDE, duas microestruturas podem ser formadas após laminação a frio dos AIAs. Para altos valores de EDE espera-se a formação de uma microestrutura sem ocorrência de martensita induzida por deformação, isto é, não há a formação das martensitas ϵ e α' (PADILHA, 2003).

Os AIAs são conhecidos por terem baixa EDE, quando comparados aos outros metais com estrutura CFC. A EDE da austenita, em função da composição do aço e da temperatura, é um dos fatores mais importantes que controla a característica do mecanismo da deformação.

A EDE de um material pode ser prevista por equações empíricas em função dos elementos de liga utilizados. A Equação 2-4 foi proposta por Brofman e Ansell (HAMADA, *et al.*, 2013).

$$EDE_{BROFMAN \text{ E } ANSELL} (mJ/m^2) = 16,7 + 2,1(\%Ni) - 0,9(\%Cr) + 26(\%C) \quad \text{Equação 2-4}$$

A EDE também pode ser estimada pela Equação 2-5, proposta por Pickering (HAMADA, *et al.*, 2013).

$$\begin{aligned} EDE_{PICKERING} (mJ/m^2) \\ = 25,7 + 2(\%Ni) \\ + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2 (\%Mn) \end{aligned} \quad \text{Equação 2-5}$$

Como visto, a influência do teor de carbono na EDE é bastante elevada, especialmente na equação de Pickering. Isto esclarece porque o aço 201L, com baixo teor de carbono, possui uma maior formação de martensita do que o aço 201, durante a deformação.

Os valores de EDE dos aços investigados foram calculados e relacionados na Tabela 2-2 (HAMADA, *et al.*, 2013). O baixo teor de C do aço 201L resulta em uma menor EDE,

afetando especialmente na Equação 2-5. O cobre não está incluído nas equações, no entanto, sabe-se que o mesmo aumenta a EDE do presente aço 201. O nitrogênio é acrescentado aos AIAs da série 200, visando uma substituição parcial do Ni, estabilizando a estrutura austenítica, sem comprometer as propriedades do material (HAMADA, *et al.*, 2015).

Tabela 2-2: Valores de EDE dos aços investigados no presente estudo.

AÇO	Brofman e Ansell	Pickering
201	10,0	8,6
201L	9,95	3,7

Fonte: (HAMADA, *et al.*, 2013).

SHEN e colaboradores (2012) sintetizaram, numericamente, as faixas de EDE e seus respectivos mecanismos de deformação dominantes da seguinte forma:

- EDE < 18 mJ/m²: Transformação martensítica;
- EDE 18 - 45 mJ/m²: Maclagem;
- EDE > 45 mJ/m²: Deslizamento de discordâncias.

2.2.1.3 INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA

O endurecimento dos AIAs é afetado não só pela formação da martensita a partir da estrutura CFC, mas também pelas bandas de deformação. Essas bandas de deformação são mais estáveis e podem resistir ao recozimento até 800 °C numa região não recristalizada.

TOURKI e colaboradores (2005) mostraram a evolução da martensita induzida por deformação do aço AISI 304 em função da temperatura, em um ensaio de tração uniaxial, fixando a taxa de deformação em 10⁻³/s. Este estudo concluiu que quanto menores são as temperaturas, maiores são as quantidades formadas de martensita induzida por deformação e que a martensita α' tem grande influência no endurecimento dos AIAs e nas propriedades mecânicas convencionais, como limite de escoamento, limite de resistência, dureza e alongamento.

HAMADA e colaboradores (2013) verificaram que as propriedades mecânicas extraídas dos dados de tensão-deformação, para os aços AISI 201 e 201L, submetidos à tração uniaxial, são apresentados como uma função da temperatura e da taxa de deformação. É visto que a tensão de escoamento e a resistência à tração aumentam com a diminuição da temperatura, especialmente abaixo de 100 °C.

2.2.1.4 INFLUÊNCIA DA TAXA DE DEFORMAÇÃO

TALONEN e colaboradores (2005) estudaram o efeito da taxa de deformação nas propriedades de resistência e na transformação da austenita em martensita α' para os aços AISI 301LN e 304 para as faixas de 3×10^{-4} a 200 s^{-1} , submetidos à tração uniaxial. A conclusão foi que a transformação de fase induzida por deformação é altamente dependente do aquecimento adiabático, afetando diretamente a taxa de encruamento e o limite de resistência. Os AIAs deste estudo mostraram diferença significativa de comportamento para altas taxas de deformação, quando comparados a teste quase-estático ou taxas de deformação muito baixas.

HAMADA e colaboradores (2013) realizaram um ensaio de tração uniaxial nos aços 201 e 201L e verificaram que a tensão de escoamento é dependente da taxa de deformação, assim uma maior taxa de deformação resulta em valores mais altos para a tensão de escoamento. Foi possível concluir que o mecanismo de deslizamento de discordâncias controla a deformação inicial em todas as temperaturas. O aço 201L exibe uma fração de martensita ligeiramente superior ao aço 201.

2.2.1.5 INFLUÊNCIA DO MODO DE DEFORMAÇÃO

Na literatura, há estudos a respeito da transformação de fase dos AIAs metaestáveis por meio de diferentes modos de deformação, tais como: Ensaio de tração, ensaio de torção e ensaio de compressão.

PADILHA e Guedes (1994) concluíram que, durante o ensaio de tração de um AIAs 304, ocorre um gradiente de deformação e um gradiente de velocidade de deformação ao longo do corpo de prova, causando um considerável gradiente de temperatura. A quantidade de martensita α' formada em ensaio de tração aumenta com o aumento de deformação.

LEBEDEV (2000) mencionou que a deformação por tração em um AIAs 304, provoca a formação mais intensa de ambos os tipos de martensita, ϵ e α' , do que a deformação por torção e compressão, com a mesma deformação efetiva.

2.2.1.6 INFLUÊNCIA DA PRÉ-DEFORMAÇÃO

Uma série de estudos foi realizada para esclarecer os efeitos da pré-deformação e da taxa de deformação sobre o comportamento mecânico e evolução da microestrutura do aço inoxidável 304L, em um ensaio de tração uniaxial, sob a aplicação de algumas taxas de carregamento (entre 10^2 s^{-1} e 10^4 s^{-1}) em diferentes condições de temperatura. Os resultados indicaram que a movimentação de discordâncias, a transformação martensítica e movimentação dos contornos de macla desempenham papéis importantes no comportamento de deformação dinâmica do aço inoxidável pré-deformado 304L e a fração volumétrica de martensita formada é fortemente dependente da pré-deformação, taxa de deformação, estado de tensão e temperatura.

KIM e colaboradores (2012) pesquisaram o comportamento mecânico dependente da pré-deformação do aço inoxidável austenítico 304L, através da realização de ensaios de tração. Eles induziram diferentes quantidades de pré-deformação (5-22%), considerando uma variação de temperatura entre 110 K e 293 K, para proporcionar uma melhor compreensão do comportamento do material. No caso de pré-deformação à baixa temperatura, o limite de escoamento e o limite de resistência aumentaram rapidamente com a quantidade de pré-deformação induzida, mas o alongamento apresentou uma diminuição significativa, em comparação com avaliações a temperatura ambiente.

2.3 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS DA SÉRIE 200

A presença do Ni, como elemento de liga, aumenta significativamente o custo global do aço. Baseado em conceitos metalúrgicos, ligas com Mn, Cu, C e N também podem ser usadas para estabilizar a estrutura austenítica. Além disso, o nitrogênio tem um efeito significativo, geralmente benéfico, sobre o comportamento de endurecimento por deformação e propriedades mecânicas nestes tipos de AIAs. Diversos tipos de aço inoxidável baseado no sistema Fe-Cr-Mn-N (série 200), com baixo ou nenhum teor de Ni, foram desenvolvidos como uma alternativa para substituição do aço austenítico Cr-Ni (série 300), que possui um custo mais elevado. Aços da série 200 possuem aplicações na indústria automotiva, utensílios de cozinha e até mesmo para aplicações criogênicas. É conhecido que os aços inoxidáveis

austeníticos, que inicialmente possuem baixo limite de escoamento, são inadequados para aplicações estruturais, a menos que esta resistência seja aumentada por laminação a frio (KARJALAINEN, 2008). Com esse aumento, as estruturas se tornam mais leves e, portanto, há um interesse crescente para aplicações automotivas, combinando alta resistência e ductilidade.

Os aços inoxidáveis austeníticos da série 200 foram descobertos na década de 30. Embora a primeira caracterização em termos de composição química tenha ocorrido para um aço do tipo 205, os primeiros aços a serem classificados pela AISI (*American Iron and Steel Institute*) foram os aços 201 e 202, na metade da década de 50. Devido à uma escassez de níquel no mercado, os aços da série 200 tornaram-se populares na década de 70. O desenvolvimento da tecnologia AOD (*Argon oxygen decarburization*) permitiu a inserção de nitrogênio nestes aços, fazendo com que a produção dessa série fosse facilitada e mais barata (CHARLES, *et al.*, 2008).

Alguns aços, como por exemplo, os 201, 202 e 205 possuem propriedades mecânicas 30% superiores aos aços ABNT 304, permitindo que peças sejam confeccionadas com menor peso. Porém, ao se reduzir o teor de níquel no material, limita-se o valor máximo de cromo permitido e com isso, reduz-se a resistência à corrosão e limita suas aplicações em termos de oxidação e corrosão.

2.3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS AISI 201

O aço AISI 201 é um típico aço inoxidável austenítico da série Cr-Mn, em que seu custo corresponde a apenas um terço do aço 316L, preservando uma resistência à corrosão adequada.

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 201 e AISI 201L são metaestáveis e sofrem transformação martensítica após a deformação plástica, de austenita γ (CFC) em martensita α' (CCC), de forma direta, ou austenita γ (CFC) em martensita ϵ (HCP), seguida de martensita α' (CCC). A estabilidade da austenita está relacionada com a energia de defeito de empilhamento, que é principalmente dependente da composição química e da temperatura de deformação (VITOS, *et al.*, 2005). Além disso, a taxa de deformação, estado de tensão e tamanho dos grãos também desempenham papéis muito importantes na determinação do grau

de transformação martensítica na microestrutura final e nas propriedades mecânicas do material (TALONEN, *et al.*, 2005).

Na Tabela 2-3 são apresentadas as composições químicas aproximadas dos aços 201 e 201L (HAMADA, *et al.*, 2013), 201LN (SAEEDIPOUR, *et al.*, 2012) e para efeito de comparação, na Tabela 2-4 são apresentadas as composições para o aço 201 (OUTOKUMPU, 2013) e 201LN (ASM INTERNATONAL, 2008).

Tabela 2-3: Composição química dos aços 201 e 201L.

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

Fonte: (HAMADA, *et al.*, 2013) e 201LN (SAEEDIPOUR, *et al.*, 2012).

Tabela 2-4: Composição química dos aços 201.

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

Fonte: (OUTOKUMPU, 2013) e 201LN (ASM INTERNATONAL, 2008).

A partir das composições químicas apresentadas nas tabelas 2.3 e 2.4 verifica-se que o aço 201LN de SAEEDIPOUR e colaboradores (2012) possui maior teor de C e menor teor de N, quando comparado à composição do aço 201LN definida na ASM INTERNATIONAL (2008), portanto para este receber a referida classificação, deveria ter um maior teor de N. Já os teores de C e N para o aço 201 de HAMADA e colaboradores (2013) estão de acordo com a composição apresentada por OUTOKUMPU (2013). Com isto, conclui-se que alguns trabalhos da literatura podem fazer indicações de classificação que não são totalmente pertinentes, sendo importante ao fazer qualquer análise crítica deste ter atenção à composição propriamente dita.

A dureza e resistência ao desgaste do aço AISI 201 são relativamente baixos, o que limita as suas aplicações na fabricação de peças mecânicas para equipamentos de engenharia e máquinas, em que resistência à corrosão e resistência ao desgaste são requeridas. Muitas tentativas utilizando tratamentos de endurecimento na superfície destes materiais têm sido desenvolvidas com o objetivo de melhorar a resistência ao desgaste dos aços inoxidáveis austeníticos, sem deteriorar a resistência à corrosão.

TAVARES e colaboradores (2009) compararam as propriedades mecânicas de um aço do tipo 201 modificado (menores teores de Cr e N e adição de Cu) com um aço AISI 304. Os

autores estudaram um aço AISI 201 modificado pela substituição parcial de Ni por Cu (1,79%) e observaram a diminuição de ambas as formações de martensita, ϵ e α' . Foi possível concluir que a EDE do aço 201 modificado é consideravelmente mais baixa do que a do aço 304 e que a EDE do aço inoxidável AISI 201 e 201 modificado é bastante semelhante. Na Tabela 2-5 são apresentadas a composição química e as EDE's dos aços utilizados neste estudo (TAVARES, *et al.*,2009).

Tabela 2-5: Composição química e EDE dos aços 201 mod e 304.

Aço	C	Mn	Si	Cr	Ni	N	EDE (mJ/m ²)
201 mod	0,06	7,07	0,45	15,00	3,99	0,05	7,6
304	0,08	2,00	1,00	18,00-20,00	8,00-10,00	-	19,3

Fonte: (TAVARES, et al., 2009).

A resistência mecânica de um aço inoxidável austenítico da série 200, com elevado teor de nitrogênio, pode ser até 30% maior do que a do aço 304. Melhores propriedades de estampabilidade podem ser obtidas com baixas adições de nitrogênio, mas o teor de cromo tem que ser reduzido abaixo de 14-15% com o fim de preservar a estabilidade da fase austenítica, comprometendo as propriedades de resistência à corrosão.

2.4 REVERSÃO POR RECOZIMENTO

O refinamento de grão é um método eficaz para melhorar as propriedades dos materiais para aplicações estruturais. Assim, a produção de materiais com grãos ultrafinos melhora simultaneamente a resistência e ductilidade (SONG, *et al.*, 2006).

HAMADA e colaboradores (2015) concluíram que a reversão, por recozimento, de um aço inoxidável austenítico 201, laminado a frio, é uma forma eficaz refinar o tamanho de grão austenítico para a ordem de um micrômetro. O refinamento de grão incrementa a tensão de escoamento, o limite de resistência e o alongamento, além de promover a isotropia no material. Isto os torna superior ao aço 201 recozido convencional. Eles verificaram que em temperaturas abaixo de zero graus Celsius, a deformação induz um grau muito elevado de transformação martensítica, que diminui gradualmente com o aumento da temperatura de deformação até a temperatura ambiente, em que existe uma quantidade significativa de martensita α' (aproximadamente 26%) e também uma quantidade muito pequena de martensita ϵ (aproximadamente 1%). No entanto, a -80 °C, a quantidade de martensita α'

aumenta para 96%. A formação da martensita induzida por deformação ou plasticidade (efeito TRIP) é mais pronunciada na estrutura de grãos grosseiros. MOALLEMI e colaboradores (2011) verificaram que a fração volumétrica da martensita induzida por deformação, em um aço inoxidável 201, é aumentada com o aumento da redução de espessura e saturada a 35% de redução, que está associado à deformação de saturação (ϵ_c), com o valor de 0,4. É digno de nota que ϵ_c desempenha um papel importante na formação do tamanho de grão ultrafino que está atribuído a uma EDE mais baixa para o aço 201, em comparação com o aço inoxidável 301. Isto se deve ao fato do Ni ser parcialmente substituído por outros elementos austenitizantes, tais como Mn e N. Menores valores de ϵ_c resultam em uma maior fragmentação de martensita durante os passos subsequentes de laminação e isto leva a um aumento dos sítios de nucleação, durante a reversão da austenita. MOALLEMI e colaboradores (2011) também relataram que quanto maior a temperatura de recozimento, mais rápida será a taxa de reversão e que houve um aumento secundário na fração volumétrica de martensita, com o aumento do tempo de recozimento. 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.

Na Figura 2-4 é apresentada uma ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIA 201 (MOALLEMI, *et al.*, 2011).

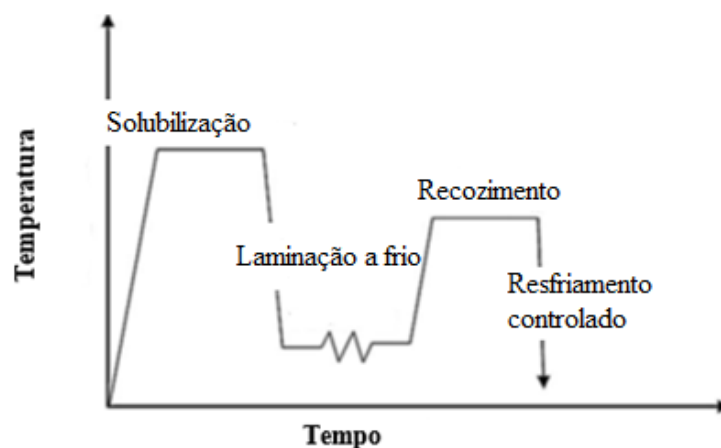


Figura 2-4: Ilustração esquemática do processo termomecânico para se obter a estrutura de grão nanométrica ou ultrafina para o AIA 201 (Adaptado de MOALLEMI, *et al.*, 2011).

Na Figura 2-5 observa-se que o aumento na taxa de dureza é relativamente maior para as deformações antes da saturação, devido à formação de martensita induzida por deformação durante a laminação a frio. Após a saturação, a dureza é ainda maior devido ao aumento da densidade de discordâncias e consequente endurecimento durante a deformação (MOALLEMI, *et al.*, 2011).

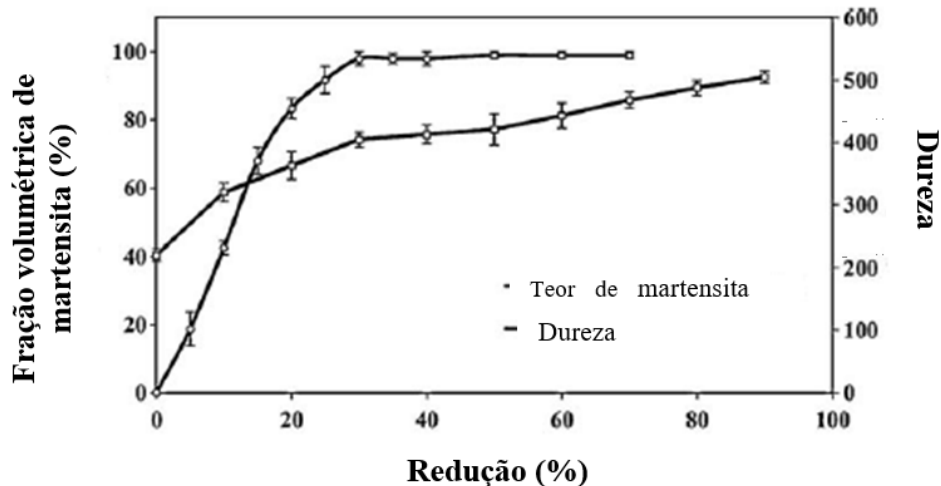


Figura 2-5: Efeito da redução de espessura na fração de martensita e dureza (Adaptado de MOALLEMI, *et al.*, 2011).

MOALLEMI e colaboradores (2012) investigaram a formação da estrutura de grãos ultrafina em um aço inoxidável austenítico 201 através do tratamento termomecânico repetitivo. Foi observado que após o primeiro recozimento, o tamanho de grão é eficazmente reduzido à dimensão de submicrométrica com uma microestrutura homogênea e contornos de grão distintos. A temperatura de recristalização deste AIA é em torno de 900 °C e o refinamento de grão é previsto para ser realizado em curto tempo de recozimento a esta temperatura (PADILHA, *et al.*, 2003). Por outro lado, devido à baixa EDE dos materiais da série 200, como resultado da substituição de Ni por Mn, a recristalização pode ser facilitada e, assim, o refinamento de grão é promovido. Após a segunda reversão, o tamanho do grão é ainda mais reduzido para aproximadamente 80 nm. Observa-se que o tamanho médio de grão, após a segunda reversão, é muito mais baixo do que a do primeiro recozimento. Isto deve-se ao fato de que a segunda laminação a frio é iniciada com um tamanho de grão menor, o que possivelmente restringe o crescimento dos grãos de martensita. Conseqüentemente, na segunda reversão, pequenos grãos de martensita levariam ao surgimento de menores grãos austeníticos (ESKANDARI, *et al.*, 2009).

A maioria dos materiais de estrutura nanométrica ou ultrafina possuem baixa ductilidade devido à fraca capacidade de endurecimento, o que reduz consideravelmente a ductilidade

antes do estiramento no ensaio de tração. Acredita-se que a capacidade de endurecimento do aço 201 com granulação ultrafina é intensificada pela transformação da martensita induzida plasticamente durante o ensaio de tração, exibindo uma maior deformação uniforme e bom alongamento (MA, *et al.*, 2005), uma vez que o decréscimo no tamanho de grão melhora a estabilidade da austenita e retarda a transformação martensítica induzida por plasticidade. O aço com grão ultrafino possui um menor endurecimento devido à uma menor transformação martensítica induzida por deformação.

SAMAEI e colaboradores (2015) estudaram a microestrutura e propriedades mecânicas de um AIA 201 microligado, contendo Nb e de granulação ultrafina. Verificou-se que a aplicação do microligante Nb inibe de forma eficaz o crescimento dos grãos e melhora as propriedades mecânicas. Isto sugere que os elementos microligantes podem ser usados para manter a microestrutura com grãos de tamanho ultrafino, obtidos nos tempos iniciais de reversão por recozimento e, portanto, para prevenir o crescimento abrupto de grãos, o que normalmente se observa no recozimento contínuo em aços que sofrem transformação martensítica induzida por plasticidade. O retardo do crescimento dos grãos no aço tratado por reversão é de alta vantagem para o controle do refinamento de grão, o que sugere que os microligantes podem ser usados na concepção de novos tipos de aços modificados. Na Tabela 2-6 é apresentada a composição química do AIA 201Nb investigado no estudo de SAMAEI e colaboradores (2015).

Tabela 2-6: Composição química do AIA 201Nb.

C	Mn	Si	Cr	Ni	Nb	Mo	P	S	N	Fe
0,08	6,1	0,48	16,2	4,1	0,3	0,1	0,030	0,01	0,038	Balanço

Fonte: (SAMAEI, *et al.*, 2015).

SADEGHPOUR e colaboradores (2013) estudaram o processo de transformação martensítica induzida por deformação, na formação de uma estrutura de grãos nanométricos ou ultrafinos, em um aço inoxidável austenítico 201L, contendo 0,12% em peso do elemento microligante Ti. Os resultados demonstraram um efeito promissor na adição de Ti sobre a formação da martensita α' . Além disso, verificou-se que a precipitação de carbonetos nanométricos ricos em Ti, durante a reversão, pode retardar o processo da mesma e suprimir o crescimento dos grãos em maiores tempos de recozimento. Na Tabela 2-7 é apresentada a composição química do AIA 201L estudado (SADEGHPOUR, *et al.*, 2013).

Tabela 2-7: Composição química do AIAs 201L.

C	Mn	Si	Cr	Ni	Ti	P	S	Fe
0,025	7,2	0,25	16,73	4,3	0,12	0,003	0,011	Balanço

Fonte: (SADEGHPOUR, et al., 2013).

CHALLA e colaboradores (2016) estudaram a influência da estrutura de grãos no mecanismo de deformação na reversão martensítica por cisalhamento na liga inoxidável austenítica Fe-16Cr-10Ni. A liga foi fundida a vácuo, laminada a quente e posteriormente laminada a frio até se atingir uma redução na espessura de 74% e, em seguida, recozida na faixa de temperatura de 800 a 925 °C por 10 a 100 s, usando um simulador termomecânico Gleeble 1500 a fim de se obter a estrutura austenítica NG/ UFG. Eles observaram que, com auxílio da microscopia eletrônica de transmissão, houve uma transição distinta no comportamento de deformação deste aço com granulação nanométrica (NG) quando comparado ao aço com granulação austenítica grosseira (CG). A deformação por maclagem contribuiu para a excelente ductilidade da liga de alta resistência NG, enquanto que o de baixa resistência, CG, apresentou uma ductilidade também muito boa, mas devido à transformação martensítica induzida por deformação. A mudança no mecanismo de deformação da martensita induzida por deformação para a maclagem em nanoescala, na estrutura NG, está relacionada ao aumento na estabilidade da austenita, com diminuição no tamanho do grão e é explicada em termos da relação de energia e deformação da austenita.

HE e colaboradores (2017) estudaram o efeito da precipitação de carboneto no comportamento mecânico e mecanismo de deformação durante a deformação a frio do AIAs metaestável (16Cr -10Ni), após laminação a frio repetitiva e recozimento para reversão. Este aço foi laminado a quente na faixa de temperatura de 900 – 1050 °C, seguido por tratamento de solubilização a 1100 °C durante 2 h e submetido a um resfriamento em água. Em seguida, foram realizadas 3 etapas de laminação a frio com redução de 60% e 2 tratamentos térmicos intermediários a 800 °C por 30 minutos, seguido de resfriamento em água. A etapa de recozimento final foi realizada através de aquecimento a 800 °C e 1000 °C por 30 minutos, seguido de resfriamento a ar. Após esse procedimento experimental, foi concluído que o recozimento final a 800 °C resultou em finos grãos de austenita (aproximadamente 2,3 μm de diâmetro) com precipitados de $M_{23}C_6$ uniformemente distribuídos, enquanto o recozimento a 1000 °C resultou em grãos de austenita grosseiros de aproximadamente 16,0 μm de diâmetro. Os mecanismos de deformação foram regidos por maclagem na amostra recozida a 1000 °C e martensita induzida por deformação na amostra recozida a 800 °C.

SUN e colaboradores (2018) analisaram a influência da taxa de aquecimento na reversão e o comportamento de deformação em um AIA 304 laminado a frio. Eles concluíram que ao aquecer este material com lentas taxas de aquecimento, como por exemplo, a taxas inferiores a 10 °C/s, as temperaturas A_i e A_f aumentaram com a taxa de aquecimento e a microestrutura formada foi de austenita uniforme e equiaxial, com grãos nano/ ultrafinos (100-500 nm), livre de defeitos, e martensita parcialmente não transformada, indicando que a reversão foi difusional. Quando a taxa de aquecimento foi aumentada para taxas acima de 40 °C/s, as temperaturas A_i e A_f mantiveram-se constantes, independentemente da taxa de aquecimento, indicando que a martensita induzida por deformação reverteu para austenita através do mecanismo de cisalhamento.

XU e colaboradores (2018) investigaram o efeito do recozimento na evolução microestrutural e nas propriedades mecânicas na reversão de fase do AIA 316LN. O material foi laminado à temperatura ambiente com 90% de redução na espessura e em seguida, foi recozido isotermicamente na faixa de temperatura de 600 a 1000 °C por 1 a 100 minutos, em um forno de resistência tubular sob atmosfera de argônio, finalizando o experimento com resfriamento em água gelada. Foi concluído que grãos finos/ ultrafinos de austenita foram nucleados na martensita α' e na austenita deformada e não-transformada, após o recozimento para reversão, e que a densidade dos contornos de grãos diminuiu, enquanto que o tamanho médio dos grãos aumentou gradualmente com o aumento da temperatura para 1000 °C e com o aumento do tempo de recozimento para 5 minutos.

2.5 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Materiais policristalinos são constituídos de grãos que possuem diferentes orientações cristalográficas entre si. É importante destacar que a textura se refere à orientação espacial da rede cristalina desses grãos, sendo definida como uma condição na qual a distribuição de orientações dos grãos de um policristal não é ao acaso (aleatória) (VIANA, 2003). A textura pode ser analisada como macrotextura, mesotextura e microtextura.

A macrotextura engloba os grãos no policristal, desconsiderando a localização espacial de qualquer grão ou a relação com os grãos vizinhos (FERRO, 2015). Esta técnica é bastante útil tendo em vista que é possível coletar informações cristalográficas de uma área relativamente grande da amostra apresentando, portanto, boa base estatística (GAUSS, 2015). SERNA

(2002) descreveu que a análise qualitativa da macrotextura é realizada através da identificação dos pólos na figura de pólos que pode ser obtida pelo mapeamento das intensidades de raios X ou nêutrons difratados pelas amostras. Uma das formas de se obter as medidas de macrotextura é via Difração de Raios X, utilizando um goniômetro de textura, sendo também passível de ser avaliada via EBSD (Difração de elétrons retroespalhados), porém para se ter equivalência com os dados de textura obtidos por raios X, é necessária a análise em várias áreas da amostra, de modo a obter informações de aproximadamente 2000 grãos (RANDLE & ENGLER, 2000).

A microtextura considera a orientação de cada grão da população que está relacionada a uma ou mais características da microestrutura, enquanto a mesotextura considera as relações de orientação entre grãos (desorientação ou geometria de contorno de grão). Na Figura 2-6 é apresentada uma relação esquemática entre macrotextura, microtextura e mesotextura (FERRO, 2015).

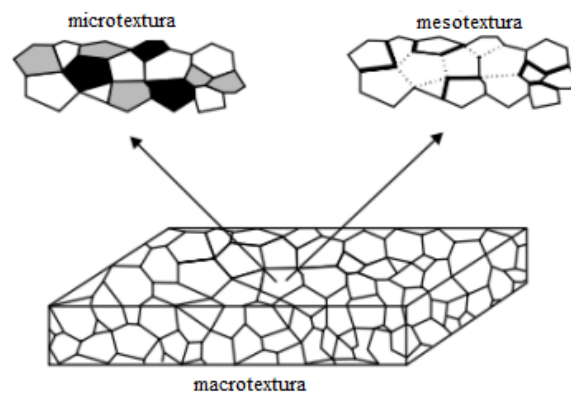


Figura 2-6: Diagrama esquemático que ilustra a relação entre macrotextura, microtextura e mesotextura (Adaptado de GODEC & JENKO, 2000).

A técnica de EBSD permite o estudo da orientação de grãos individualmente (microtextura) e a relação de orientação entre grãos vizinhos (mesotextura). Desta forma é possível conhecer a rede cristalina e determinar a orientação de domínios cristalinos, com resolução espacial de até 50nm (RANDLE & ENGLER, 2000). Esta técnica se baseia na análise dos padrões de difração das linhas de Kikuchi, com análise simultânea por computador e tornou-se viável para a realização de análises no MEV.

A análise consiste no fato da amostra ser posicionada em ângulos entre 70 e 80° com relação ao feixe de elétrons, sendo que os padrões de Kikuchi de alto ângulo formados são captados por uma tela de fósforo. A imagem gerada passa por um sistema de processamento sendo enviada a um meio de identificação automática dos padrões captados em que a imagem é submetida a uma transformação de Hough, de modo que as linhas retas presentes na imagem

dão origem a pontos únicos no espaço de Hough (SCHWARTZ, *et al.*, 2000). Por fim, tais pontos são identificados e a transformada de Hough inversa pode proporcionar linhas artificiais paralelas às bandas de Kikuchi (PINTO & LOPES, 2001).

Na Figura 2-7 é apresentado um arranjo experimental utilizado para análises de EBSD.

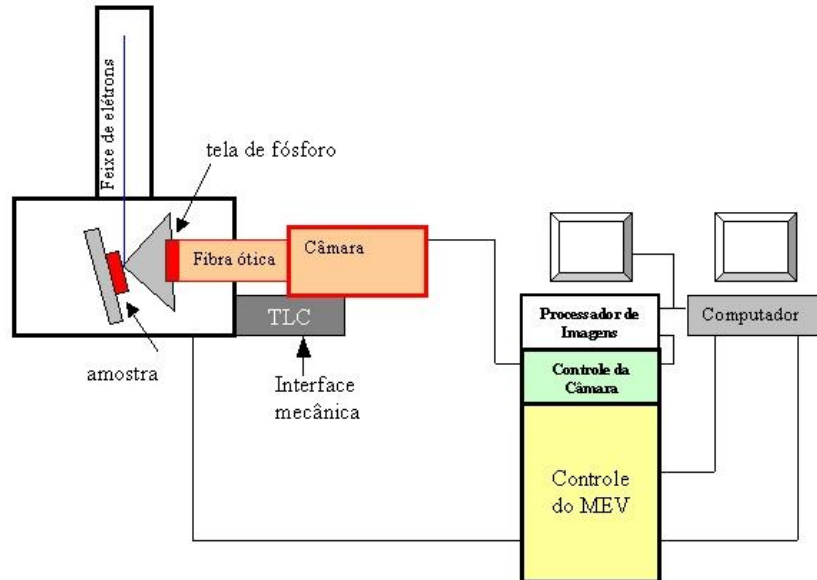


Figura 2-7: Arranjo experimental utilizado para análises de EBSD (Adaptado de PINTO & LOPES, 2001).

Pode-se chamar de microscopia por imagem de orientação (MIO) as diversas formas de reconstrução da imagem varrida e analisada por EBSD. A construção deste mapa permite a rápida constatação da presença de textura, possibilitando a sua associação imediata com a morfologia. Desta forma, tem sido possível obter evidências de inferências indiretas que têm sido feitas a partir da confrontação entre os dados de textura cristalográfica obtida por difração de raios X e micrografias óticas (PINTO & LOPES, 2001).

Na Figura 2-8 é representado o mapa de imagem de orientação (MIO) de um latão- α deformado em 6 % durante a laminação. Esta imagem possui diferentes cores atribuídas ao plano paralelo da amostra, em cada ponto de coleta, segundo um triângulo unitário de referência. Somente os pontos com índice de confiança (CI) $> 0,1$ devem ser considerados como pontos corretamente indexados (PINTO & LOPES, 2001).

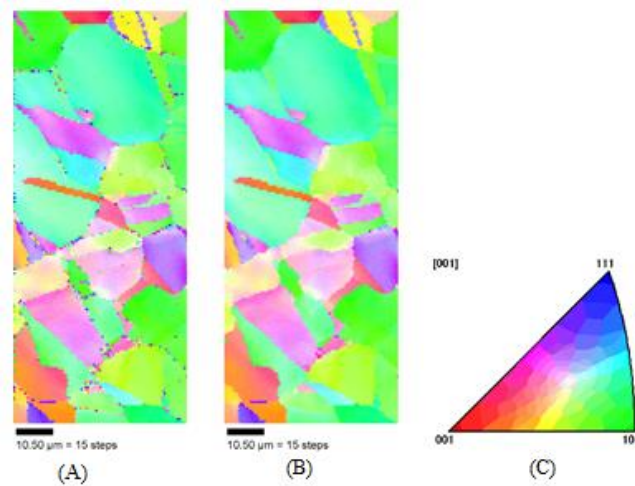


Figura 2-8: MIO de uma amostra antes do procedimento de tratamento dos dados coletados (A); Mesma região após tratamento dos dados (B); Triângulo unitário de referência das cores utilizadas (C) (Adaptado de PINTO & LOPES, 2001).

As diversas formas de representação da textura cristalográfica visam relacionar a orientação da célula unitária das redes cristalinas com os eixos macroscópicos da amostra. Para definir a cristalografia de um contorno do grão, torna-se necessário fazer uso de formas de representação que relacionem as células unitárias de grãos vizinhos e uma destas formas é através de um par eixo-ângulo capaz de levar uma rede cristalina à coincidência com a outra (RANDLE & ENGLER, 2000). Tal forma faz uso do fato de que sempre haverá pelo menos um eixo comum às duas redes cristalinas de uma mesma fase e uma vez escolhido um eixo comum, basta determinar o ângulo de rotação necessário para tornar as redes coincidentes. O par pode ser determinado matematicamente a partir dos ângulos de Euler de cada uma das redes, considerando que no sistema cúbico existem 24 diferentes formas de descrever uma orientação, sendo equivalente dizer que ao se considerar a desorientação entre dois cristais existe também 24 diferentes formas de descrever o segundo cristal. Soma-se a isso a equivalência dos sinais de orientação e têm-se $24 \times 24 \times 2$ descrições válidas para cada desorientação as quais contêm 24 diferentes ângulos de rotação. Assim, podem-se escolher quaisquer dois pontos onde a orientação tenha sido determinada pela análise dos padrões de Kikuchi e escolher um par eixo-ângulo que os relacione (geralmente escolhe-se o de menor ângulo). A partir disto, é possível construir uma função de distribuição de mesotextura (MDF – “*Misorientation Distribution Function*”), na qual se procura mostrar a distribuição dos pares num espaço cilíndrico, onde a base do espaço corresponde à uma projeção estereográfica e à altura corresponde ao ângulo de rotação, sendo comum não mostrar toda a projeção estereográfica, mas apenas um triângulo unitário (PINTO & LOPES, 2001). A representação de tal função é mostrada na Figura 2-9 e retrata a MDF de uma amostra de Inconel 625, em

que se pode observar a grande quantidade de contornos de macla (60° em torno de [111]) (PINTO & LOPES, 2001).

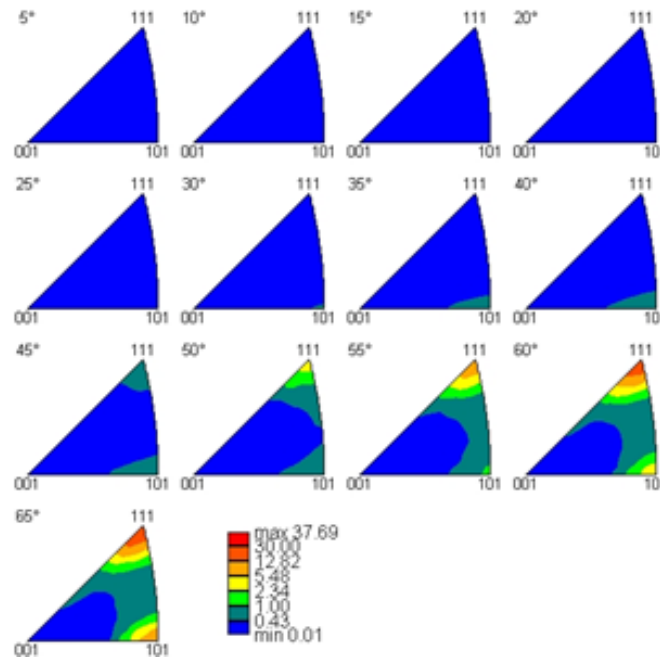


Figura 2-9: Função de distribuição de mesorientação de uma amostra de Inconel 625 (Adaptado de PINTO & LOPES, 2001).

2.5.1 MÉTODOS DE REPRESENTAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Existem métodos para representação da textura de um material, em que as orientações cristalinas presentes devem ser determinadas de algum modo, para isto, faz-se uso da Difração de Raios X e de Nêutrons, como também da técnica de EBSD. A seguir, é apresentada uma das maneiras mais comuns de se representar a distribuição das orientações medidas experimentalmente: A Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC ou ODF) (VIANA, 2003).

A ODF especifica a frequência de ocorrência de determinadas orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ em uma amostra do material. Em uma amostra sem textura, esta probabilidade é igual à unidade. Na ODF, a orientação de um cristal é definida por três ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos [100], [010] e [001] da célula cristalina do cristal, torna-os coincidentes com os eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal), respectivamente, da amostra do material. A notação mais usada para os ângulos de Euler foi proposta por Bunge, utilizando os ângulos

φ_1 , Φ e φ_2 . Para melhor compreensão, na Figura 2-10 é mostrado o tubo de um material CFC, laminado a frio, em 3D no espaço de Euler (VIANA, 2003).

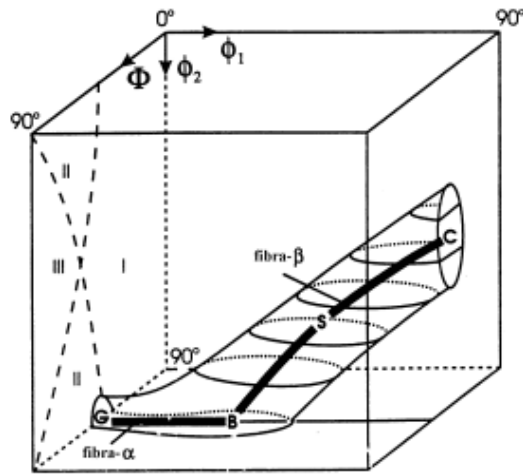


Figura 2-10: Tubo de um material CFC, laminado a frio, em 3D no espaço de Euler (Adaptado de VIANA, 2003).

Conforme observado, o tubo vai desde $(112)[1 -1 1]$, na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ até $(110)[1 -1 2]$, na seção de $\varphi_2 = 90^\circ$ (ou, simetricamente, até $\varphi_2 = 0^\circ$).

A ODF não pode ser medida diretamente, a citar como exemplo por DRX, contudo, seus coeficientes podem ser calculados a partir dos coeficientes das figuras de pólo diretas, que são obtidas diretamente via DRX. Na Figura 2-11 são representadas figuras de pólo diretas com curvas de isodensidade de chapas laminadas de aço laminado a quente para produção de folha de flandres e aço carbono laminado a frio e recozido (VIANA, 2003).

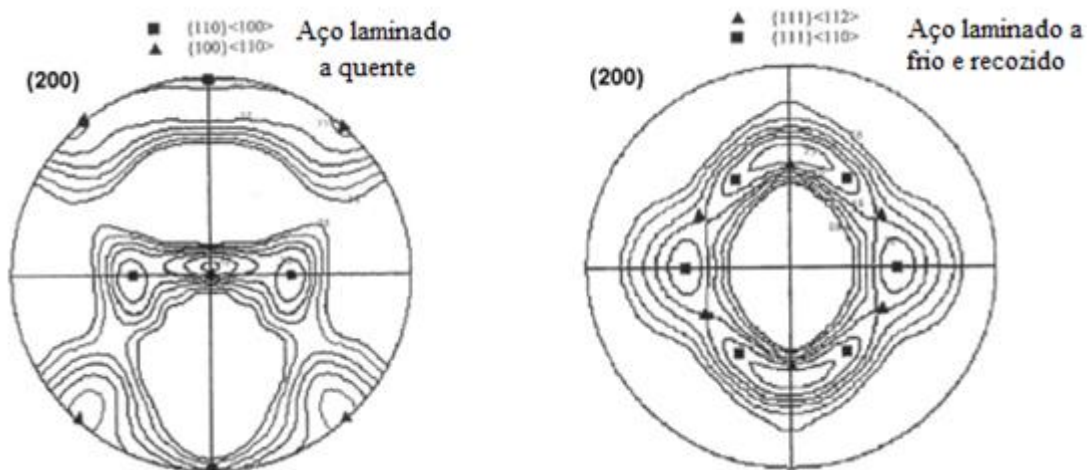


Figura 2-11: Figuras de pólos diretas (200) de chapas laminadas de aços com matriz CCC. Os pontos indicam componentes de textura (Adaptado de VIANA, 2003).

A literatura apresenta poucos trabalhos relacionados à textura cristalográfica de um aço inoxidável austenítico da série 300 e não existem trabalhos na série 200 na condição de recozido para reversão.

No que diz respeito à textura de um aço inoxidável austenítico da série 200, SOUZA FILHO (2017) analisou a macrotextura de um AIAs 201. Na Figura 2-12 é apresentada a evolução da textura cristalográfica da austenita (A) e da martensita α' (B), através das ODF's de um AIAs 201 laminado a frio, submetido à diferentes níveis de deformação (SOUZA FILHO, *et al.*, 2017).

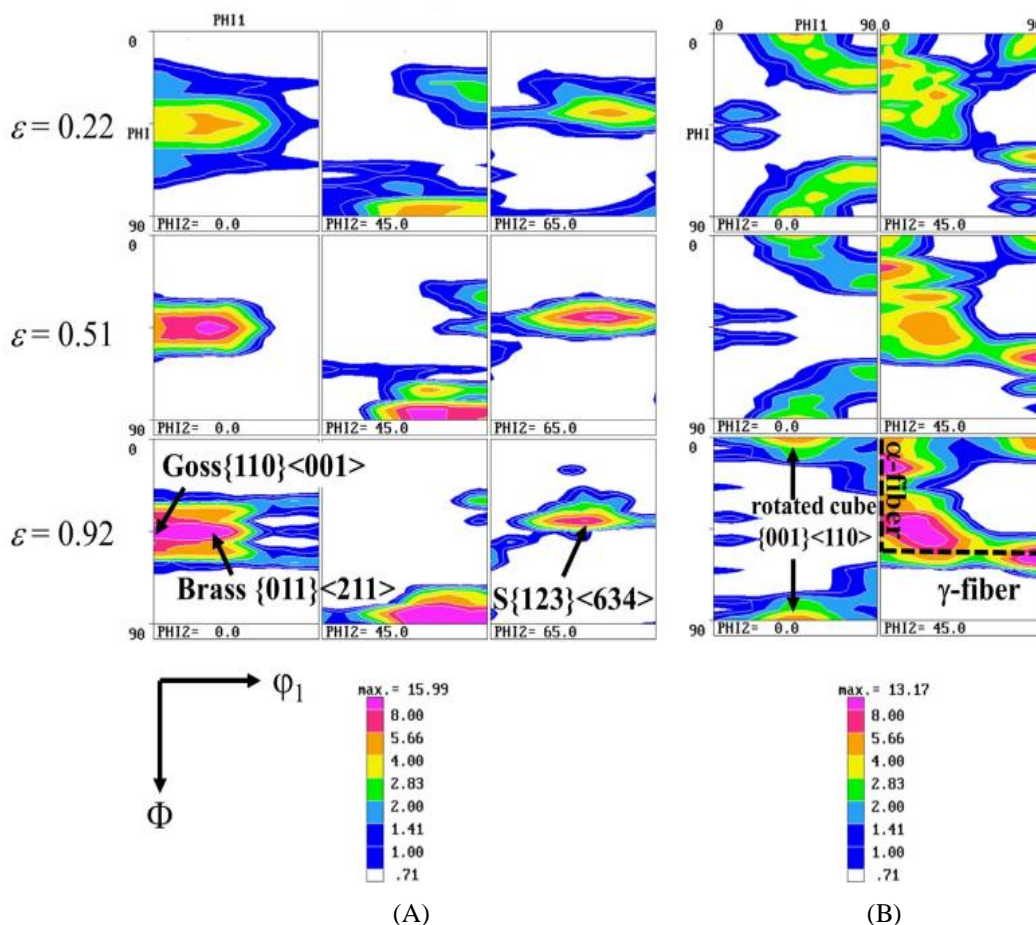


Figura 2-12: ODF's da austenita (A) e martensita α' (B) de um AIAs 201, para níveis de deformação de $\epsilon = 0,22$, $\epsilon = 0,51$ e $\epsilon = 0,92$ (SOUZA FILHO, *et al.*, 2017).

Observa-se que a representação é dada por $\varphi_2 = 0, 45$ e 65° (notação de Bunge). Em $\epsilon = 0,22$, a austenita desenvolve as componentes Goss $\{011\}\langle 100 \rangle$ e Brass $\{011\}\langle 211 \rangle$, pertencentes aos materiais CFC de fibra α , com intensidades de 4,00 e 5,66, respectivamente. Este mesmo nível de deformação apresenta também a componente S $\{123\}\langle 634 \rangle$. Já para uma maior deformação, $\epsilon = 0,51$, todas as componentes previamente observadas se fortalecem e a fibra- α -CFC se torna mais nítida. A componente Brass atinge uma intensidade máxima (15,99), enquanto Goss $\{011\}\langle 100 \rangle$ é de 5,66. Para o maior nível

de deformação, $\epsilon = 0,92$, o material apresenta as componentes Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ e Brass $\{011\}\langle 211\rangle$, com intensidade de 15,99, embora um espalhamento maior se torne perceptível em torno da fibra α . Em relação à componente S $\{123\}\langle 634\rangle$, para esta deformação, não são observadas alterações significativas.

Segundo CHOWDHURY e colaboradores (2005), um dos fatores que influencia fortemente a evolução da textura nos aços inoxidáveis austeníticos laminados a frio é a energia de defeito (EDE). Para estes materiais, com baixa EDE, espera-se que a componente Brass $\{011\}\langle 211\rangle$ se desenvolva (KUMAR, *et al.*, 2006).

TIAMIYU e colaboradores (2018) investigaram a evolução da textura, através da técnica de EBSD, em um AISI 321. Eles concluíram que a textura foi desenvolvida principalmente em amostras submetidas às temperaturas de recozimento de 650 e de 800 °C, no entanto, as amostras recozidas a 650 °C têm textura mais forte do que as amostras recozidas a 800 °C. O desenvolvimento de uma textura mais fraca nas amostras submetidas à maior temperatura de tratamento térmico é atribuído ao alívio da tensão residual nos grãos, dissolução dos precipitados nos contornos de grão e aumento na migração atômica ao longo dos contornos dos grãos. Além disso, nas amostras tratadas termicamente, com ambos os tempos de recozimento, observou-se que a orientação dos grãos martensíticos assumem as componentes Y $\{111\}\langle 112\rangle$ e Z $\{111\}\langle 110\rangle$, como orientações favoráveis para a nucleação de novos grãos de austenita, às custas do Cubo-R $\{001\}\langle 110\rangle$. Isto é mais pronunciado no tempo de recozimento a 650 °C.

3 MATERIAL E MÉTODOS

Este trabalho visou avaliar as características estruturais e mecânicas vinculadas a transformação martensítica induzida por plasticidade promovida por laminação a frio à temperatura ambiente e com pré-resfriamento em salmoura, e de sua reversão através de tratamento térmico de recozimento, empregues repetidamente em duas etapas, em um AIAs de grau ASTM 201LN. Para isto, foram utilizadas técnicas experimentais para a caracterização microestrutural e mecânica ao longo das etapas de processamento. Vale ressaltar que a nomenclatura das amostras utilizadas neste estudo, seguida de suas respectivas descrições, são apresentadas em anexo na seção 8.1.

3.1 MATERIAL

O material estudado consiste em um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, na forma de chapas fornecidas pela empresa APERAM South América com aproximadamente 5,00 mm de espessura na condição laminada a quente.

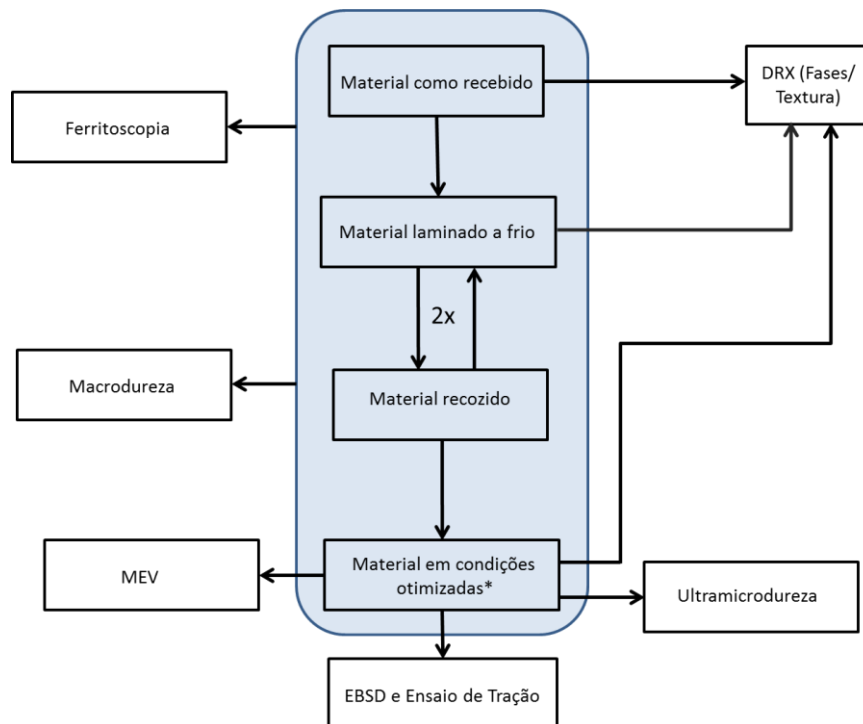
A composição química deste material está descrita na Tabela 3-1.

Tabela 3-1: Composição química (% em massa) do aço inoxidável austenítico ASTM 201LN fornecido pela APERAM South América.

Elementos (% em peso)	Valores	Elementos (% em peso)	Valores
C	0,03	Co	0,0463
Mn	6,9078	V	0,0428
Si	0,3088	Nb	0,0224
P	0,0381	Pb	0,0073
S	0,0009	B	0,0006
Cr	17,0043	Ti	0,0058
Ni	4,0093	Sn	0,0029
Mo	0,0188	W	0,0117
Al	0,0034	N	0,2000
Cu	0,0239		

3.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Na Figura 3-1 é apresentado um esquema com um resumo dos procedimentos experimentais realizados neste trabalho e descritos nos itens a seguir.



*Primeira etapa: 2 recozimentos de 750°C/ 15 min.

Segunda etapa: 1 recozimento de 750°C/ 15 min + 1 recozimento de 750°C/ 4 min.

Figura 3-1: Esquema com um resumo dos procedimentos experimentais realizados.

3.2.1 PROCESSAMENTO

A etapa de processamento se propôs a prover 2 etapas de trabalho mecânico a frio (via laminação a temperatura ambiente e com pré-resfriamento em salmoura, sob percentual otimizado de deformação) intercaladas por tratamento térmico de recozimento (sob condição de temperatura e tempo otimizados). Estas etapas de processamento foram motivadas pelos trabalhos de (MOALLEMI, *et al.*, 2011), (MOALLEMI, *et al.*, 2012), (BAGHBADORANI, *et al.*, 2015), (HAMADA, *et al.*, 2015) e (SHIRDEL, *et al.*, 2015). Enquanto o estudo da

influência da temperatura de entrada da chapa na laminação a frio, com uso de chapas a temperatura ambiente e pré-resfriadas em salmoura, visou avaliar o incremento de temperatura pelo trabalho a frio, a cada passe de redução na laminação, e sua influência no efeito TRIP. Bem como das modificações nas características estruturais e mecânicas do material submetido às rotas de processamento termomecânico adotadas.

3.2.1.1 LAMINAÇÃO

Inicialmente, o aço inoxidável austenítico ASTM 201LN, com dimensão de 8,5 cm x 4 cm (direção de laminação (DL) x direção transversal a laminação (DT)), foi laminado em temperatura ambiente e pré-resfriado a cada passe em salmoura (aproximadamente a -5 °C), com o intuito de investigar o comportamento da transformação martensítica induzida por plasticidade em temperaturas distintas em conjunto com a influência do incremento de temperatura a cada passe de redução devido ao trabalho mecânico a frio imposto. Neste estudo preliminar foram utilizados dezoito corpos de prova, com 4, 6 e 8 passes de laminação (sendo 6 corpos de prova para cada condição) e deformação com aproximadamente 10% de redução a cada passe. Tanto as amostras laminadas em temperatura ambiente, como as pré-resfriadas em salmoura tiveram suas temperaturas medidas imediatamente antes e após cada passe de redução na laminação, com o intuito de comprovar o principal objetivo da utilização da salmoura, diminuir o ganho de temperatura durante o processo de laminação.

Após o estudo preliminar, novos corpos de prova foram laminados segundo condições de laminação e de tratamento térmico otimizadas. Para isto, foram laminadas 4 amostras de dimensão de 8,5 cm x 4 cm (DL x DT), para cada condição definida ((i) uma sequência de laminação a frio, (ii) uma sequência de laminação a frio seguida de um recozimento, (iii) segunda sequência de laminação a frio e (iv) segunda sequência de laminação a frio, seguida de um segundo recozimento), tanto em temperatura ambiente como em salmoura, objetivando 8 passes para cada sequência de laminação, com 10% de redução a cada passe.

O processo de laminação foi realizado nas dependências do Laboratório de Tratamento Termomecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME) no laminador piloto FENN MFG, modelo D-51719:1973, o qual operou em configuração duo com cilindros de diâmetro 133,70 mm. Na Figura 3-2 está representado o laminador piloto que foi utilizado.



Figura 3-2: Laminador piloto FENN MFG, modelo D-51719 – IME.

3.2.1.2 RECOZIMENTO

Inicialmente as amostras laminadas a frio foram utilizadas para realizar os testes iniciais de recozimento a fim de se definir as condições otimizadas na primeira etapa deste estudo. Após a realização desta etapa, ficou evidente a necessidade de se realizar novos tratamentos térmicos com diferentes tempos de encharque para finalmente estabelecer a rota de processamento com as condições ideais de temperatura e tempo para reversão.

3.2.1.2.1 PRIMEIRA ETAPA

Com base no trabalho de (SHIRDEL, *et al.*, 2015), onde grão ultrafinos foram obtidos com 1 minuto a 800 °C e 10 minutos a 750 °C, e iguais ou superiores a 1 µm em 800 °C por 2,5 minutos e 750 °C por 15 minutos, foram realizados testes preliminares com as seguintes condições de recozimento para reversão a:

- 750 °C: 5, 10 e 15 minutos;
- 800 °C: 1; 2,5 e 5 minutos.

As amostras foram cortadas com dimensões de (2,5 cm) DL x (2,0 cm) DT, em uma máquina de corte do tipo discotom, com disco abrasivo de carbeto de silício e uso de líquido refrigerante/lubrificante, das dependências do laboratório de Metalografia da Escola de

Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda da Universidade Federal Fluminense (EEIMVR – UFF).

O tratamento térmico de recozimento de reversão foi realizado de acordo com as condições de temperatura e tempo apresentados na Tabela 3-2, obtendo uma amostra para cada condição, totalizando 36 amostras.

Tabela 3-2: Condições e número de amostras para o tratamento térmico de recozimento de reversão.

Temperatura/ Tempo	Amostras laminadas em temperatura ambiente			Amostras pré-resfriadas em salmoura		
	4 passes	6 passes	8 passes	4 passes	6 passes	8 passes
750 °C/ 5 minutos	1	1	1	1	1	1
750 °C/ 10 minutos	1	1	1	1	1	1
750 °C/ 15 minutos	1	1	1	1	1	1
800 °C/ 1 minuto	1	1	1	1	1	1
800 °C/ 2,5 minutos	1	1	1	1	1	1
800 °C/ 5 minutos	1	1	1	1	1	1

O tratamento térmico de recozimento foi realizado nas dependências do Laboratório de Cerâmicos do IME, em um forno da marca EDG modelo 3000. O tratamento de reversão foi realizado conforme configuração de um recozimento contínuo, em que o aquecimento e resfriamento são mais acelerados do que o recozimento em caixa. Primeiramente o forno vazio foi estabilizado na temperatura de encharque e então, com o auxílio de um termopar (modelo Fluke 51 K/J Thermometer), verificou-se o instante em que se atingiu essa temperatura no interior do forno na região onde as amostras foram acondicionadas. Com base em testes preliminares, foi registrado um tempo de aproximadamente 45 s para que o forno reestabilize a temperatura de encharque (750 e 800 °C) a cada vez que a porta do mesmo é aberta para a colocação das amostras em seu interior. Na Figura 3-3 estão representados o termopar e o forno utilizados neste processamento.



(A)



(B)

Figura 3-3: Equipamentos utilizados no primeiro processo de recozimento. (a) Termopar Fluke 51 K/J Thermometer e (b) Forno da marca EDG modelo 3000.

As amostras descritas na Tabela 3-2 foram submetidas a outras análises para se definir as condições otimizadas de tratamento térmico, que visou avaliar a proposta de se ter um significativo refinamento de grão. Para isto, fez-se uso de um forno mufla Quimis Q-138-M-24, localizado próximo ao laminador, pré-aquecido na temperatura de encharque para posterior introdução das amostras e contagem do tempo a partir do reestabelecimento da temperatura na zona quente do mesmo (aproximadamente 5 minutos). A aferição da temperatura foi feita através do termopar descrito anteriormente, que foi colocado no interior deste forno na região da zona quente.

De acordo com a seção 4.4 de resultados e discussão, as condições ótimas de tempo e temperatura para completa reversão, para o primeiro recozimento, foi de 750 °C por 15 minutos. Com base nesta observação, inicialmente adotou-se esta mesma condição de encharque para o segundo recozimento.

3.2.1.2.2 SEGUNDA ETAPA

Esta segunda etapa foi desenvolvida com o intuito de redefinir as condições de tratamento em função do tempo de encharque do segundo recozimento a fim de se obter um maior refinamento microestrutural, uma vez que o segundo recozimento a 750 °C por 15 minutos não se mostrou tão eficaz para se atingir este objetivo.

Neste processamento, as amostras laminadas na segunda sequência de laminação, tanto em temperatura ambiente (2LFTA) como pré-resfriadas em salmoura (2LFSA) foram novamente recozidas no forno mufla Quimis Q-138-M-24, com os tempos de encharque em 1; 2; 3; 4; 5; 7,5; 10 e 12,5 minutos.

Este procedimento atendeu ao mesmo critério do recozimento da primeira etapa: O forno foi pré-aquecido na temperatura de encharque para posterior introdução das amostras e a aferição da temperatura foi feita através do termopar colocado na zona quente deste forno.

3.2.1.3 CARACTERIZAÇÕES

As amostras que foram analisadas em cada técnica experimental, exceto o ensaio de tração uniaxial, foram preparadas metalograficamente seguindo as etapas resumidas na Tabela 3-3.

Tabela 3-3: Resumo das etapas de preparação das amostras para caracterização mecânica e microestrutural.

Etapas	Como realizado	Técnica
Corte	Máquina de corte Discotom com disco abrasivo de carbetto de sílicio.	Macro dureza e DRX
	Máquina de corte de precisão com disco diamantado e velocidade de 150 rpm.	MEV/BSED, MEV/EBSD, Ultramicrodureza
Lixamento	Preparação metalográfica com lixas de granulometrias de 220, 360, 600 e 1200 mesh.	Macro dureza e DRX
	Preparação metalográfica com lixas de granulometrias de 220, 360, 600, 1200 e 2000 mesh.	MEV/BSED, MEV/EBSD, Ultramicrodureza
Polimento	Polimento eletrolítico utilizando uma solução composta por 20% de ácido perclórico e 80% de álcool etílico absoluto à temperatura ambiente.	DRX, MEV/BSED, MEV/EBSD, Ultramicrodureza
Decapagem	Solução composta por 45% de água destilada, 45% de ácido nítrico e 10% de ácido fluorídrico, aquecida a 80 °C.	Ferritoscopia das amostras recozidas na primeira etapa
	Solução composta por 50 mL de ácido nítrico 65%, 50 mL de ácido clorídrico e 50 mL de água destilada.	Ferritoscopia das amostras recozidas na segunda etapa
Contraste	Ataque eletrolítico para revelar os contornos de grão e a morfologia das fases com uma solução composta por 10 g de ácido oxálico e 100 mL de água destilada, para as amostras laminadas (1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA) e uma solução composta de 50 mL de ácido nítrico 65% e 50 mL de água destilada, para as amostras CR e tratadas termicamente (1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4).	MEV/BSED e Ultramicrodureza

O tempo e a tensão utilizados para a realização do polimento e ataque eletrolíticos, seguidos das técnicas realizadas e as respectivas amostras, são apresentados na Tabela 3-4.

Tabela 3-4: Tempo e tensão utilizados para polimento e ataque eletrolíticos, seguidos das técnicas utilizadas e as respectivas amostras.

Amostras	Polimento eletrolítico	Ataque eletrolítico	Técnicas
Laminadas a frio e otimizadas na primeira e na segunda etapas	25 V por 25 s	Não houve	DRX
1LFTA 1LFSA 2LFTA 2LFSA	20 V por 20 s	20 V por 3 s	MEV/BSED
CR*	25 V por 15 s	1 V por 3 s	
1TTTA_15* 1TTSA_15*	20 V por 30 s		
2TTTA_4* 2TTSA_4*	20 V por 25 s		
CR	25 V por 15 s	Não houve	MEV/EBSD
1TTTA_15 1TTSA_15 2TTTA_4 2TTSA_4	20 V por 20 s		

*Após a preparação e realização da técnica de MEV/BSED, estas amostras foram submetidas à Ultramicrodureza.

3.2.1.3.1 QUANTIFICAÇÃO DE FASES POR FERRITOSCOPIA E DRX

A quantificação de fases foi avaliada para todas as condições em estudo, desde o estudo preliminar até as condições otimizadas, via Ferritoscopia e Difração de Raios X (DRX).

A técnica de Ferritoscopia é baseada em uma indução magnética, em que a amostra é submetida a um campo magnético que interage com a fase ferromagnética contida no material, implicando na geração de uma tensão correspondente à proporção desta fase. Nesta técnica, há a possibilidade de inserção de erros de medidas em amostras inferiores a 2 mm de espessura, pois o sinal de retorno é proporcional à espessura.

TALONEN e colaboradores (2004) destacaram que as medidas feitas por Ferritoscopia possuem um erro inerente à técnica, pois seu princípio operacional baseia-se na determinação da permeabilidade magnética do material, a qual é uma função da deformação imposta. Essa interferência justificaria a maior dispersão de resultados com o incremento da deformação imposta aos materiais. Por isso, segundo estes autores, uma curva de calibração seria necessária para converter os valores lidos do equipamento para valores reais e o fator

adequado para conversão das frações de martensita seria de 1,7 (TALONEN, *et al.*, 2004). Este método é mostrado na Figura 3-4, em que há uma correlação entre o fator de correção e a espessura das amostras (FEREZIN, 2016).

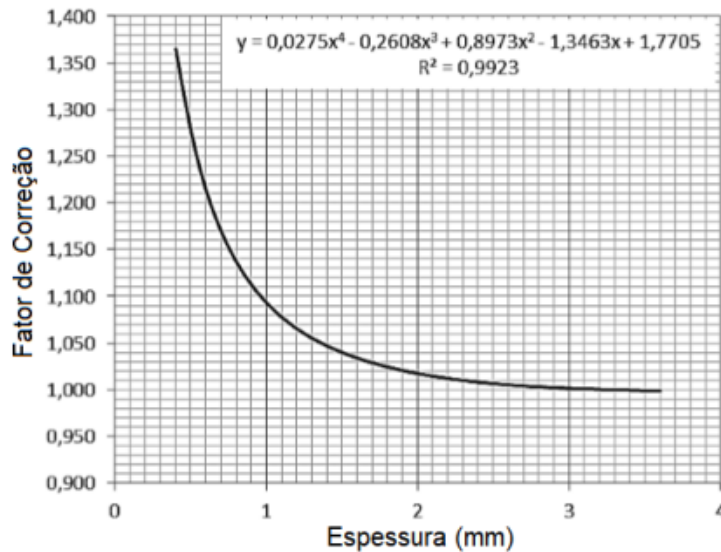


Figura 3-4: Fator de correção para análises de Ferritoscopia em função da espessura das amostras (FEREZIN, 2016).

LISCHKA (2013) em seu trabalho sobre o efeito do cobre e da deformação no efeito TRIP no aço AISI 304, utilizou um fator de correção da espessura (FC) multiplicado ao valor lido (FN_{medido}) baseado no manual de procedimento do ferritoscópio através da Equação 3-1.

$$FC = -0,158 \times \log(FN_{medido}) + 1,309 \quad \text{Equação 3-1}$$

O valor do número de ferrita corrigido (FN_{final}) se dá pela Equação 3-2:

$$FN_{final} = FN_{medido} \times FC \quad \text{Equação 3-2}$$

O valor do número de ferrita foi transformado em porcentagem de martensita α' (fase martensítica com propriedades ferromagnéticas formada nos aços inoxidáveis austeníticos) através da Equação 3-3:

$$\% \alpha' = 0,30475 + 1,0533 \times FN_{final} - 0,00438 \times (FN_{final}) \quad \text{Equação 3-3}$$

Para a execução desta técnica, não se faz necessária a preparação prévia após a laminação das amostras, porém após o tratamento térmico de recozimento, se fez necessário uma decapagem ácida para as amostras otimizadas na primeira etapa (solução composta por 45% de água destilada, 45% de ácido nítrico e 10% de ácido fluorídrico, submetida a um

aquecimento com uma temperatura de aproximadamente 80 °C) e uma decapagem ácida para as amostras otimizadas na segunda etapa (solução composta por 50 mL de ácido nítrico 65% e 50 mL de água destilada) com o objetivo de remover a camada de óxido formada durante este tratamento térmico. Apesar do óxido de cromo formado apresentar-se antiferromagnético à temperatura ambiente, e somente paramagnético em altas temperaturas, o mesmo é removido da superfície de forma a garantir que não ocorra perturbações nas medidas de Ferritoscopia que se dá pela indução de um campo magnético.

A técnica de Ferritoscopia foi realizada nas amostras associadas a todas as condições de estudo (CR, laminadas a frio e recozidas, tanto nos estudos preliminares como nas condições resultantes da otimização ao longo das etapas de processamento, primeira e segunda etapas).

Nas amostras laminadas a frio foram traçadas duas linhas centrais (horizontal e vertical) na superfície das amostras em relação à direção de laminação (DL) e direção transversal (DT), com distanciamento de 1 cm entre as medidas. Já as amostras otimizadas ao longo das etapas de processamento, foram cortadas nas dimensões (2,5 cm) DL x (2,0 cm) DT e tiveram as medidas realizadas em 6 pontos distribuídos ao longo destas amostras.

As análises foram efetuadas nas dependências da EEIMVR - UFF com o auxílio do ferritoscópio da marca FISCHER - FMP30 (Figura 3-5), cuja sensibilidade de detecção da fase ferromagnética varia desde 0,1 a 80%. Foi utilizado tanto para a quantificação da martensita α' neste trabalho a partir da calibração com padrões de ferrita. Admitiu-se neste trabalho que a única fase ferromagnética que estaria presente nas amostras seria a martensita α' após a caracterização (MEV, DRX e Ferritoscopia) do material em estudo, na condição como recebida (laminada a quente), e garantir que este não apresentava ferrita δ . Sendo a ferrita δ oriunda do processo de solidificação durante o lingotamento da liga e passível de ser eliminada durante o processo de homogeneização da mesma que se dá no reaquecimento da placa seguido da laminação a quente.



Figura 3-5: Ferritoscópio FISCHER - FMP30, para a quantificação de martensita deste estudo (Adaptado de ALVES, 2018).

Amostras de dimensão (2,5 x espessura x 2,5 cm – DL x DN x DT) na condição CR, laminadas a frio e as amostras otimizadas na primeira e na segunda etapas de processamento foram analisadas pela técnica de DRX. Esta técnica consiste em um feixe de raios X que incide sob a superfície de um material em análise com ângulos distintos (θ), sendo este em função da ocorrência de difração e é detectado por um detector que se desloca acoplado ao movimento da amostra com o dobro do valor do ângulo de incidência (2θ). Caso a posição θ atenda a lei de Bragg, o feixe incidente será difratado com uma intensidade em uma função do plano cristalino em que ocorreu a difração do material. Para o estudo das estruturas cristalinas, os métodos de difração permitem calcular a distância entre planos paralelos de pontos do reticulado cristalino, em função dos ângulos de difração, permitindo determinar os parâmetros do reticulado de um cristal. As medidas relativas à técnica de DRX, foram realizadas no laboratório de Difração de Raios X do IME utilizando-se o difratômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical, com um step size de 0,0197, ângulos inicial de 30,00° e final de 129,99° e tempo total de análise de aproximadamente 1 h e 7 min para cada amostra. Na Figura 3-6 é apresentado o difratômetro utilizado neste estudo.



Figura 3-6: Difratorômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical.

A análise quantitativa foi inicialmente realizada nas amostras laminadas a frio por dois métodos teóricos: Somatório dos picos de todas as fases e Método dos picos mais intensos de cada fase, utilizando os softwares Origin 8.0 e Dataviewer, respectivamente, e também pelo *software* TOPAS – Bruker 4.0, em que o refinamento do padrão de difração experimental utilizou o método de Rietveld. Este refinamento é realizado pelo método matemático de mínimos quadrados em função da diferença encontrada, de ponto a ponto, entre os difratogramas experimental e teórico (calculado). Para verificar a precisão do refinamento serão observados valores estatísticos como a qualidade do ajuste (GOF – *Goodness of fit*), que deve apresentar um valor menor ou igual a 2. A análise quantitativa das amostras otimizadas em condições ótimas foi realizada somente via TOPAS.

3.2.1.3.2 ANÁLISES MICROESTRUTURAL / MICROTETURAL E MACROTETURAL

A presente tese de doutorado utilizou as técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) através dos detectores de elétrons retroespalhados (BSED), com análises ao longo da espessura na linha de 1/4 e plano da chapa (somente a amostra CR) e de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD - *Electron Back Scatter Diffraction*), com análises ao longo do plano da chapa, para caracterização microestrutural e microtextural, respectivamente. O uso do detector de BSED, a partir da devida preparação metalográfica das amostras (conforme

Tabela 3-3 e Tabela 3-4), foi possível a partir de contraste de orientação, observar a microestrutura desenvolvida nas amostras em estudo em confronto com estado como recebido.

Foi utilizado a método do intercepto linear de Heyn para se determinar o tamanho médio de grão das imagens obtidas via MEV/BSED, para o material CR na espessura (linha de ¼) e no plano da chapa. Devido ao refinamento microestrutural das amostras recozidas na segunda etapa, esta avaliação do tamanho de grão foi conduzida via análise de MEV/EBSD somente.

Este método determina o tamanho de grão médio analisando o número de interseções presentes com os contornos de grãos e linhas retas de comprimento conhecido, traçadas sobre a imagem. Alguns critérios são importantes, a saber (TREMARIN, 2011):

- Quando se utiliza o método de Heyn e uma parte do final da linha de teste não atravessar completamente o grão, somente meia intersecção é contabilizada (0,5);
- Quando o final da linha de teste toca o contorno de grão, mas não o cruza, adiciona-se meia intersecção à contagem;
- Se a intersecção tangenciar o contorno de grão, a mesma é contada como meia intersecção;
- Uma intersecção que visualmente coincide com o contorno de grão na intersecção de três grãos conta-se como uma e meia (1,5);
- A contagem ou a intersecção com um contorno de dois grãos vizinhos conta-se uma intersecção.

Após a contagem das interseções, aplica-se a Equação 3-4.

$$N_L = \frac{N}{L_T/M} \quad \text{Equação 3-4}$$

Onde:

NL = número de interceptos por unidade de comprimento;

N = número de grãos ou contornos de grão;

L = comprimento da linha de teste em mm;

M = aumento da imagem;

O comprimento do intercepto médio linear ou tamanho de grão médio, em mm, é dado pela Equação 3-5:

$$L_{méd} = \frac{1}{N_L} \quad \text{Equação 3-5}$$

Neste estudo o método de Heyn foi aplicado da seguinte forma: A partir das micrografias geradas por MEV/BSED, tanto para a amostra CR na espessura como para a amostra CR no plano da chapa, quatro linhas (duas diagonais, uma horizontal e outra vertical), foram traçadas sobre as imagens. Os interceptos das linhas com os contornos de grão foram contabilizados e em seguida, aplicou-se as Equações 3.4 e 3.5. Para cada linha, foi obtido um valor de $L_{méd}$, então fez-se uma média destes valores para finalmente se calcular o valor do tamanho médio de grão, em mm, que posteriormente, foi convertido para μm .

A análise microestrutural via MEV/BSED foi realizada com o objetivo de examinar as amostras CR e as amostras das condições otimizadas. O MEV utilizado se refere ao modelo QUANTA 250 FEG - FEI, instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, que conta com detectores de elétrons secundários (SE), elétrons retroespalhados (BSED), difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e espectrômetro de energia dispersiva de Raios X (EDS), este dois últimos da Bruker. As micrografias obtidas com o detector de BSED foram adquiridas com tensão de aceleração de 20 kV (amostra CR) e 10 kV (demais amostras), abertura 5, spot size de 5.0 e distância de trabalho de 10 mm. Enquanto as medidas com detector de EBSD foram conduzidas com os seguintes parâmetros:

- 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: 10,53°;
- resolução do detector: 160 x 120;
- tempo de exposição e número de frames: 10 ms e 1, como limite de varredura de no máximo 60 minutos;
- contraste: 0,1;
- ganho: 96;
- aumento: 150 e 1000x (amostras CR no plano e na espessura) e 1500x (amostras recozidas);
- step size: 3,68 e 0,55 μm (amostra CR) e 0,38 μm (amostras recozidas);
- fase: austenita γ (CFC, parâmetro de rede igual a 3,57 Å).

Para a análise de macrotextura, se fez uso da técnica de DRX, realizada nas amostras CR, laminadas a frio e nas amostras submetidas às condições otimizadas ao longo das etapas de processamento. Foi executada no laboratório de Difração de Raios X do IME utilizando-se o difratômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical. Para a medição da textura cristalográfica foram utilizados um passo angular Φ e ψ de 5° , anodo de cobalto, filtro de ferro e detector PIXcel. Para a fase austenítica, que é CFC, foram analisados os planos (111), (200) e (220), que difratam nos respectivos ângulos 2θ de $50,91^\circ$, $59,48^\circ$ e $89,25^\circ$, de acordo com a Lei de Bragg. Os resultados experimentais foram corrigidos utilizando o *software* popLA até a obtenção das Curvas de Função de Distribuição de Orientações (ODF's) em notação de Bunge.

3.2.1.3.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Com o objetivo de se avaliar as propriedades mecânicas do aço investigado neste estudo, foram adotadas as seguintes técnicas: Macro dureza, Ultramicro dureza Instrumentada e Ensaio de Tração Uniaxial à temperatura ambiente.

3.2.1.3.3.1 MACRODUREZA

A macro dureza foi realizada em amostras com dimensão (2,5 cm em DL x espessura x 2,0 cm em DT) para todas as condições de estudo (CR, laminadas a frio, recozidas e para as amostras otimizadas).

De forma a entender o comportamento inicial do material em estudo sob distintos níveis de deformação (4, 6 e 8 passes de redução na espessura) na primeira etapa de laminação a frio, as amostras CR e laminadas a frio, foi utilizado o durômetro Rockwell C com penetrador cônico de diamante, pré-carga de 10 kgf por 15 s e uma carga de 150 kgf, instalado no laboratório de Ensaios Mecânicos do IME. A técnica consistiu em 10 medidas por amostra, ao longo do plano da chapa, para cada condição estudada.

Como a determinação de que 8 passes de redução na espessura seria a condição a ser adotada na primeira e na segunda sequência de laminação a frio (à temperatura ambiente e

pré-resfriada em salmoura), todas as amostras da rota de processamento (CR, laminadas e posteriormente recozidas e as amostras nas condições otimizadas na primeira e segunda etapas de processamento) tiveram a evolução da propriedade de dureza avaliada via Dureza Vickers, com o objetivo de verificar a influência da fração de martensita induzida por plasticidade e o efeito do recozimento para reversão nesta propriedade mecânica. Este ensaio é padronizado pelas normas ASTM E92 (*Standard Test Method for Vickers Hardness and Knoop Hardness of metallic Materials*). Para isto se fez uso de um durômetro Vickers, VEB Werkstoffprüfmaschinen (WPM), marca Heckert, modelo 308/43, origem Alemanha (Leipzig), instalado no laboratório de Ensaios Mecânicos da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (UFF). Foram realizadas 10 medidas ao longo do plano da chapa, para cada condição estudada.

3.2.1.3.3.2 ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA

Posteriormente, foi utilizado um ultramicrodurômetro instrumentado com indentedor Berkovitch (marca Shimadzu, modelo DUH-211S) (Figura 3-7), para a análise de Ultramicrodureza nas amostras CR e nas amostras sob condições otimizadas e tratadas termicamente, sendo que as medidas para cada condição foram realizadas na seção transversal associada à direção de laminação, em regiões a $\frac{1}{4}$ da espessura da amostra, utilizando cargas máximas de 1 e 20 gf e velocidades de carregamento de 0,15 gf/s para a carga de 1 gf e 1,36 gf/s para a carga de 20 gf, com 10 medidas para cada carga. O equipamento está instalado no laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da Universidade Federal Fluminense (UFF) em Volta Redonda / RJ.



Figura 3-7: Ultramicrodurômetro instrumentado, marca Shimadzu, modelo DUH-211S.

A técnica de Ultramicrodureza Instrumentada, além de permitir medir a dureza convencional Vickers, Knoop ou Berkovich, possibilita obter valores de propriedades que se correlacionam com módulo de elasticidade, limite de escoamento e ductilidade dos materiais a partir dos tratamentos dos dados extraídos de uma curva gerada no ensaio que relaciona a força aplicada e a profundidade de penetração do indentador na amostra.

O ensaio de indentação instrumentada é realizado em um equipamento que consiste em três componentes principais: sistema de indentação, atuador para aplicar a força e sensor para medir o deslocamento do penetrador. No processo de medição desta técnica, o penetrador é acionado para dentro do material, como demonstrado na Figura 3-8. Processos de deformação tanto elástica quanto plástica começam a ocorrer, provocando uma impressão com uma projeção (A_p) sobre uma área de contato (A_s) a qual tem a forma da superfície de contato entre o indentador e a amostra dependente da forma do penetrador, até uma profundidade de contato (h_c) e profundidade máxima ($h_{máx}$).

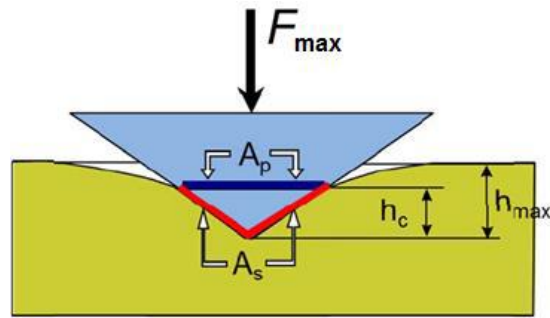


Figura 3-8: Indentador deformando o material e respectivas áreas de contato (A_s) e projeção (A_p) associadas à profundidade de contato (h_c) para uma força máxima (F_{\max}) que resulta numa profundidade máxima (h_{\max}) de indentação (Adaptado de TAYLOR, 2010; GURGEL, 2016).

A medição da indentação instrumentada, entre várias possibilidades de medida, inclui um ciclo de carga e descarga. Na Figura 3-9 é apresentado o gráfico típico de carga (F) de indentação *versus* o deslocamento (h) relativo à superfície antes da deformação, onde os dados foram obtidos através de um ciclo completo de indentação. As informações principais são: A penetração máxima (h_{\max}), a carga máxima (F_{\max}) e a profundidade final após a descarga ou indentação permanente (h_p) após a completa remoção da carga ($F=0$). Além da profundidade de contato (h_c) e a interseção da reta tangente à curva de descarregamento com origem na carga máxima (h_r) que corresponde a um retorno elástico perfeito (SHIMADZU *Instruction Manual*, 2009; GURGEL, 2016).

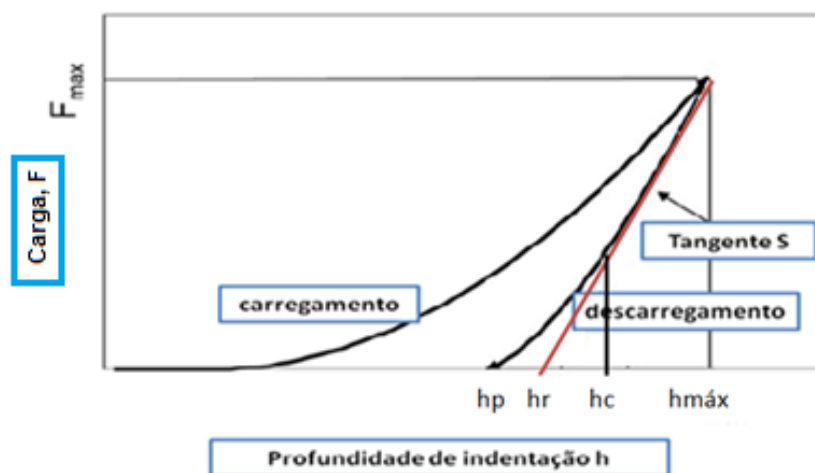


Figura 3-9: Curva da carga aplicada *versus* profundidade de indentação sob condição de carga e descarga em ensaio de ultramicrodureza instrumentada (Adaptado de TAYLOR, 2010; GURGEL, 2016).

Este ensaio é mais frequentemente utilizado para medir a dureza dinâmica (DH), porém também é possível estimar o módulo de elasticidade o qual está relacionado com o módulo de indentação com os dados recolhidos durante o teste. O módulo de indentação pode ser calculado a partir da inclinação da tangente utilizada para o cálculo da dureza de indentação e

é comparável com o módulo de Young ou módulo de elasticidade do material, como dito anteriormente (SHIMADZU *Instruction Manual*, 2009; GURGEL, 2016). Além de outras propriedades que são descritas a seguir.

A dureza dinâmica (DH) é obtida a partir da força máxima aplicada durante o processo de indentação e a profundidade resultante, onde pode se relacionar a profundidade máxima – $h_{m\acute{a}x}$ (dureza dinâmica elasto-plástica – DH-1) ou a profundidade associada ao perfeito retorno elástico - h_r (dureza dinâmica plástica – DH-2). Sendo esta uma propriedade que relaciona a deformação plástica e elástica de uma amostra, conforme representada pelas Equação 3-6 e Equação 3-7, e codificadas como DHT ou DHV em função do uso do indentador Berkovich ou Vickers, respectivamente.

$$DH - 1 = a \cdot F_{m\acute{a}x} / h_{m\acute{a}x}^2 \quad \text{Equação 3-6}$$

$$DH - 2 = a \cdot F_{m\acute{a}x} / h_r^2 \quad \text{Equação 3-7}$$

Onde:

$a = 3,8584$, para indentador Berkovich (triangular de 115°) e Vickers;

$F_{m\acute{a}x}$ = força/ carga máxima aplicada (mN);

$h_{m\acute{a}x}$ = profundidade máxima da indentação (μm);

h_r = Ponto de interseção da reta tangente com a curva de descarregamento (Figura 3-8) a partir da força máxima ($F_{m\acute{a}x}$) com o eixo horizontal vinculado à profundidade de indentação (μm).

Pode ocorrer uma mudança na profundidade de indentação quando está sendo medida a uma força constante e a mesma pode ser calculada. Este é um valor para a fluência da indentação (C_{it}) relativa ao material como mostrado na Equação 3-8:

$$C_{it} = [(h_2 - h_1) / h_1] \times 100 (\%) \quad \text{Equação 3-8}$$

Onde:

h_1 = profundidade da indentação no início da aplicação da carga máxima ($F_{m\acute{a}x}$);

h_2 = profundidade da indentação ao fim do tempo de espera na carga máxima.

Lembre-se que os dados de fluência da indentação (C_{it}) podem ser significativamente influenciados pelas variações térmicas. Sendo importante que as medidas sejam sempre feitas em ambientes climatizados com temperatura constante (SHIMADZU *Instruction Manual*, 2009; GURGEL, 2016).

No que se refere aos trabalhos, o trabalho plástico ($W_{plástico}$) é parcialmente consumido durante a indentação, pois a outra parte é consumida pelo trabalho elástico ($W_{elástico}$). De acordo com a definição de trabalho mecânico ($W = \int Fdh$) ambas as partes aparecem em áreas distintas, ou seja, $W_{elástico}$ é área abaixo da curva de descarregamento e o $W_{plástico}$ é a área entre as curvas de carregamento e descarregamento (Equação 3-9).

$$W_{total} = W_{elástico} + W_{plástico} \quad \text{Equação 3-9}$$

A dureza de indentação (H_{it}) é a medida da resistência à deformação permanente, isto é, momento no qual o esforço associado à penetração da ponta do indentador sobre a superfície do material deixa de ser simplesmente de natureza elástica e tem-se início a deformação plástica (SHIMADZU *Instruction Manual*, 2009; GURGEL, 2016).

A dureza da indentação (H_{it}) estaria associada qualitativamente à tensão limite de escoamento plástico e é calculada conforme a Equação 3-10.

$$H_{it} = F_{máx}/A_p \quad \text{Equação 3-10}$$

Sendo A_p a área da projeção do indentador associada à profundidade de contato do indentador na superfície do material, calculada conforme a Equação 3-11.

$$A_p = 23,96 \times h_c^2 ; \text{ para um Identador triangular } 115^\circ \quad \text{Equação 3-11}$$

O módulo E_{it} tem valores similares ao módulo de Young e é calculado pela Equação 3-12.

$$E_{it} = \frac{1 - (\nu_s)^2}{\left(\frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot A_p}\right) - \left(\frac{1 - (\nu_i)^2}{E_i}\right)} \quad \text{Equação 3-12}$$

Onde os sub-índices i e s são respectivamente correspondentes ao indentador e a amostra, tais como o módulo de Elasticidade (E_i) e os coeficientes de Poisson (ν_i e ν_s). O termo S se refere à rigidez do contato entre o indentador e a amostra, sendo calculado pela derivada (dF/dh) da curva de descarregamento da Figura 3-9.

3.2.1.3.3.3 TRAÇÃO UNIAXIAL

O ensaio de tração uniaxial é uma técnica relevante neste estudo, pois permitiu avaliar a capacidade da transformação martensítica em função do grau de endurecimento no AIA 201 para uma dada aplicação. Os corpos de prova foram confeccionados através da norma “*Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Material - Designation: E8/E8M - 13a*”, conforme descrito na Figura 3-10.

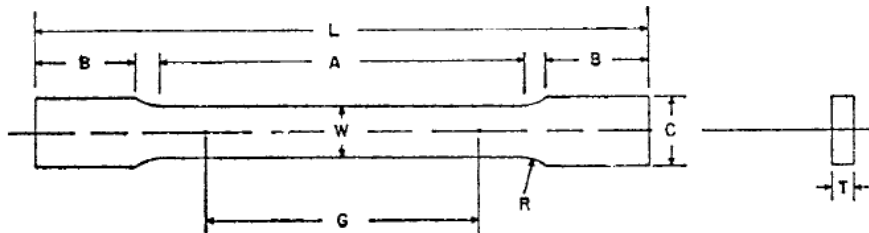


Figura 3-10: Corpo de prova reduzido para ensaios de tração (ASTM E8/E8M-13a, 2013).

Onde:

G – Comprimento útil 25 mm

W – Largura 6 mm

T – Espessura (até 6 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

Neste ensaio, foram analisadas as amostras CR e as amostras otimizadas que foram tratadas termicamente. Para cada condição, 3 corpos de prova (CP's) foram submetidos à ruptura. Em todos os CP's ensaiados, foram feitas marcações ao longo do comprimento útil, distantes 5 mm entre si, com o intuito de se medir o comprimento final após ensaio e calcular as deformações as quais o CP foi submetido. A velocidade de deslocamento do travessão foi de 3 mm/min e o ensaio foi realizado na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (UFF).

As propriedades mecânicas extraídas deste ensaio foram: LE (Limite de Escoamento), utilizando o método *off-set*, LRT (Limite de Resistência à Tração), AL (Alongamento Total) e n (Coeficiente de Encruamento), que é obtido através da linearização com a aplicação de

logaritmos da tensão e da deformação plástica verdadeiras, a partir dos dados obtidos em ensaio de tração uniaxial.

Os equipamentos utilizados foram duas máquinas universais de ensaios mecânicos, marca EMIC, modelo DL-2000 (capacidade máxima de 20 kN) e modelo DL-6000 (capacidade máxima de 600 kN). Devido à força máxima que as amostras mais espessas podem atingir, houve a necessidade de utilizar ambas as máquinas. A máquina modelo DL-2000 foi utilizada para ensaiar as amostras submetidas a duas sequências de laminação, já as amostras CR e as que foram submetidas à uma sequência de laminação, foram ensaiadas na máquina modelo DL-6000. Este ensaio foi executado sem extensômetro e, portanto, alguns ajustes foram realizados nas curvas Tensão x Deformação com o intuito de eliminar o efeito de deformação das máquinas. Para tal, esta tese baseou-se no trabalho de SILVA (2006) para calcular os alongamentos elástico e plástico, tensão e deformação total de engenharia e verdadeira, após a correção, além dos valores de rigidez das máquinas utilizadas, que foram de: 8000 (para as amostras CR e nas condições 1TT, ensaiadas na máquina DL-6000) e 5000 (para as amostras nas condições 2TT, ensaiadas na máquina DL-2000).

Na Figura 3-11 são apresentadas as referentes máquinas deste ensaio, com capacidade máxima de 20 kN (A) e de 600 kN (B).

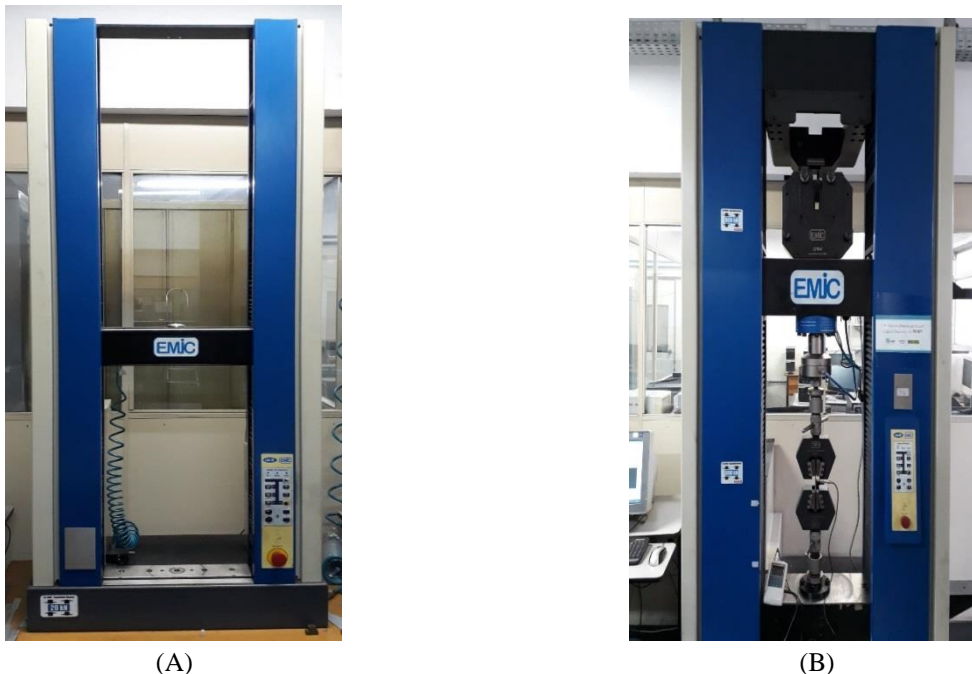


Figura 3-11: Máquinas universais de ensaios mecânicos, marca EMIC, modelo DL-2000 (A) e modelo DL-6000 (B).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A presente tese reuniu entre seus objetivos uma avaliação da evolução microestrutural, macro/meso e microtextural, além do estudo das propriedades mecânicas, através das técnicas de Ferritoscopia, DRX e MEV/BSED, juntamente com ensaios de tração e medidas de Dureza e de Ultramicrodureza instrumentada. Esta última permite a obtenção de diversas propriedades mecânicas e faz uso de um ultramicrodurômetro instrumentado. A apresentação dos resultados e sua respectiva discussão têm início a partir das amostras do material no estado como recebido, seguido dos processamentos descritos a seguir:

- Laminação a frio com condições prévias determinadas por (DA SILVA, 2017);
- Tratamento térmico segundo condições apresentadas por (SHIRDEL, *et al.*, 2015), que garantem um ótimo refinamento de grão;
- Primeira etapa de otimização: Definição das condições ótimas da primeira rota de processamento;
- Segunda etapa de otimização: Novos tratamentos térmicos a fim de se redefinir o tempo ótimo de encharque do segundo recozimento.

4.1 MATERIAL NO ESTADO COMO RECEBIDO

4.1.1 ANÁLISES COMPOSICIONAIS *VERSUS* TEMPERATURAS DE TRANSFORMAÇÃO E ENERGIAS.

Com o intuito de avaliar as temperaturas de transformação e energia de defeito de empilhamento do material em estudo, calculou-se os valores das temperaturas de transformação martensítica M_i e M_{d30} e da EDE a partir da composição química apresentada, segundo as equações apresentadas na seção 2.2:

$$M_i(^{\circ}\text{C}) = 1305 - 1665(\%C + \%N) - 28(\%Si) - 33(\%Mn) - 42(\%Cr) - 61(\%Ni) \quad \text{Equação 2-1}$$

$$M_{d30-ANGEL} (^{\circ}C) = 413 - 462(\%C) + \%N - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad \text{Equação 2-2}$$

$$EDE_{BROFMAN \text{ E } ANSELL} (mJ/m^2) = 16,7 + 2,1(\%Ni) - 0,9(\%Cr) + 26(\%C) \quad \text{Equação 2-4}$$

$$EDE_{PICKERING} (mJ/m^2) = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \quad \text{Equação 2-5}$$

Tabela 4-1: Valores das temperaturas de transformação martensítica e EDE calculados em função da composição química do aço 201LN em estudo.

Material	M _i (°C)	M _{d30} (°C)	EDE (mJ/m ²)	EDE (mJ/m ²)
		Angel	Brofman e Ansell	Pickering
201LN	-273,30	-23,45	10,59	3,01

O valor da EDE segundo a equação de Brofman e Ansell difere do valor de EDE da equação de Pickering. Da mesma forma, isto pode ser observado para os aços 201 e 201L de HAMADA e colaboradores (2013), conforme mostra a Tabela 4-2.

Tabela 4-2: Valores de EDE dos aços 201 e 201L.

Material	EDE (mJ/m ²)	EDE (mJ/m ²)
	Brofman e Ansell	Pickering
201	10,0	8,6
201L	9,95	3,7

Fonte: de (HAMADA, et al., 2013).

As equações empíricas apresentadas mostram a contribuição significativa dos elementos Cr, Ni e C na EDE de um AIAs. Observa-se uma maior contribuição do C na equação de Pickering. Para efeito de comparação, na Tabela 4-3 segue a composição química típica de um AIAs 304L da APERAM e na Tabela 4-4 são apresentados os valores das temperaturas de transformação martensítica e EDE calculados para este material.

Nota-se que ambas as temperaturas de transformação martensítica do aço 201LN (Tabela 4-1) encontram-se significativamente abaixo das calculadas para o aço 304L (Tabela 4-4), o que pode estar associado aos teores superiores de Mn neste aço em relação ao 304L (5,5 vezes superior) e de N (4 vezes superior) e suas contribuições em decrescer os valores calculados das temperaturas. Ao comparar a EDE do aço 201LN (Tabela 4-1) com a do aço 304L (Tabela

4-4) observa-se que a mesma é significativamente menor para o aço em estudo. Isto está associado à substituição parcial do Ni por outros elementos austenitizantes, tais como Mn e N. Pois os pesos ponderados em conjunto com seus respectivos percentuais em pesos destes elementos contribuem muito mais na redução do valor da EDE, através dos cálculos pela equação de Pickering, quando comparado ao Ni.

Tabela 4-3: Composição química típica de um AIAs 304L da APERAM.

Elementos (% em peso)	Valores	Elementos (% em peso)	Valores
C	0,0196	Co	0,1760
Mn	1,2617	V	0,0490
Si	0,4911	Nb	0,0086
P	0,0378	Pb	0,0008
S	0,0008	B	0,0005
Cr	18,0363	Ti	0,0039
Ni	8,0837	Sn	0,0053
Mo	0,1351	W	0,0191
Al	0,0041	N	0,0509
Cu	0,1761		

Tabela 4-4: Valores das temperaturas de transformação martensítica e EDE para um AIAs 304L da APERAM.

Material	M _i (°C)	M _{d30} (°C)	EDE (mJ/m ²)	
		Angel	Brofman e Ansell	Pickering
304L	-117,91	39,54	16,92	22,10

Ao se estimar a temperatura M_i (Equação 2-1) dos aços 201LN e 304L os valores apresentaram-se abaixo do zero Kelvin absoluto (-0,15 °C) para o aço 201LN, desta forma a equação utilizada não é válida para estimar a temperatura M_i na faixa de composição desta liga. Com o intuito de se estimar esta temperatura e criticar a equações anteriores, as Equação 4-1 e Equação 4-2 foram utilizadas (KING; LARBALESTIER, 1981).

$$M_i [K] = 1578 - 41,7(\%Cr) - 6,1(\%Ni) - 33,3(\%Mn) - 27,8(\%Si) - 36,1(\%Mo) - 1667(\%C + \%N) = 221,91 K \text{ ou } 51,09 \text{ °C} \quad \text{Equação 4-1}$$

$$M_i [K] = 1455 - 36,7(\%Cr) - 56,7(\%Ni) - 1455(\%C + \%N) = 269,65 K \text{ ou } - 3,35 \text{ °C} \quad \text{Equação 4-2}$$

Observa-se que a Equação 4-2 não considera o Mn, portanto não se pode garantir que este M_i seria válido para a composição da presente liga, uma vez que a concepção do AIAs 201 se baseia na estabilidade da austenita devido à existência de um determinado percentual de

manganês. Em ambas as equações o C e N contribuem de forma significativa, porém na Equação 4-1 há uma contribuição de outros elementos de liga, tais como Si e Mo.

A composição química dos aços 201Nb e 201L estudados por (SAMAELI, *et al.*, 2015) e (SANDEGHPOUR, *et al.*, 2013) contêm, respectivamente, os microligantes Nb e Ti, como é apresentado nas tabelas 2.6 e 2.7. Eles verificaram que a precipitação de carbonetos nanométricos ricos em Ti pode retardar o processo desta precipitação durante a reversão e suprimir o crescimento dos grãos em maiores tempos de recozimento. Já o Nb é capaz de inibir o crescimento dos grãos e melhorar as propriedades mecânicas do material.

Ao comparar a composição química do AIA 201LN estudado (Tabela 3-1) com os aços mencionados acima, observa-se que os teores de Nb e Ti são bem menores no material em estudo, e portanto, é previsto que o mesmo não terá a capacidade de inibir o crescimento de grãos para maiores tempos de recozimento.

4.1.2 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DAS FASES

O material no estado como recebido (CR) foi avaliado pela técnica de Difração de Raios X para identificação e quantificação das fases presentes. O difratograma do aço 201LN nesta condição inicial está disposto na Figura 4-1.

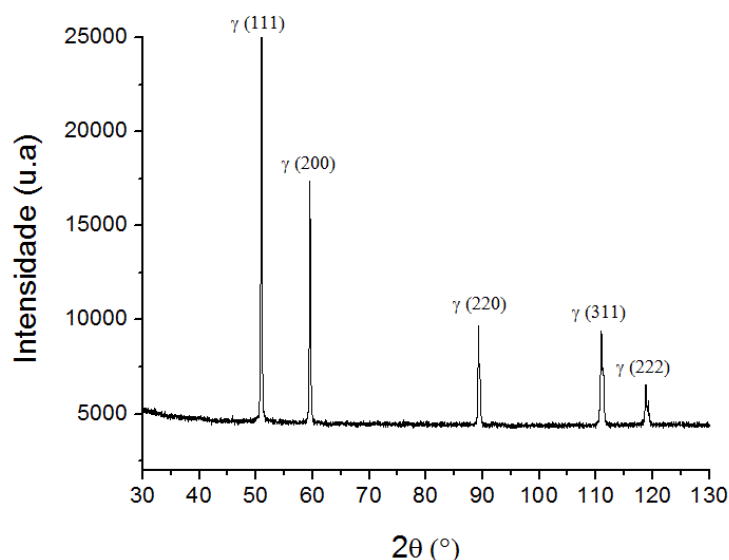


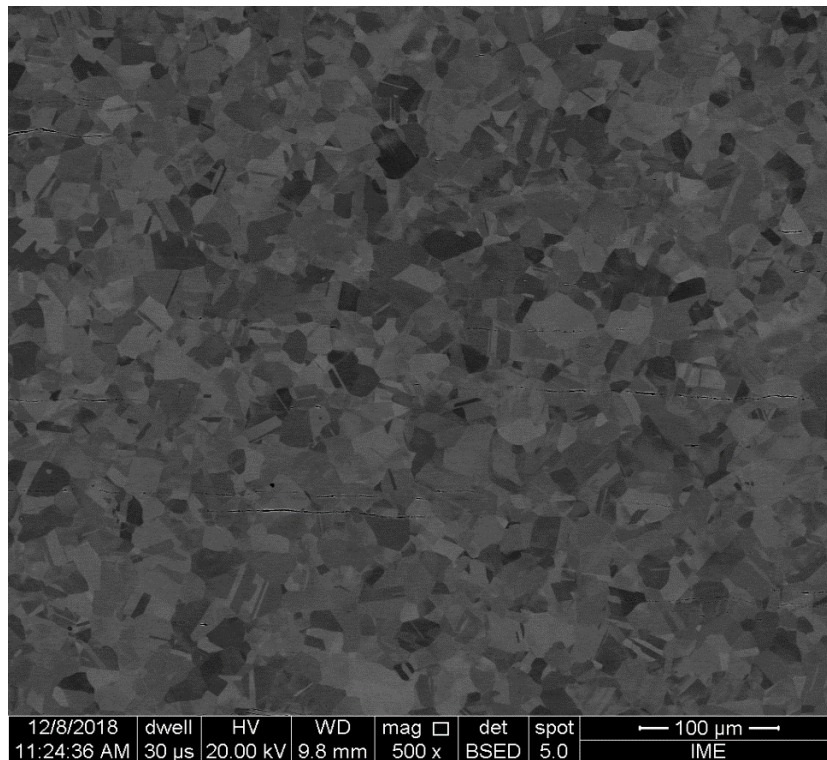
Figura 4-1: Difratograma do aço 201LN na condição como recebida (CR) obtido com radiação de Co K α .

A amostra como recebida apresentou somente picos associados à austenita, sendo o primeiro deles referente ao plano (111), o mais intenso. Não foram identificados picos

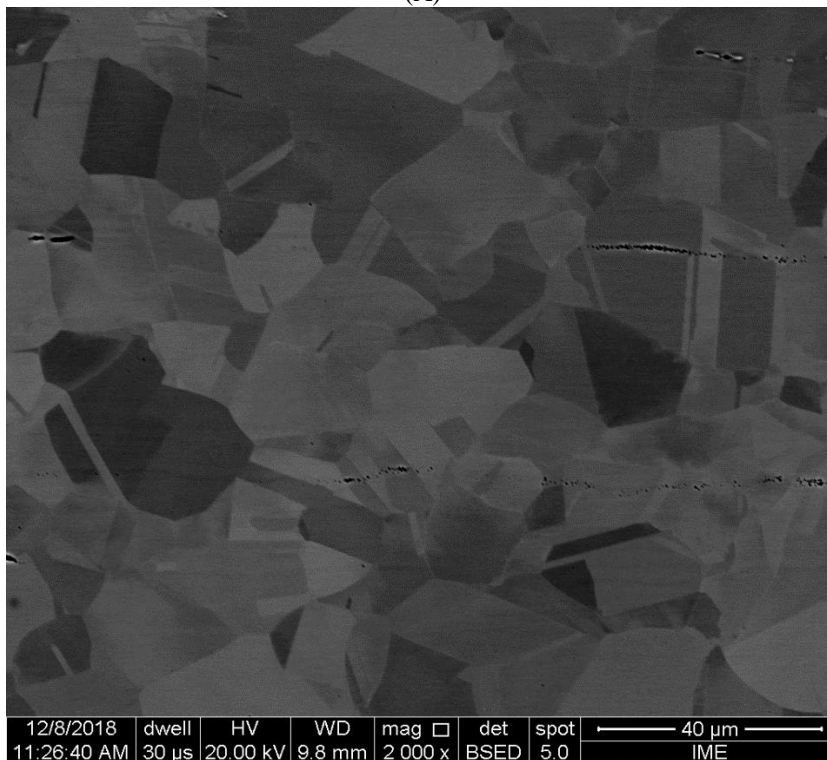
associados à martensita (α' e ϵ) e à ferrita delta, fases que poderiam ter sido induzidas ou remanescentes de alguma etapa de processamento prévia (solidificação no lingotamento contínuo) para obtenção do material laminado a quente. A quantificação das fases foi realizada pelas técnicas de Ferritoscopia e DRX. Pela primeira técnica encontrou-se um percentual residual de martensita de 0,12%, enquanto que pela segunda, este aço foi considerado 100% austenítico, uma vez que nenhum pico associado à martensita foi identificado. A diferença de resultados entre as técnicas deve-se à metodologia de medição, pois a Difração de Raios X avalia uma camada superficial na ordem de micrometros, enquanto que a Ferritoscopia abrange um maior volume do material. Além disso, as amostras avaliadas na análise de Ferritoscopia não passaram por nenhuma preparação prévia de modo a remover a camada original da superfície do material, enquanto que para a DRX a mesma foi lixada e posteriormente submetida ao polimento eletrolítico. Neste caso, o lixamento e polimento adotados pode ter removido alguma camada de martensita induzida superficialmente no material devido a alguma operação de bobinamento ou desbobinamento da chapa durante a etapa de coleta de amostras para este estudo. Outra questão para esta diferença pode estar associada à detecção do ferritoscópio, uma vez que a mesma se limita a registrar valores de 0,1 a 80% de fase ferromagnética.

4.1.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Os detectores de elétrons retroespalhados (BSED) e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD), via microscopia eletrônica de varredura, foram utilizados com o intuito de identificar os aspectos microestruturais do material e correlacioná-los com os resultados de DRX. As micrografias são apresentadas na Figura 4-2 com um aumento de 500x (A) e com um aumento de 2000x (B).



(A)



(B)

Figura 4-2: Micrografia do aço 2011LN na condição como recebida, obtida com uso do detector de elétrons retrospalhados/MEV, com um aumento de 500x (A) e com um aumento de 2000x (B).

No que diz respeito à análise de MEV/EBSD, na Figura 4-3 são apresentados os resultados da amostra CR, analisada ao longo do plano da chapa com um aumento de 150x, obtidos pelo *software* de EBSD Esprit 1.9.4: Mapas de orientação dos grãos (A), informações

sobre o tamanho de grão (B) e ODF's (C). Para todas as amostras analisadas, os parâmetros utilizados por este programa foram: Resolução em pixels de 540 x 466, que está associado ao aumento adotado na varredura para determinação da distância do passo (*step size*), destacado nas micrografias resultantes da microscopia de imagens de orientação por “Px” em μm), tempo de exposição de 10 ms e ângulo de 15° para os contornos de grão.

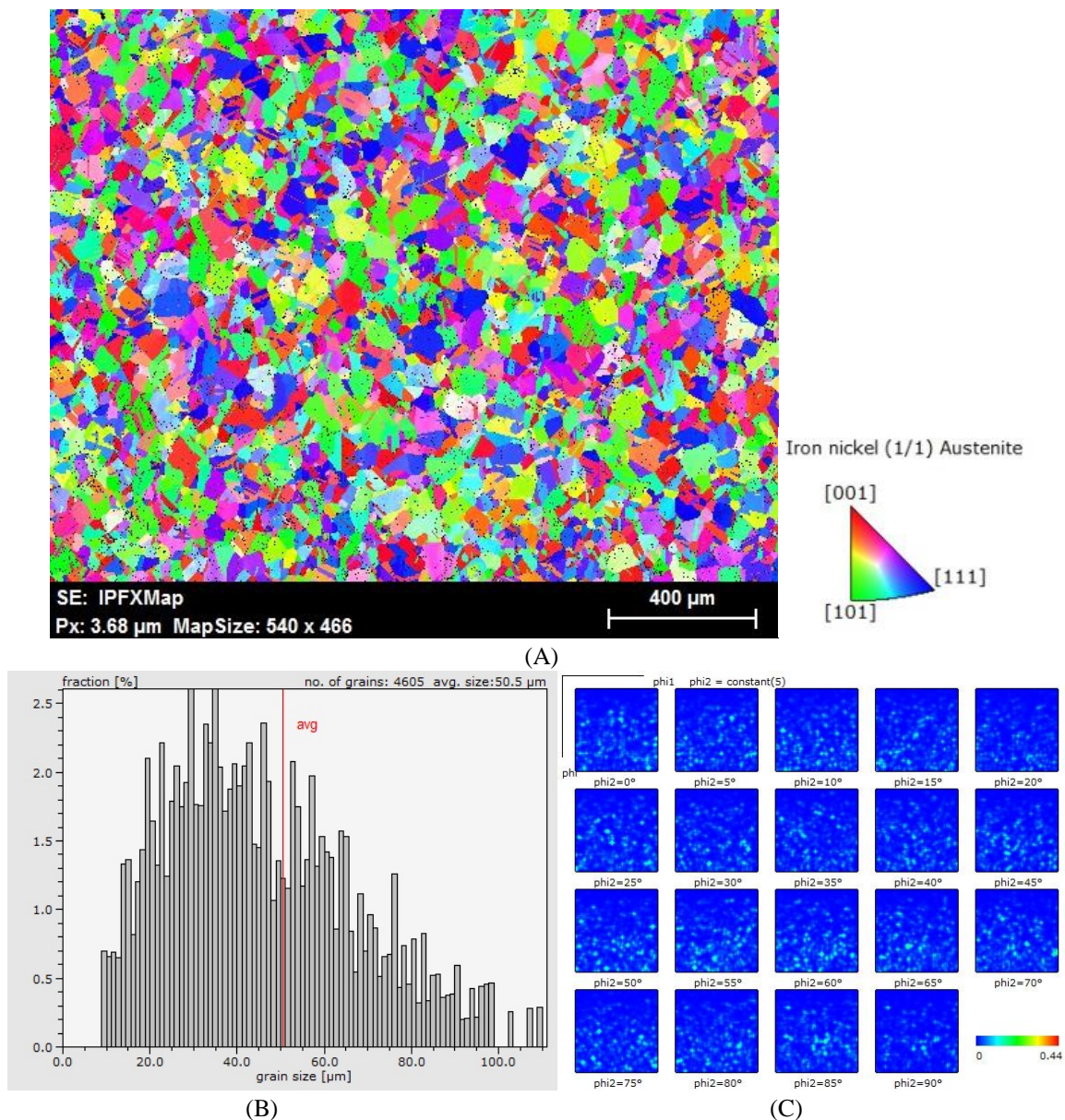


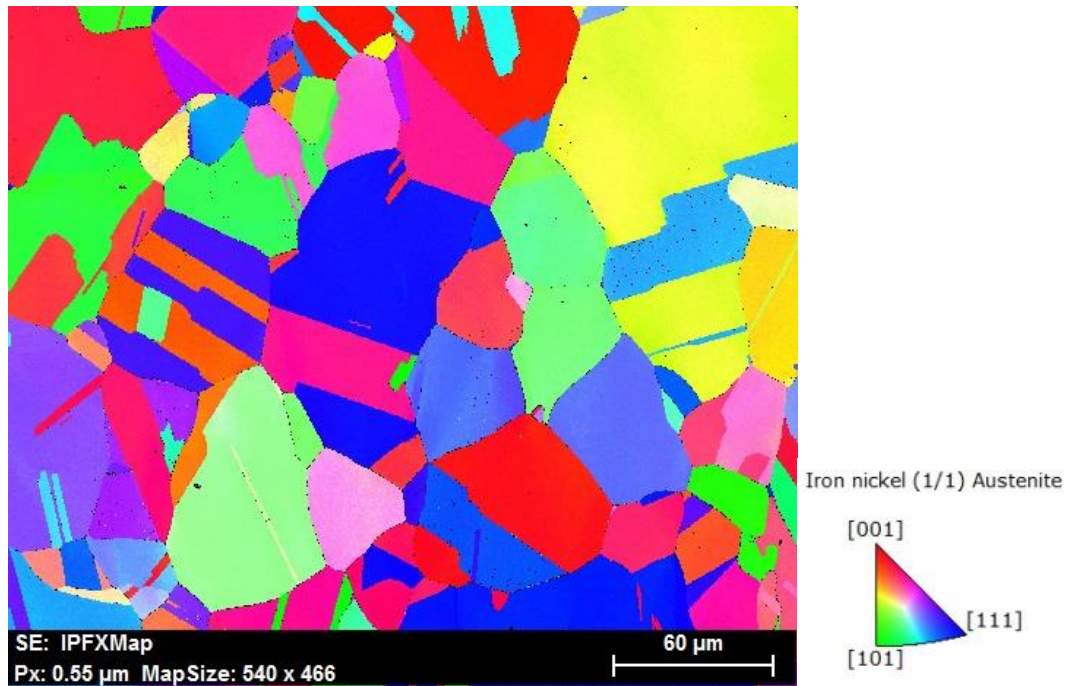
Figura 4-3: Informações obtidas pelo *software* Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra CR no plano da chapa.

Ao analisar os MIO's da amostra CR ao longo do plano da chapa notou-se que a amostra apresenta somente grãos equiaxiais de austenita e que alguns grãos possuem maclas visíveis. No que se refere ao tamanho de grão, o método quantitativo de Heyn foi aplicado, sendo

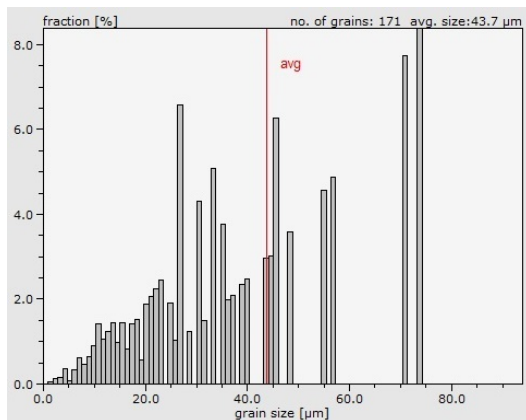
encontrado um valor de 17,75 μm , o que difere do valor registrado pelo Esprit (média de tamanho de grão de 50,5 μm), figura B. A diferença do método de Heyn para o método computacional consiste na imprecisão do método, uma vez que este último é mais confiável pela natureza da técnica de identificação dos grãos a partir da detecção ponto-a-ponto da orientação cristalográfica / estrutura da região analisada na microestrutura.

Na Figura 4-3C são apresentadas as ODF's obtidas pelo programa Esprit. De modo similar ao DRX, as análises foram realizadas em Φ 0 e 45°. Neste caso, não há ocorrência considerável de textura preferencial, com alta distribuição de intensidades entre os componentes cristalográficos, todos com baixa intensidade.

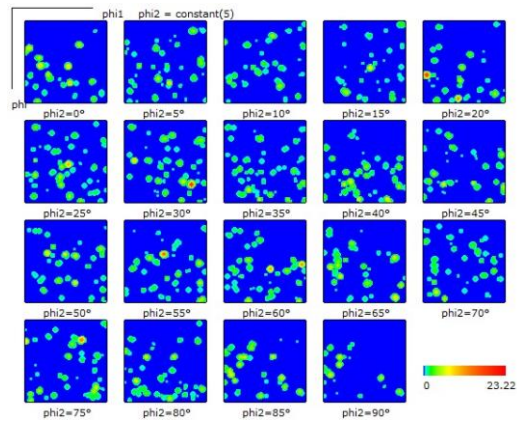
De modo a comparar o mapa de orientação de grãos, tamanho de grão e textura da amostra CR analisada ao longo do plano, a amostra CR também foi analisada ao longo da sua espessura, com um aumento de 1000x. Na Figura 4-4 são apresentados os resultados desta amostra, obtidos pelo *software* Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C).



(A)



(B)



(C)

Figura 4-4: Informações obtidas pelo *software* Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra CR ao longo da espessura.

O MIO da amostra CR ao longo da espessura apresentou grãos significativamente mais alongados do que a amostra em seu plano. De modo similar, observou-se grãos de austenita e algumas maclas. No que se refere ao tamanho de grão, o método quantitativo de Heyn encontrou um valor de 13,25 μm , enquanto que o programa Esprit registrou uma média de 43,70 μm . Em ambos os métodos os tamanhos de grão se apresentaram menores para esta amostra quando comparada à CR analisada no plano da chapa.

No que se refere à textura, esta amostra demonstra forte textura ao longo da espessura, havendo as componentes Cubo girado $\{100\}\langle 130\rangle$, Goss rodado $\{110\}\langle 110\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$ e Cisalhamento $\{321\}\langle 021\rangle$.

Portanto, a partir das caracterizações microestruturais das amostras CR (plano e espessura), concluiu-se que estes resultados estão de acordo com a identificação de fases por DRX, sendo este material composto por uma microestrutura com uma matriz totalmente austenítica, sendo visível a existência de maclas de recozimento e a ausência de martensita.

4.1.4 MACROTEXTURA

A macrotextura foi avaliada via DRX, ao longo do plano da chapa, desde a condição CR. Para isto, fez-se uso de ODF's (curvas da função de distribuição de orientações), com as seções Φ_2 em 0 e 45°, segundo a notação de Bunge. Na Figura 4-5 é mostrada a ODF da amostra na condição como recebida, ou seja, laminada a quente e 100% austenítica.

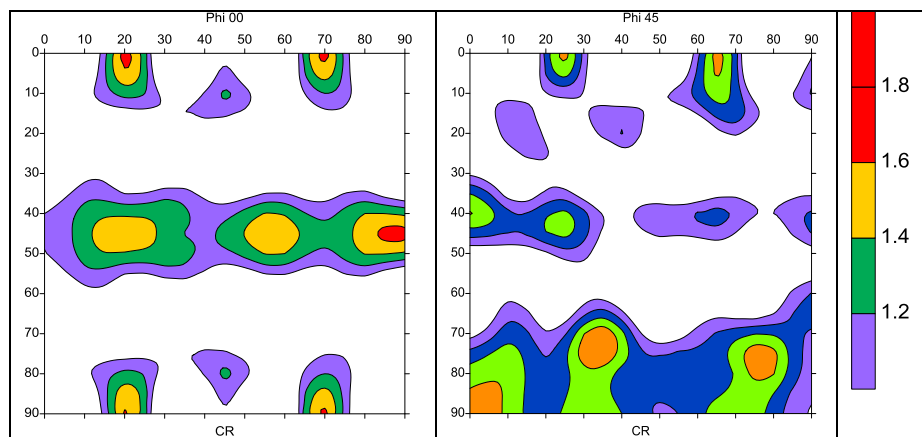


Figura 4-5: ODF da austenita, amostra na condição como recebida com as seções Φ_2 em 0° e 45°.

Observou-se que o material laminado a quente apresenta uma fraca textura preferencial, condizente com aços inoxidáveis austeníticos. É possível notar a formação das componentes Cubo girado $\{100\}\langle 130\rangle$, Goss rodado $\{110\}\langle 110\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$ e Cisalhamento $\{321\}\langle 021\rangle$. Isto difere o resultado de microtextura apresentado por EBSD, que afirma que esta amostra analisada ao longo do plano da chapa, não possui nem mesmo a fraca textura preferencial evidenciada por DRX. Diferenças como esta são esperadas, uma vez que a análise de EBSD não engloba um número significativo de grãos analisados, fato contrário ao que ocorre na análise de macrotextura via DRX.

4.1.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.1.5.1 DUREZA

Uma das caracterizações mecânicas para a amostra CR foram realizadas via Dureza Rockwell C, e a nível de comparação, também calculou-se a Dureza Vickers. Os valores para ambas as durezas foram de $24,25 \pm 0,68$ HRC e $229,28 \pm 2,23$ HV, respectivamente.

4.1.5.2 TRAÇÃO UNIAXIAL

A transformação martensítica induzida por deformação na amostra CR foi avaliada via tração uniaxial à temperatura ambiente. Três corpos de prova foram submetidos a este ensaio até a fratura, com o intuito de avaliar as seguintes propriedades mecânicas: Limite de Resistência (LRT), Limite de escoamento (LE), Alongamento Total (AL) e Coeficiente de Encruamento (n). Em cada CP foram feitas marcações no comprimento útil, distantes 5 mm entre si para se calcular a deformação verdadeira entre estes pontos e também para se obter o comprimento final de cada CP, após o ensaio. Além disso, foram feitas medidas de Ferritoscopia nas regiões de deformação uniforme, ou seja, em que não houve estricção próxima à fratura.

Na Figura 4-6 são apresentadas as curvas de Tensão *versus* Deformação de Engenharia resultantes do ensaio de tração para as amostras CR1, CR2 e CR3, seguida da Tabela 4-5 que apresenta os valores das propriedades mecânicas extraídas destas curvas.

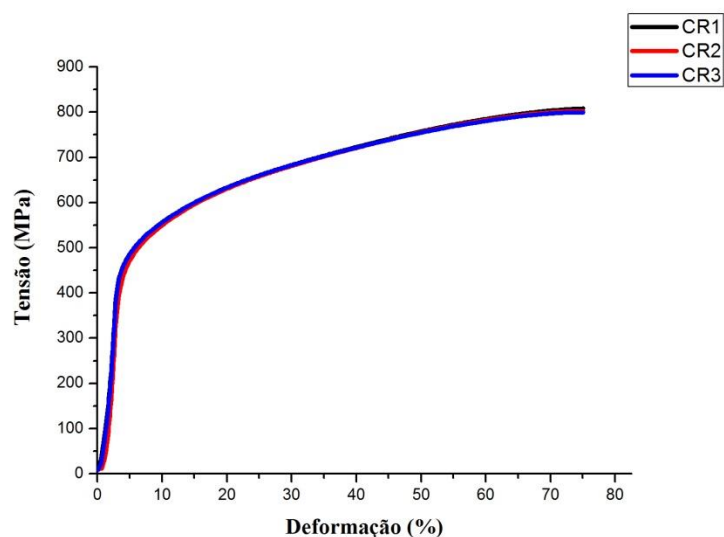


Figura 4-6: Curvas de Tensão *versus* Deformação de Engenharia das amostras CR.

Tabela 4-5: Propriedades mecânicas extraídas das cruvas tensão versus deformação de engenharia das amostras CR.

Amostras	LRT (MPa)	LE (MPa)	AL (%)	n
CR1	808,30	460,71	68,64	0,72
CR2	802,55	437,00	73,80	0,64
CR3	799,46	455,37	87,84	0,66
Média	803,44	451,03	76,76	0,67
Desvio Padrão	4,49	12,44	9,94	0,04

Para este material no estado como recebido, totalmente austenítico e laminado a quente, observou-se que o LRT apresentou uma média de 803,44 MPa, enquanto que o LE e o AL apresentaram, respectivamente, uma média de 451,03 MPa e 76,76%. Segundo (HAMADA, *et al.*, 2015), é bem conhecido que os aços inoxidáveis austeníticos possuem baixos LE, sendo inadequados para aplicações estruturais e industriais, a menos que o valor desta propriedade seja aumentado por laminação a frio. Eles ainda retrataram que o mínimo exigido de LE para uma aplicação industrial está na faixa de 600 – 700 MPa.

No que diz respeito ao coeficiente de encruamento, observou-se que os valores ficaram próximos para os 3 cp's, apresentando um desvio padrão de 0,04 e uma média de 0,67.

Tabela 4-6 são apresentados os valores de porcentagem de martensita (%M) por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's CR1, CR2 e CR3, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.

Tabela 4-6: Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's CR1, CR2 e CR3, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.

AMOSTRAS	%M
CR1	15,99
CR2	14,15
CR3	14,51
Média	14,88
Desvio Padrão	0,98

4.1.5.3 ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA

A nível de melhor comparação, a ultramicrodureza da amostra CR será analisada juntamente com as amostras das condições ótimas de processamento, na seção 4.5.8.2 Além disso, as propriedades mecânicas extraídas deste ensaio se encontram na forma de tabelas e curvas no Anexo 8.3.

4.2 MATERIAIS LAMINADOS A FRIO

4.2.1 PROCESSAMENTO

As amostras utilizadas nos estudos preliminares desta *Tese* foram submetidas ao seguinte processamento: Dezoito amostras de dimensão 8,5 cm x 4 cm do AIA 201LN com espessura de 4,96 mm foram laminadas à temperatura ambiente e após pré-resfriamento em salmoura (-5°C). As reduções na espessura foram de aproximadamente 10% em cada passe e tanto as amostras laminadas em temperatura ambiente, como as pré-resfriadas em salmoura, tiveram suas temperaturas medidas imediatamente antes (T_i) e após a laminação (T_f), em cada passe, e verificou-se que para todas as amostras pré-resfriadas a temperatura inicial foi de aproximadamente 10°C.

Os resultados relativos às amostras laminadas a frio com 4 passes de redução, à temperatura ambiente estão sintetizados na Tabela 4-7, como base na temperatura antes do passe (T_i), imediatamente após o passe (T_f) e espessura após o passe (E_f).

Tabela 4-7: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 4 passes, à temperatura ambiente.

Amostra	Número de Passes	T _i (°C)	T _f (°C)	ΔT (°C)	E _f (mm)	Redução (%)
CR	-	-	-	-	4,96	-
1	1	22,5	31,5	9,0	4,40	11,3
	2	22,3	35,8	13,5	4,09	7,0
	3	23,3	34,1	10,8	3,71	9,3
	4	22,8	36,7	13,9	3,42	7,8
2	1	21,8	31,6	9,8	4,50	8,2
	2	23,7	35,4	11,7	4,09	9,1
	3	22,8	32,1	9,3	3,71	9,3
	4	24,1	37,0	12,9	3,38	8,9
3	1	22,8	32,2	9,4	4,41	10,0
	2	23,6	37,8	14,2	4,04	8,2
	3	23,0	32,7	9,7	3,73	7,7
	4	23,7	34,7	11,0	3,41	8,6

Na Tabela 4-8 estão apresentados os resultados referentes às amostras pré-resfriadas em salmoura e laminadas a frio com 4 passes.

Tabela 4-8: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 4 passes, e pré-resfriadas em salmoura.

Amostra	Número de Passes	T _i (°C)	T _f (°C)	ΔT (°C)	E _f (mm)	Redução (%)
CR	-	-	-	-	4,96	-
R1	1	~10 °C	24,8	14,8	4,40	10,2
	2		29,5	19,5	3,90	11,4
	3		31,5	21,5	3,45	11,5
	4		33,8	23,8	3,22	6,7
R2	1	~10 °C	23,8	13,8	4,48	8,6
	2		26,2	16,2	4,07	9,1
	3		31,6	21,6	3,65	10,3
	4		35,5	25,5	3,28	10,1
R3	1	~10 °C	24,6	14,6	4,50	8,2
	2		25,1	15,1	4,02	10,6
	3		32,0	22,0	3,60	10,4
	4		32,9	22,9	3,25	9,7

Na Tabela 4-9 estão sintetizados os resultados das amostras laminadas a frio em temperatura ambiente, submetidas a 6 passes.

Tabela 4-9: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 6 passes, à temperatura ambiente.

Amostra	Número de Passes	T _i (°C)	T _f (°C)	ΔT (°C)	Ef (mm)	Redução (%)
CR	-	-	-	-	4,96	-
4	1	22,5	31,0	8,5	4,50	9,3
	2	24,4	36,1	11,7	3,98	11,5
	3	23,8	36,2	12,4	3,68	8,0
	4	23,7	36,3	12,6	3,38	7,6
	5	22,9	49,4	26,5	2,96	12,4
	6	22,9	43,9	21,0	2,65	10,5
5	1	23,5	30,1	6,6	4,39	10,4
	2	24,3	37,0	12,7	4,00	8,9
	3	24,1	34,8	10,7	3,69	7,7
	4	23,6	34,5	10,9	3,41	7,6
	5	24,8	42,6	17,8	3,06	10,3
	6	23,2	49,1	25,9	2,72	11,1
6	1	23,4	30,6	7,2	4,45	9,2
	2	23,8	36,5	12,7	3,99	10,3
	3	24,2	37,6	13,4	2,70	7,2
	4	23,1	37,4	14,3	3,43	7,3
	5	24,6	43,6	19,0	3,06	10,8
	6	23,2	48,1	24,9	2,76	9,8

Na Tabela 4-10 são apresentados os resultados das amostras laminadas a frio submetidas a 6 passes e pré-resfriadas em salmoura.

Tabela 4-10: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, com 6 passes, e pré-resfriadas em salmoura.

Amostra	Número de Passes	T _i (°C)	T _f (°C)	ΔT (°C)	E _f (mm)	Redução (%)
CR	-	-	-	-	4,96	-
R4	1	~10 °C	22,8	12,8	4,45	9,2
	2		28,2	18,2	3,94	11,0
	3		32,7	22,7	3,71	5,8
	4		32,2	22,2	3,38	8,9
	5		36,5	26,5	3,07	9,2
	6		36,3	26,3	2,80	8,8
R5	1	~10 °C	21,9	11,9	4,50	8,2
	2		27,5	17,5	3,92	12,9
	3		34,9	24,9	3,62	7,7
	4		32,6	22,6	3,28	9,4
	5		41,6	31,6	2,94	10,4
	6		35,3	25,3	2,70	8,2
R6	1	~10 °C	24,3	14,3	4,45	9,2
	2		26,5	16,5	4,01	9,9
	3		29,1	19,1	3,62	9,7
	4		32,8	22,8	3,31	8,6
	5		33,5	23,5	2,91	12,1
	6		36,2	26,2	2,62	9,9

Os resultados das amostras laminadas em temperatura ambiente, submetidas a 8 passes de laminação, estão apresentados na Tabela 4-11.

Tabela 4-11: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio, em temperatura ambiente, com 8 passes.

Amostra	Número de Passes	T _i (°C)	T _f (°C)	ΔT (°C)	Ef (mm)	Redução (%)
CR	-	-	-	-	4,96	-
7	1	22,1	31,1	9,0	4,42	10,88
	2	23,8	36,4	12,6	4,00	9,5
	3	23,1	33,2	10,1	3,70	7,5
	4	24,0	36,3	12,3	3,42	7,6
	5	23,3	46,9	23,6	3,04	11,0
	6	24,1	48,0	23,9	2,76	9,2
	7	24,8	44,3	19,5	2,44	11,6
	8	25,2	37,7	12,5	2,20	9,8
8	1	22,9	30,9	8,0	4,44	9,4
	2	23,6	37,0	13,4	4,01	9,7
	3	23,1	36,0	12,9	3,67	8,5
	4	23,1	37,4	14,3	3,42	6,8
	5	24,1	46,9	22,8	3,06	10,5
	6	24,6	48,5	23,9	2,72	11,1
	7	24,6	43,7	19,1	2,45	9,9
	8	25,5	41,7	16,2	2,16	11,8
9	1	22,9	31,4	8,5	4,40	10,2
	2	23,8	38,4	14,6	3,99	9,3
	3	24,2	36,6	12,4	3,68	7,7
	4	24,0	36,2	12,2	3,41	7,4
	5	24,2	49,3	25,1	3,04	10,8
	6	24,5	47,7	23,2	2,72	10,5
	7	24,3	47,5	23,2	2,52	7,3
	8	25,1	41,1	16,0	2,23	11,5

Os resultados das amostras pré-resfriadas em salmoura, submetidas a 8 passes, estão apresentados nas Tabela 4-12 e Tabela 4-13.

Tabela 4-12: Temperaturas e reduções obtidas na amostra laminada a frio R7, com 8 passes, e pré-resfriada em salmoura.

Amostra	Número de Passes	T _i (°C)	T _f (°C)	ΔT (°C)	Ef (mm)	Redução (%)
CR	-	-	-	-	4,96	-
R7	1	~10 °C	23,8	13,8	4,45	9,2
	2		27,5	17,5	3,99	10,3
	3		31,4	21,4	3,65	8,5
	4		34,5	24,5	3,33	8,8
	5		41,6	31,6	2,92	12,3
	6		34,6	24,6	2,66	8,9
	7		38,5	28,5	2,40	9,8
	8		32,7	22,7	2,14	10,8

Tabela 4-13: Temperaturas e reduções obtidas nas amostras laminadas a frio R8 e R9, com 8 passes, pré-resfriadas em salmoura.

R8	1	~10 °C	22,5	12,5	4,55	7,1
	2		27,9	17,9	4,04	11,2
	3		30,3	20,3	3,60	10,9
	4		33,2	23,2	3,24	10,0
	5		38,9	28,9	2,90	10,5
	6		37,8	27,8	2,56	11,7
	7		33,2	23,2	2,37	7,4
	8		33,4	23,4	2,19	7,6
R9	1	~10 °C	22,0	12,0	4,44	9,4
	2		25,8	15,8	4,06	8,5
	3		30,4	20,4	3,70	8,9
	4		38,3	28,3	3,33	10,0
	5		41,5	31,5	2,98	10,5
	6		41,7	31,7	2,69	9,7
	7		32,8	22,8	2,43	9,7
	8		32,1	22,1	2,25	7,4

Para as amostras laminadas em temperatura ambiente notou-se que as temperaturas iniciais variaram entre 21 e 25,5 °C, bem próximas à temperatura ambiente. Além disso, com o aumento do número de passes houve um incremento nas temperaturas finais de algumas amostras (Tabela 4-14). Este incremento não predominou em todas as amostras devido a possíveis erros experimentais, como por exemplo, um tempo maior entre a retirada da mesma do laminador e a medição de sua temperatura final. No que diz respeito às reduções, a maioria das amostras estiveram próximas da percentagem de redução definida para cada passe (10%).

Tabela 4-14: Variação de temperatura para as amostras laminadas em temperatura ambiente com 4, 6 e 8 passes.

Incremento de temperatura (°C)	4 passes	6 passes	8 passes
Mínimo	9,00	6,60	8,00
Máximo	13,90	26,50	25,10
Médio	11,45	16,55	16,55

Para as amostras pré-resfriadas em salmoura notou-se que a temperatura registrada entre o intervalo de tempo em que a amostra foi retirada deste banho até a sua entrada no laminador, foi de aproximadamente 10 °C e que com o aumento do número de passes, houve um incremento nas temperaturas finais para a maioria das amostras (Tabela 4-15). De modo similar à laminação em temperatura ambiente, grande parte destas amostras esteve próximo de 10% de redução a cada passe.

Tabela 4-15: Variação de temperatura para as amostras pré-resfriadas em salmoura com 4, 6 e 8 passes.

Incremento de temperatura (°C)	4 passes	6 passes	8 passes
Mínimo	13,80	11,90	12,00
Máximo	25,50	26,50	28,90
Médio	19,65	19,20	20,45

Observa-se que os incrementos médios de temperatura nos corpos de prova são maiores para as amostras que foram pré-resfriadas em salmoura, antes da laminação.

A partir dos valores de espessura obtidos, após cada passe de laminação, foi possível calcular as deformações impostas em cada processo de redução, assim como a deformação efetiva segundo as Equação 4-3 e Equação 4-4, respectivamente.

$$\varepsilon = \ln \frac{\epsilon_i}{\epsilon_f} \quad \text{Equação 4-3}$$

Onde:

ε = deformação verdadeira imposta em cada processo de redução;

ϵ_i = espessura inicial

ϵ_f = espessura final

$$\varepsilon_{ef} = \frac{2}{\sqrt{3}} \times \varepsilon \quad \text{Equação 4-4}$$

Onde:

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

ε = deformação verdadeira.

A homogeneidade da deformação no processo laminação foi avaliada pelo parâmetro Δ , segundo a Equação 4-5 (BACKOFEN, 1972), onde para valores de $\Delta > 1$ a deformação é definida como heterogênea e para $\Delta < 1$ homogênea.

$$\Delta = \frac{2 - r}{2} \times \sqrt{\frac{\epsilon_i}{r \cdot R}} \quad \text{Equação 4-5}$$

Onde:

e_i = espessura inicial;

r = redução em cada passe;

R = raio do cilindro de laminação.

Na Tabela 4-16 são apresentadas as reduções obtidas, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 4 passes (1 a 3).

Na Tabela 4-17 estão apresentadas as reduções obtidas, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 6 passes (4 a 6).

Na Tabela 4-18 está apresentada as reduções obtidas, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 8 passes (7 a 9).

Tabela 4-16: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 4 passes (1 a 3).

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
CR	-	4,96	-	-	-	-	-
1	1	4,96	4,40	11,29	0,12	0,14	0,76
	2	4,40	4,09	7,05	0,07	0,08	0,93
	3	4,09	3,71	9,29	0,10	0,11	0,77
	4	3,71	3,42	7,82	0,08	0,09	0,81
Média	-	-	-	8,86	0,09	0,11	0,82
2	1	4,96	4,50	9,27	0,10	0,11	0,85
	2	4,50	4,09	9,11	0,10	0,11	0,82
	3	4,09	3,71	9,29	0,10	0,11	0,77
	4	3,71	3,38	8,89	0,09	0,11	0,75
Média	-	-	-	9,14	0,10	0,11	0,80
3	1	4,96	4,41	11,09	0,12	0,14	0,77
	2	4,41	4,04	8,39	0,09	0,10	0,85
	3	4,04	3,73	7,67	0,08	0,09	0,85
	4	3,73	3,41	8,58	0,09	0,10	0,77
Média	-	-	-	8,93	0,09	0,11	0,81

Tabela 4-17: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 6 passes (4 a 6).

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
CR	-	4,96	-	-	-	-	-
4	1	4,96	4,50	9,27	0,10	0,11	0,85
	2	4,50	3,98	11,56	0,12	0,14	0,72
	3	3,98	3,68	7,54	0,08	0,09	0,86
	4	3,68	3,38	8,15	0,09	0,10	0,79
	5	3,38	2,96	12,43	0,13	0,15	0,60
	6	2,96	2,65	10,47	0,11	0,13	0,62
Média	-			9,90	0,10	0,12	0,74
5	1	4,96	4,39	11,49	0,12	0,14	0,76
	2	4,39	4,00	8,88	0,09	0,11	0,82
	3	4,00	3,69	7,75	0,08	0,09	0,84
	4	3,69	3,41	7,59	0,08	0,09	0,82
	5	3,41	3,06	10,26	0,11	0,12	0,67
	6	3,06	2,72	11,11	0,12	0,14	0,61
Média	-			9,51	0,10	0,12	0,75
6	1	4,96	4,45	10,28	0,11	0,12	0,81
	2	4,45	3,99	10,34	0,11	0,13	0,76
	3	3,99	3,43	14,04	0,15	0,17	0,61
	4	3,43	3,06	10,79	0,11	0,13	0,65
	5	3,06	2,76	9,80	0,10	0,12	0,65
	6	2,76	2,50	9,42	0,10	0,11	0,63
Média	-			10,77	0,11	0,13	0,68

Tabela 4-18: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à temperatura ambiente com 8 passes (7 a 9).

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
CR	-	4,96	-	-	-	-	-
7	1	4,96	4,42	10,89	0,12	0,13	0,78
	2	4,42	4,00	9,50	0,10	0,11	0,79
	3	4,00	3,70	7,50	0,08	0,09	0,86
	4	3,70	3,42	7,57	0,08	0,09	0,82
	5	3,42	3,04	11,11	0,12	0,14	0,64
	6	3,04	2,76	9,21	0,10	0,11	0,67
	7	2,76	2,44	11,59	0,12	0,14	0,56
	8	2,44	2,20	9,84	0,10	0,12	0,58
Média	-	-	-	9,65	0,10	0,12	0,71
8	1	4,96	4,44	10,48	0,11	0,13	0,80
	2	4,44	4,01	9,68	0,10	0,12	0,79
	3	4,01	3,67	8,48	0,09	0,10	0,81
	4	3,67	3,42	6,81	0,07	0,08	0,87
	5	3,42	3,06	10,53	0,11	0,13	0,66
	6	3,06	2,72	11,11	0,12	0,14	0,61
	7	2,72	2,45	9,93	0,10	0,12	0,61
	8	2,45	2,16	11,84	0,13	0,14	0,52
Média	-	-	-	9,86	0,10	0,12	0,71
9	1	4,96	4,40	11,29	0,12	0,14	0,76
	2	4,40	3,99	9,32	0,10	0,11	0,80
	3	3,99	3,68	7,77	0,08	0,09	0,84
	4	3,68	3,41	7,34	0,08	0,09	0,83
	5	3,41	3,04	10,85	0,11	0,13	0,65
	6	3,04	2,72	10,53	0,11	0,13	0,62
	7	2,72	2,52	7,35	0,08	0,09	0,72
	8	2,52	2,23	11,51	0,12	0,14	0,54
Média	-	-	-	9,50	0,10	0,11	0,72

Na Tabela 4-19 são apresentadas as reduções obtidas, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 4 passes (1 a 3).

Tabela 4-19: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio à e pré-resfriadas em salmoura com 4 passes (R1 a R3).

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
CR	-	4,96	-	-	-	-	-
R1	1	4,96	4,40	11,29	0,12	0,14	0,76
	2	4,40	3,90	11,36	0,12	0,14	0,72
	3	3,90	3,45	11,54	0,12	0,14	0,67
	4	3,45	3,22	6,67	0,07	0,08	0,85
Média	-			10,21	0,11	0,12	0,75
R2	1	4,96	4,48	9,68	0,10	0,12	0,83
	2	4,48	4,07	9,15	0,10	0,11	0,82
	3	4,07	3,65	10,32	0,11	0,13	0,73
	4	3,65	3,28	10,14	0,11	0,12	0,70
Média	-			9,82	0,10	0,12	0,77
R3	1	4,96	4,50	9,27	0,10	0,11	0,85
	2	4,50	4,02	10,67	0,11	0,13	0,75
	3	4,02	3,60	10,45	0,11	0,13	0,72
	4	3,60	3,25	9,72	0,10	0,12	0,71
Média	-			10,03	0,11	0,12	0,76

Na Tabela 4-20 são apresentadas as reduções obtidas, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 6 passes (R4 a R6).

Tabela 4-20: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 6 passes (R4 a R6).

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
CR	-	4,96	-	-	-	-	-
R4	1	4,96	4,45	10,28	0,11	0,12	0,81
	2	4,45	3,94	11,46	0,12	0,14	0,72
	3	3,94	3,71	5,84	0,06	0,07	0,98
	4	3,71	3,38	8,89	0,09	0,11	0,75
	5	3,38	3,07	9,17	0,10	0,11	0,71
	6	3,07	2,80	8,79	0,09	0,11	0,69
Média	-	-	-	9,07	0,10	0,11	0,78
R5	1	4,96	4,50	9,27	0,10	0,11	0,85
	2	4,50	3,92	12,89	0,14	0,16	0,68
	3	3,92	3,62	7,65	0,08	0,09	0,84
	4	3,62	3,28	9,39	0,10	0,11	0,72
	5	3,28	2,94	10,37	0,11	0,13	0,65
	6	2,94	2,70	8,16	0,09	0,10	0,70
Média	-	-	-	9,62	0,10	0,12	0,74
R6	1	4,96	4,45	10,28	0,11	0,12	0,81
	2	4,45	4,01	9,89	0,10	0,12	0,78
	3	4,01	3,62	9,73	0,10	0,12	0,75
	4	3,62	3,31	8,56	0,09	0,10	0,76
	5	3,31	2,91	12,08	0,13	0,15	0,60
	6	2,91	2,62	9,97	0,10	0,12	0,63
Média	-	-	-	10,08	0,11	0,12	0,72

Nas Tabela 4-21 e Tabela 4-22 são apresentadas as reduções obtidas, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ , em cada passe, para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 8 passes (R7 a R9).

Tabela 4-21: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para as amostras laminadas a frio e pré-resfriadas em salmoura com 8 passes (R7 a R9).

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
CR	-	4,96	-	-	-	-	-
R7	1	4,96	4,45	10,28	0,11	0,12	0,81
	2	4,45	3,99	10,34	0,11	0,13	0,76
	3	3,99	3,65	8,52	0,09	0,10	0,80
	4	3,65	3,33	8,77	0,09	0,11	0,75
	5	3,33	2,92	12,31	0,13	0,15	0,60
	6	2,92	2,66	8,90	0,09	0,11	0,67
	7	2,66	2,40	9,77	0,10	0,12	0,61
	8	2,40	2,14	10,83	0,11	0,13	0,54
Média	-	-	-	9,96	0,11	0,12	0,69
R8	1	4,96	4,55	8,27	0,09	0,10	0,91
	2	4,55	4,04	11,21	0,12	0,14	0,74
	3	4,04	3,60	10,89	0,12	0,13	0,70
	4	3,60	3,24	10,00	0,11	0,12	0,70
	5	3,24	2,90	10,49	0,11	0,13	0,64
	6	2,90	2,56	11,72	0,12	0,14	0,57
	7	2,56	2,37	7,42	0,08	0,09	0,69
	8	2,37	2,19	7,59	0,08	0,09	0,66
Média	-	-	-	9,70	0,10	0,12	0,70

Tabela 4-22: Reduções obtidas, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ , em cada passe para a amostra R9, laminada a frio e pré-resfriada em salmoura com 8 passes.

Amostra	Número de Passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
R9	1	4,96	4,44	10,48	0,11	0,13	0,80
	2	4,44	4,06	8,56	0,09	0,10	0,84
	3	4,06	3,70	8,87	0,09	0,11	0,79
	4	3,70	3,33	10,00	0,11	0,12	0,71
	5	3,33	2,98	10,51	0,11	0,13	0,65
	6	2,98	2,69	9,73	0,10	0,12	0,64
	7	2,69	2,43	9,67	0,10	0,12	0,61
	8	2,43	2,25	7,41	0,08	0,09	0,67
Média	-	-	-	9,40	0,10	0,11	0,72

Observou-se que foram alcançadas deformações homogêneas para todas as amostras laminadas a frio segundo o critério adotado ($\Delta < 1$). No que diz respeito às reduções, às deformações verdadeiras e às deformações efetivas, os valores se encontraram próximos dos valores esperados para estudo (aproximadamente 10%), concluindo então que o

processamento das amostras que foram laminadas a frio é satisfatório para a continuidade do desenvolvimento deste trabalho.

4.2.2 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DAS FASES

A técnica de DRX foi utilizada nos materiais laminados a frio com 4, 6 e 8 passes, tanto em temperatura ambiente (4TA, 6TA e 8TA), como em salmoura (4SAL, 6SAL e 8 SAL) com o objetivo de avaliar a evolução da transformação martensítica em função da deformação, além da identificação das fases presentes. Na Figura 4-7 são apresentados os difratogramas destas amostras.

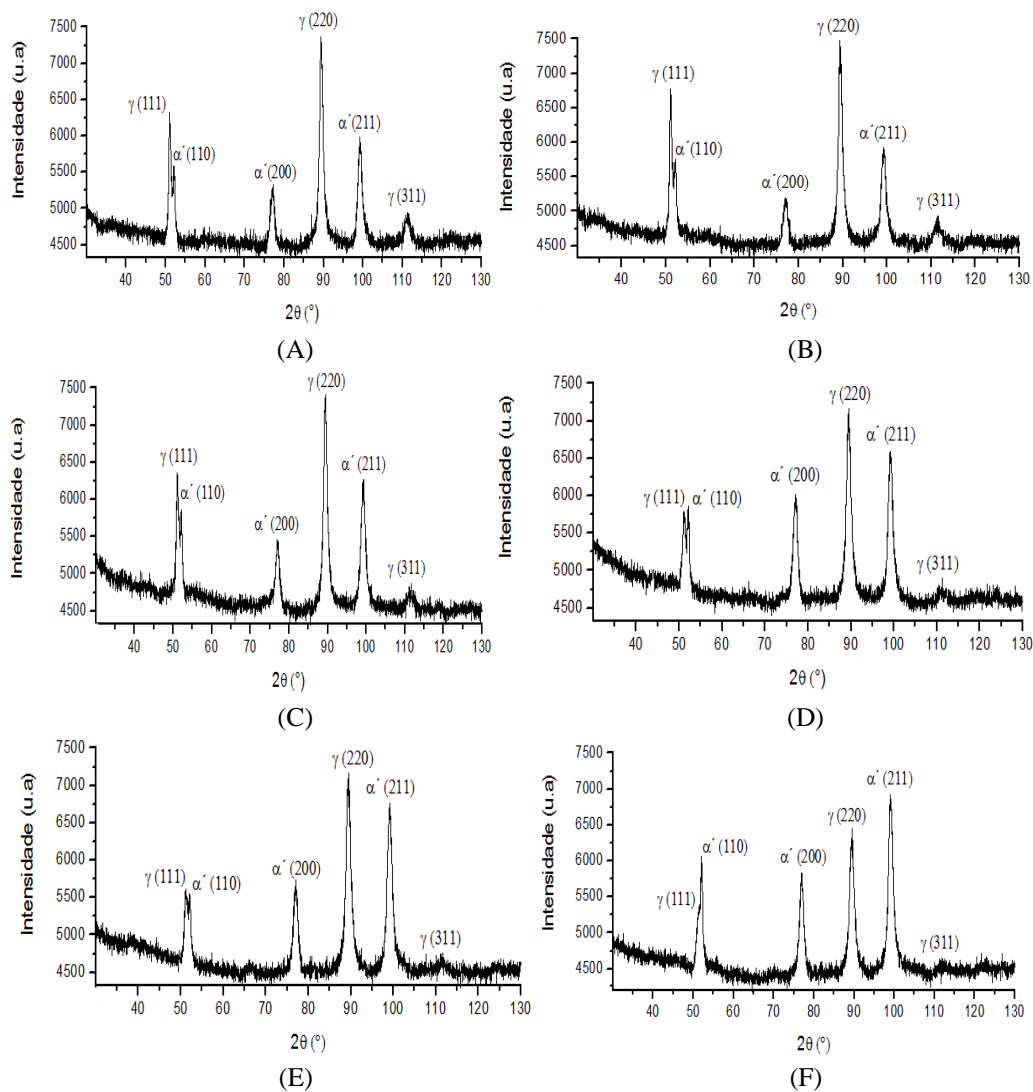


Figura 4-7: Difratogramas das amostras laminadas a frio: 4TA (A), 4SAL (B), 6TA (C), 6SAL (D), 8TA (E) e 8SAL (F).

Para as amostras com 4 passes de laminação foram observados picos mais intensos de austenita (γ), sendo o (220) o mais intenso. Quando se refere à amostra pré-resfriada (B), pode-se verificar um pequeno aumento na intensidade do pico de martensita α' (110) e um aumento maior no pico γ (111). De modo similar às amostras anteriores, quando se trata das amostras com 6 passes, o pico γ (220) continua sendo o mais intenso, porém há um decréscimo na sua intensidade com o pré-resfriamento (D). Nesta mesma condição, há um incremento na intensidade de α' (200) e α' (211) e um decréscimo nos picos γ (111) e γ (311). Já na condição de pré-resfriamento em salmoura (F) e com 8 passes de laminação, observou-se um aumento na intensidade dos picos α' (110) e α' (200) e uma diminuição na intensidade do pico γ (220), porém o pico α' (211) se tornou o mais intenso, quando comparado à amostra (E). Para ambas as amostras E e F, o pico γ (311) já não se torna tão pronunciado, quando comparado aos difratogramas anteriores.

De um modo geral, com o progresso do número de passes e conseqüentemente da deformação, verificou-se que os picos de γ decresceram em suas intensidades, enquanto os picos de α' incrementaram. Sendo que estas condições são ainda mais evidentes nas amostras que foram pré-resfriadas em salmoura, antes da laminação.

Após a identificação das fases por DRX, foi realizada a quantificação das mesmas por dois métodos teóricos: Somatório dos picos de todas as fases, em que a intensidade dos picos foram medidas através do *software* Origin 8.0, conforme descrito por (COSTA, 2014) e Método dos picos mais intensos de cada fase, em que a intensidade dos picos foram medidas através do *software* Dataviewer, conforme descrito por (DA SILVA, 2017). Tabela 4-23 a Tabela 4-25 são mostradas as frações volumétricas de austenita ($V\gamma$) e martensita ($V\alpha'$), para as amostras deformadas.

Tabela 4-23: Frações volumétricas de austenita ($V\gamma$) e martensita ($V\alpha'$) para as amostras com 4 passes em temperatura ambiente (4TA) e pré-resfriadas em salmoura (4SAL).

Somatório dos picos de todas as fases	
4TA	4SAL
$V\alpha' = 21\%$	$V\alpha' = 28\%$
$V\gamma = 79\%$	$V\gamma = 72\%$
Picos mais intensos de cada fase	
4TA	4SAL
$V\alpha' = 16\%$	$V\alpha' = 19\%$
$V\gamma = 84\%$	$V\gamma = 81\%$

Tabela 4-24: Frações volumétricas de austenita (V_γ) e martensita ($V_{\alpha'}$) para as amostras com 6 passes em temperatura ambiente (6TA) e pré-resfriadas em salmoura (6SAL).

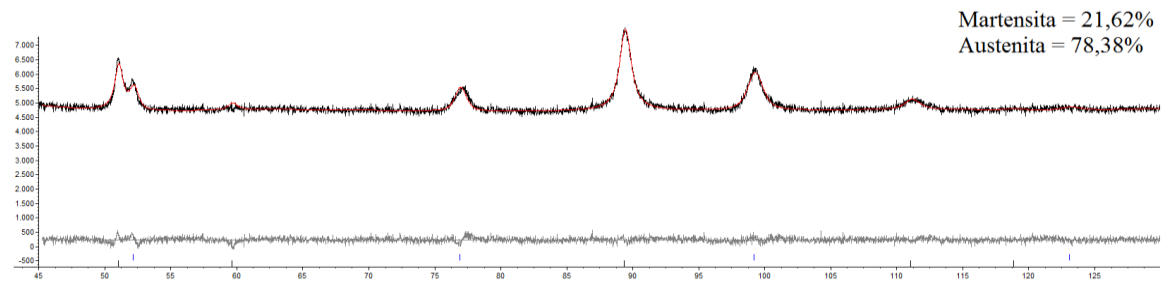
Somatório dos picos de todas as fases	
6TA	6SAL
$V_{\alpha'} = 34\%$	$V_{\alpha'} = 41\%$
$V_\gamma = 66\%$	$V_\gamma = 59\%$
Picos mais intensos de cada fase	
6TA	6SAL
$V_{\alpha'} = 23\%$	$V_{\alpha'} = 26\%$
$V_\gamma = 77\%$	$V_\gamma = 74\%$

Tabela 4-25: Frações volumétricas de austenita (V_γ) e martensita ($V_{\alpha'}$) para as amostras com 8 passes em temperatura ambiente (8TA) e pré-resfriadas em salmoura (8SAL).

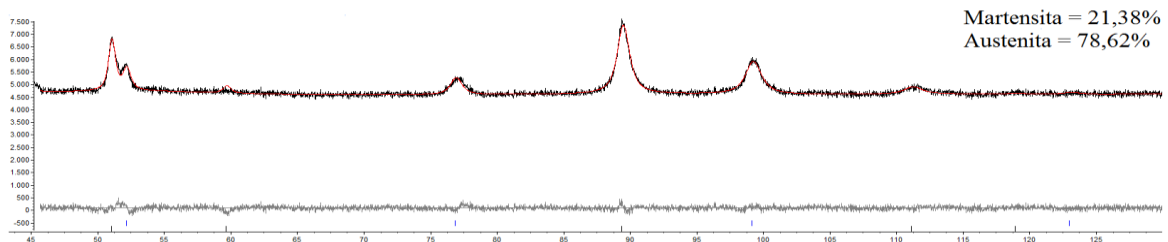
Somatório dos picos de todas as fases	
8TA	8SAL
$V_{\alpha'} = 52\%$	$V_{\alpha'} = 59\%$
$V_\gamma = 48\%$	$V_\gamma = 41\%$
Picos mais intensos de cada fase	
8TA	8SAL
$V_{\alpha'} = 33\%$	$V_{\alpha'} = 34\%$
$V_\gamma = 67\%$	$V_\gamma = 66\%$

Os resultados apresentados são coerentes, uma vez que com o aumento da deformação, aumentou a fração de martensita formada e decresceu a fração de austenita. Ao comparar ambos os métodos, verificou-se que o método do somatório dos picos de todas as fases evidencia uma maior fração de martensita. Os dois métodos foram adotados como crítica metodológica devido à análise de evolução da textura do AISI 201LN. Acredita-se que não seria adequado somente o uso do método do pico mais intenso, sendo que este só é válido para amostras com textura aleatória, o que não pode ser o caso deste material após os processamentos aos quais o mesmo será submetido.

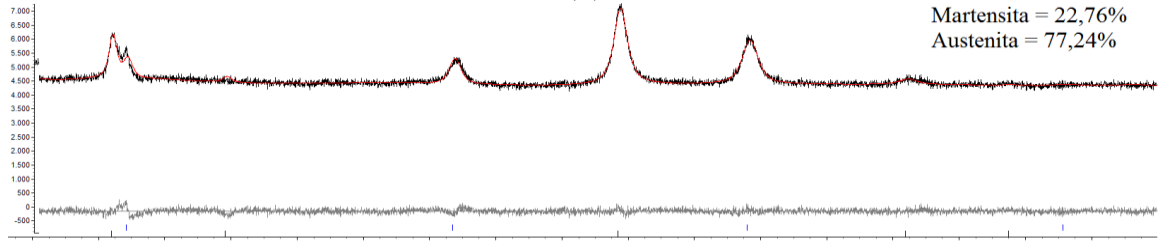
De modo a complementar a análise qualitativa destas amostras, utilizou-se o refinamento de Rietveld (TOPAS), em que se compararam os difratogramas experimental (preto) e teórico (vermelho), com as respectivas frações volumétricas de martensita e austenita para as amostras laminadas a frio com 4, 6 e 8 passes de redução à temperatura ambiente (4TA, 6TA, e 8TA) e pré-resfriadas em salmoura a $-5\text{ }^\circ\text{C}$ (4SAL, 6SAL e 8SAL). Na Figura 4-8 são apresentados os respectivos difratogramas.



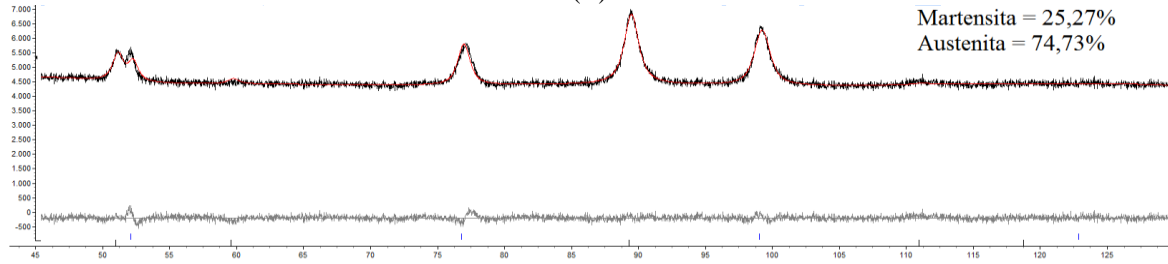
(A)



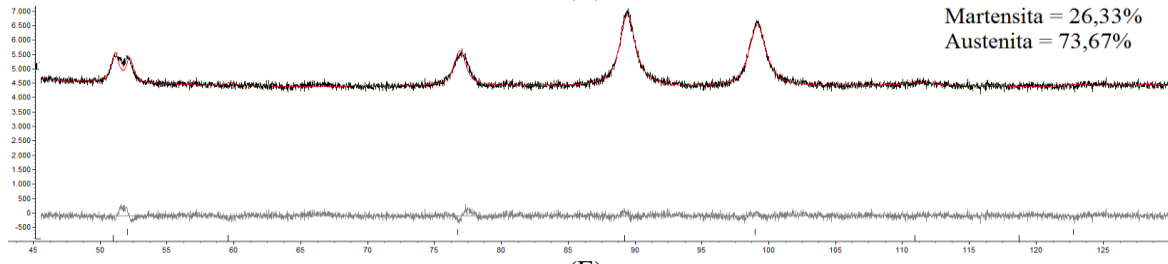
(B)



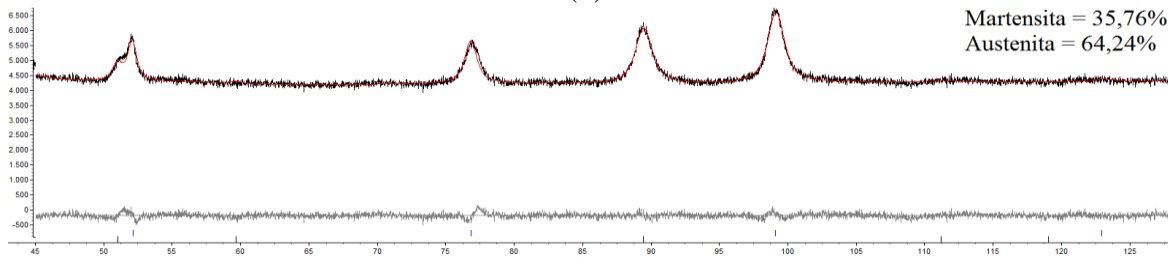
(C)



(D)



(E)



(F)

Figura 4-8: Comparação dos difratogramas experimental e teórico com as frações volumétricas de martensita e austenita, para as amostras 4TA (A), 4SAL (B), 6TA (C), 6SAL (D), 8TA (E) e 8SAL (F).

Foi possível observar que o ajuste entre os difratogramas experimental e teórico ficaram bem próximos e isto pode ser comprovado estatisticamente ao se analisar os valores de GOF encontrados para estas amostras. Estes valores foram de: 1,17; 1,13; 1,14; 1,16; 1,15 e 1,15 respectivamente, para as amostras 4TA, 4SAL, 6TA, 6SAL, 8TA e 8SAL. Vale ressaltar que estes GOF's estão abaixo de 2, conforme é recomendado para esta análise de quantificação.

A Ferritoscopia também foi uma técnica utilizada para quantificar as fases das amostras CR e laminadas com 4, 6 e 8 passes. Foi possível correlacioná-la com as deformações verdadeiras das amostras laminadas, tanto em temperatura ambiente como as amostras pré-resfriadas em salmoura. Na Figura 4-9 está ilustrado o gráfico desta correlação.

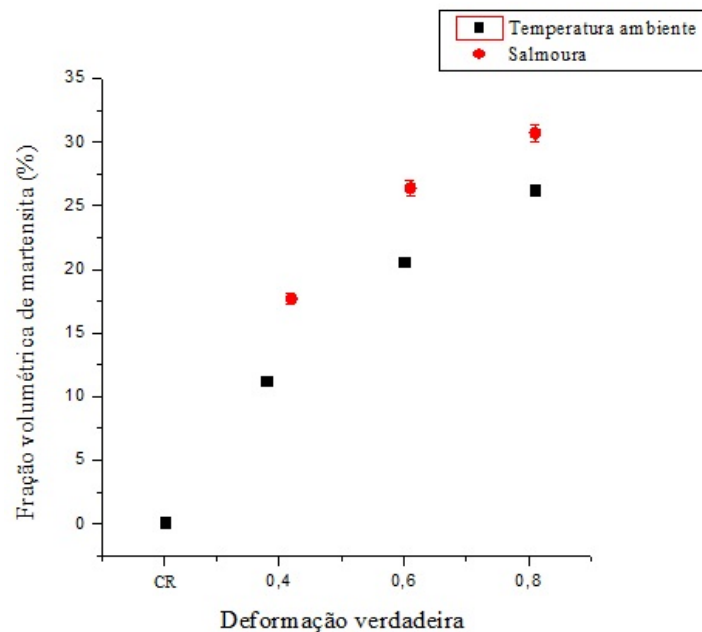


Figura 4-9: Evolução da fração volumétrica de martensita medida por Ferritoscopia em função da deformação verdadeira para as amostras na condição CR e laminadas em temperatura ambiente e pré-resfriadas em salmoura.

Notou-se que há um aumento na fração volumétrica de martensita formada, com o progresso da deformação, desde 4 até 8 passes de laminação. Isto corrobora o que MOALLEMI e colaboradores (2011) concluíram: A fração volumétrica da martensita induzida por deformação, em um aço inoxidável 201, é aumentada com o aumento da redução de espessura. Além disso, a porcentagem de martensita formada também foi incrementada com o decréscimo da temperatura durante a laminação (pré-resfriamento em salmoura), conforme mostrado por TOURKI e colaboradores (2005) que notaram que quanto menores são as temperaturas, maiores são as quantidades formadas de martensita induzida por deformação, aumentando a susceptibilidade do material à transformação martensítica.

Uma vez que as técnicas de Ferritoscopia, os métodos teóricos e o método de Rietveld podem ser utilizados como ferramentas para quantificação de fases, é válido se comparar as 4 técnicas. Na Figura 4-10 é retratada esta correlação.

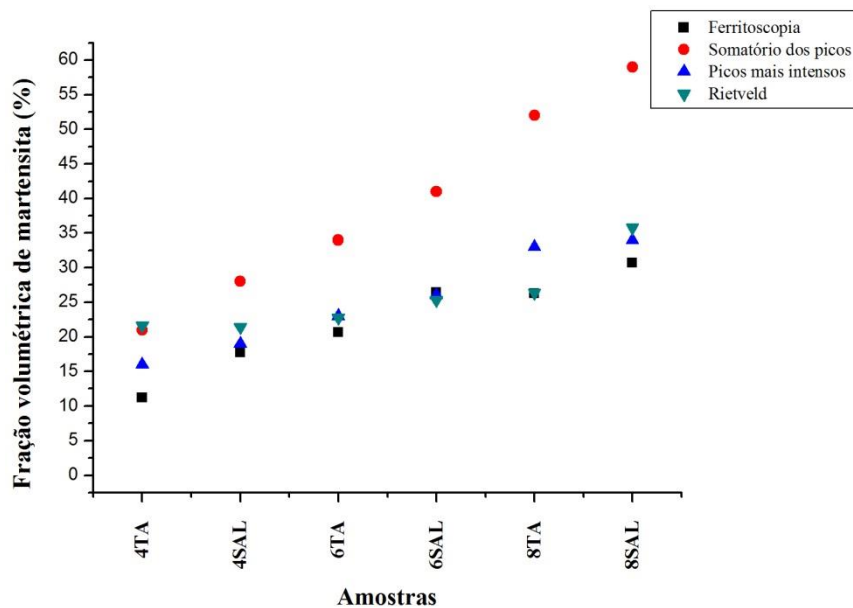


Figura 4-10: Comparação entre a Ferritoscopia, os métodos teóricos e o método de Rietveld para as amostras laminadas a frio.

A partir desta comparação, observou-se que os resultados do método de Rietveld, estiveram próximo dos resultados de Ferritoscopia nas amostras 6TA, 6SAL e 8TA e próximo dos resultados do método dos picos mais intensos nas amostras 4SAL, 6TA e 8SAL. Notou-se também que a diferença entre os métodos teóricos é relativamente grande, sendo difícil afirmar que estes sejam confiáveis para a quantificação de fases. Esta diferença pode ser explicada pela área de abrangência das técnicas. A técnica de DRX abrange uma fina camada sobre a superfície da amostra, em torno de 6,2 μm para o pico $\gamma(111)$ com o emprego da radiação $K\alpha$ de Co, enquanto a Ferritoscopia analisa um maior volume de material (DA SILVA, 2017). Além disso, enquanto os métodos teóricos de cálculo da fração volumétrica de fases pela área dos picos (mais intensos ou somatório de todos os picos presentes) não leva em consideração qualquer aspecto associado à textura e/ou encruamento introduzido pelo processamento termomecânico, enquanto o método de Rietveld considera estes aspectos.

Os valores apresentados na Ferritoscopia e no método dos Picos de DRX mais intensos são bem próximos nas amostras com 4 passes e pré-resfriadas (4SAL) e com 6 passes e pré-resfriadas (6SAL), porém a diferença entre estes métodos é mais pronunciada nas amostras com 4 passes laminadas em temperatura ambiente (4TA) e com 8 passes laminadas em temperatura ambiente (8TA), concluindo então que o método dos Picos mais intensos

apresentou porcentagens de martensita mais próximas da técnica de Ferritoscopia e do método de Rietveld, do que o método do Somatório dos picos das fases.

Independente dos métodos de quantificação da martensita adotados no trabalho, a fração de martensita induzida pelos distintos níveis de deformação nas condições de laminação a frio (exceto na medição por Ferritoscopia para a amostra 4TA) propostas foram superiores àqueles observados na deformação homogênea até próxima ao limite de ruptura observado no ensaio de tração uniaxial (Tabela 4-5).

4.2.3 MACROTEXTURA

A macrotextura das amostras laminadas a frio foi avaliada via DRX com o intuito de se acompanhar a evolução cristalográfica da fase austenítica em função da formação de martensita induzida por deformação em temperaturas distintas. Para isto, fez-se uso de ODF's, com as seções $\Phi\text{h}2$ em 0 e 45°, segundo a notação de Bunge (Figura 4-11 a Figura 4-16).

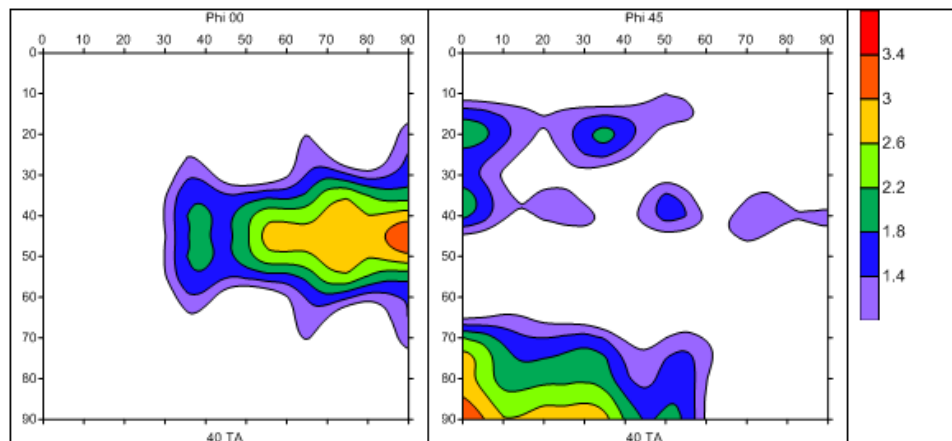


Figura 4-11: ODF da austenita deformada da amostra com 4 passes em temperatura ambiente (4TA), $\Phi\text{h}2$ em 0° e 45°.

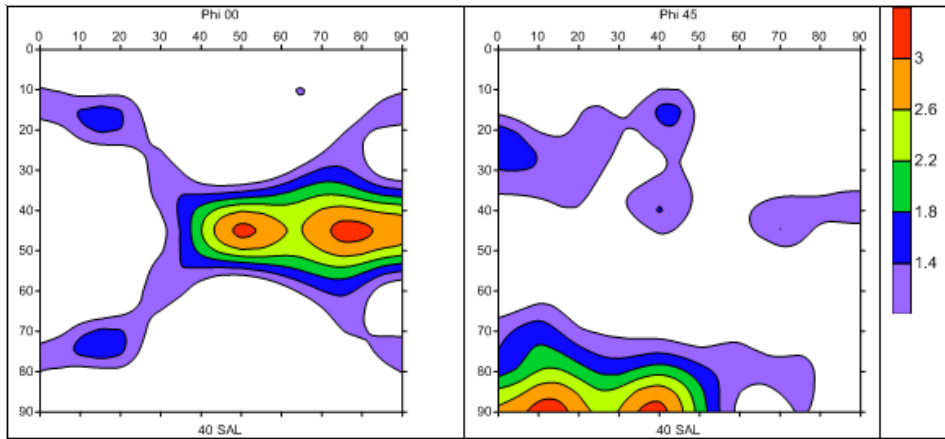


Figura 4-12: ODF da austenita deformada da amostra com 4 passes e pré-resfriada em salmoura (4SAL), Φ_2 em 0° e 45° .

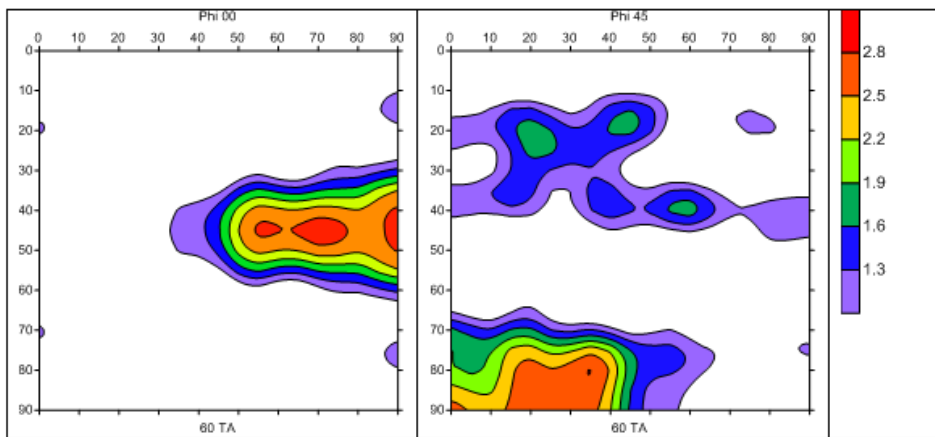


Figura 4-13: ODF da austenita deformada da amostra com 6 passes em temperatura ambiente (6TA), Φ_2 em 0° e 45° .

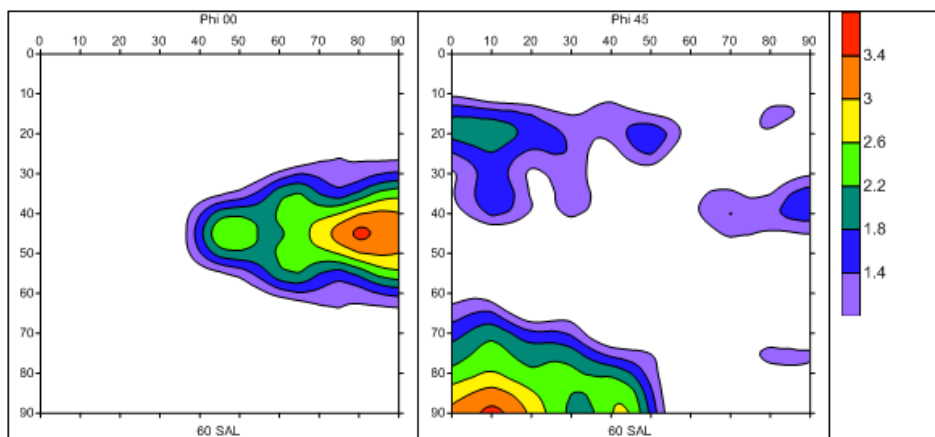


Figura 4-14: ODF da austenita deformada da amostra com 6 passes e pré-resfriada em salmoura (6SAL), Φ_2 em 0° e 45° .

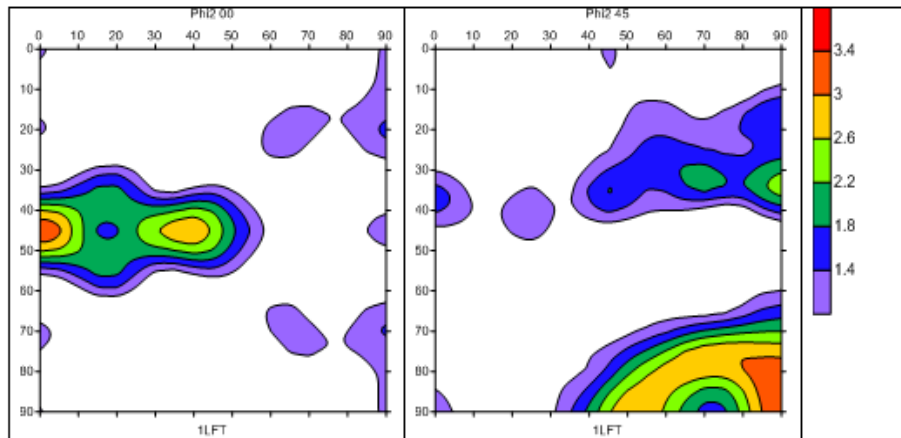


Figura 4-15: ODF da austenita deformada da amostra com 8 passes em temperatura ambiente (8TA), Φ_2 em 0° e 45° .

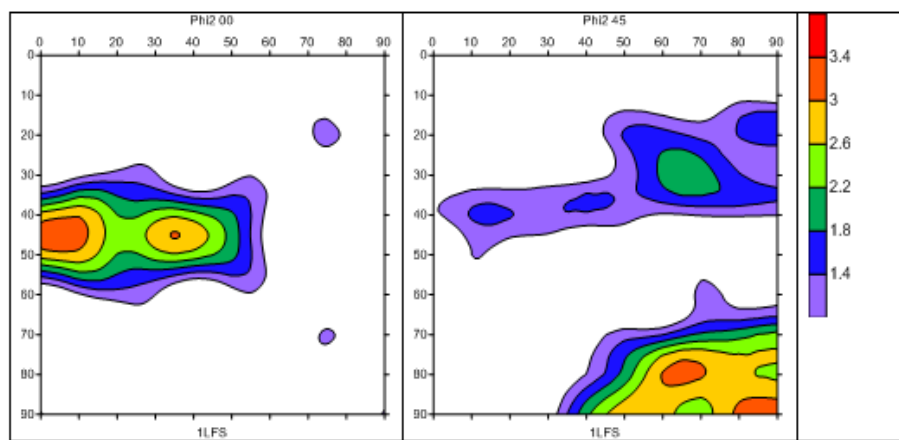


Figura 4-16: ODF da austenita deformada da amostra com 8 passes e pré-resfriada em salmoura (8SAL), Φ_2 em 0° e 45° .

A partir das ODF's analisadas (Figuras 4-11 a 4-16) confrontadas com dados da literatura destacados na Figura 2-12 (SOUZA FILHO, *et al.*, 2017), concluiu-se que as amostras 4TA e 4SAL possuem as componentes Goss rodado $\{110\}\langle 110\rangle$ como a mais acentuada, seguida de Latão $\{110\}\langle 122\rangle$ e Cisalhamento $\{321\}\langle 021\rangle$ e que ambas possuem média intensidade, porém a amostra 4TA apresenta uma textura mais intensa do que a amostra 4SAL. Já a amostra 6SAL apresentou média intensidade sendo a ordem desta: Goss rodado $\{110\}\langle 110\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e Cisalhamento $\{321\}\langle 021\rangle$, enquanto que a ordem de intensidade para a amostra 6TA foi a seguinte: Goss rodado $\{110\}\langle 110\rangle$, Latão $\{110\}\langle 122\rangle$ e Cisalhamento $\{321\}\langle 021\rangle$. No que se refere às amostras 8TA e 8SAL, foram produzidas texturas cristalográficas similares, com maior presença das componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$ e Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, além de uma considerável presença da componente Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, mais forte na amostra 8TA.

Neste estudo, os resultados para textura foram diferentes dos resultados relatados por SOUZA FILHO e colaboradores (2017), em que foram encontradas as componentes Goss $\{011\}\langle 100\rangle$, Brass $\{011\}\langle 211\rangle$ e S $\{123\}\langle 634\rangle$ para um aço inoxidável 201 submetido a diferentes níveis de deformação, que se justificam pela herança das componentes já presentes no material como recebido (laminado a quente).

4.2.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS

O comportamento mecânico referente à dureza do aço 201LN foi medido via Dureza Rockwell C (HRC) e comparado com as deformações verdadeiras as quais o mesmo foi submetido, tanto em temperatura ambiente, como em salmoura, desde a condição CR. Na Figura 4-17 está ilustrado o gráfico desta correlação.

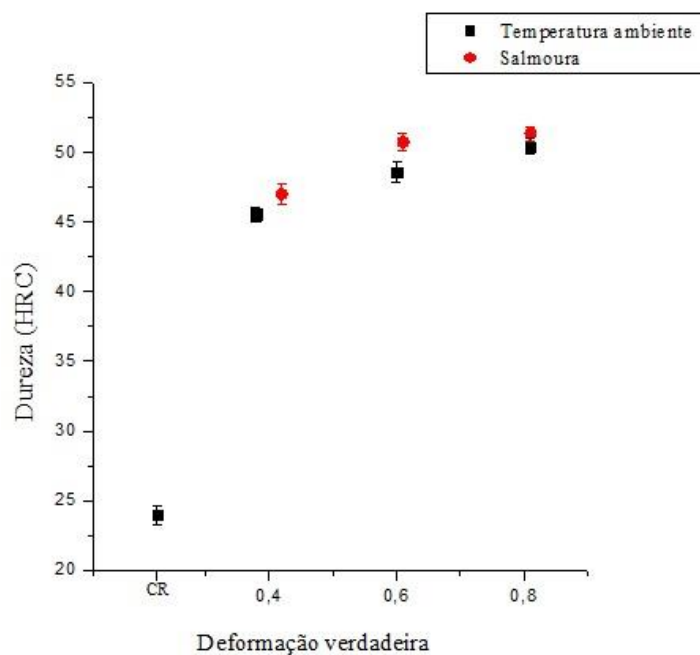


Figura 4-17: Comparação entre a dureza HRC e as deformações verdadeiras para as amostras na condição CR, laminadas em temperatura ambiente e pré-resfriadas em salmoura.

Nota-se que a diferença entre os dois processos é maior para as amostras laminadas com deformações verdadeiras de aproximadamente 0,4 e 0,6 (nesta ordem crescente), enquanto que para as amostras com 8 passes ($\epsilon = 0,8$), a macrodureza é praticamente a mesma. No que diz respeito à fração de martensita formada, há uma menor diferença entre as frações de martensita nas duas condições com esta mesma deformação verdadeira.

Além disso, nota-se um incremento tanto na dureza como na fração de martensita formada quando se reduz a temperatura da amostra durante a laminação, porém esta diferença é mais significativa na fração de martensita obtida do que na dureza.

Resumidamente, as amostras analisadas anteriormente via Ferritoscopia, Dureza Rockwell C e DRX (identificação de fases, quantificação de fases e textura), constituíram a base de estudos preliminares desta tese e estão sintetizadas na Tabela 4-26, seguidas das suas respectivas frações volumétricas de martensita e deformações verdadeiras.

Tabela 4-26: Amostras laminadas a frio seguidas de sua fração volumétrica de martensita (%) e deformação verdadeira (ϵ).

Nome da Amostra	Fração Volumétrica de Martensita (%)	Deformação verdadeira (ϵ)
4TA	11,24	$\epsilon = 0,38$
4SAL	17,70	$\epsilon = 0,42$
6TA	20,64	$\epsilon = 0,60$
6SAL	26,41	$\epsilon = 0,61$
8TA	26,26	$\epsilon = 0,81$
8SAL	30,71	$\epsilon = 0,81$

4.3 MATERIAL RECOZIDO – AVALIAÇÃO PRELIMINAR

As amostras laminadas a frio foram submetidas a 6 tratamentos térmicos previamente estudados por (SHIRDEL, *et al.*, 2015) com o intuito de se definir as condições ótimas de deformação e de recozimento para reversão, visando obter um significativo refinamento de grão a partir das técnicas de Ferritoscopia e Macro dureza.

4.3.1 PROCESSAMENTO

Para todas as amostras laminadas a frio, as condições de recozimento foram as seguintes para a avaliação preliminar: 750 °C nos tempos de encharque de 5; 10 e 15 minutos e 800 °C nos tempos de encharque de 1; 2,5 e 5 minutos.

4.3.2 QUANTIFICAÇÃO DE FASES

A quantificação de fases destas amostras foi avaliada por Ferritoscopia de acordo com as diferentes condições de laminação e de tratamento térmico apresentadas na Tabela 3-2. Na Figura 4-18 é mostrada a evolução da fração volumétrica de martensita em função das diferentes condições de laminação e tratamento térmico para reversão.

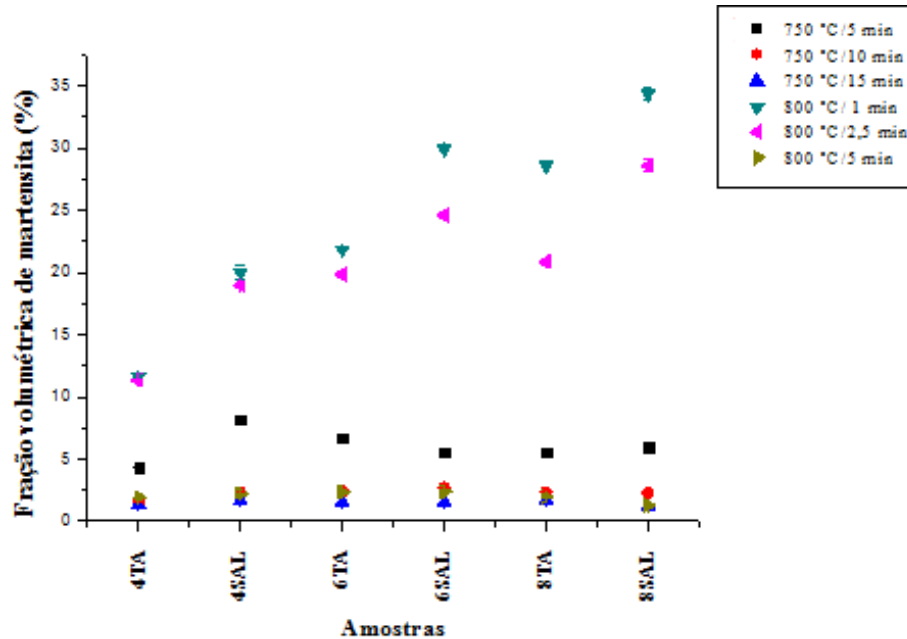


Figura 4-18: Evolução da fração volumétrica de martensita em função das condições de laminação 4, 6 e 8 passes e de tratamento térmico para reversão.

Observa-se que no tratamento térmico à 750 °C por 15 minutos há uma menor fração volumétrica de martensita, inclusive para as amostras que foram laminadas com 8 passes e pré-resfriadas em salmoura (8SAL), sendo que esta condição praticamente se iguala ao tratamento térmico a 800 °C por 5 minutos. Portanto, ambas as condições são as mais adequadas para se ter uma maior reversão da fase austenítica, uma vez que apresentam baixas frações de martensita formadas.

4.3.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Uma das respostas quanto às propriedades mecânicas destas amostras foi dada via Dureza Vickers (HV) e é apresentada na Figura 4-19.

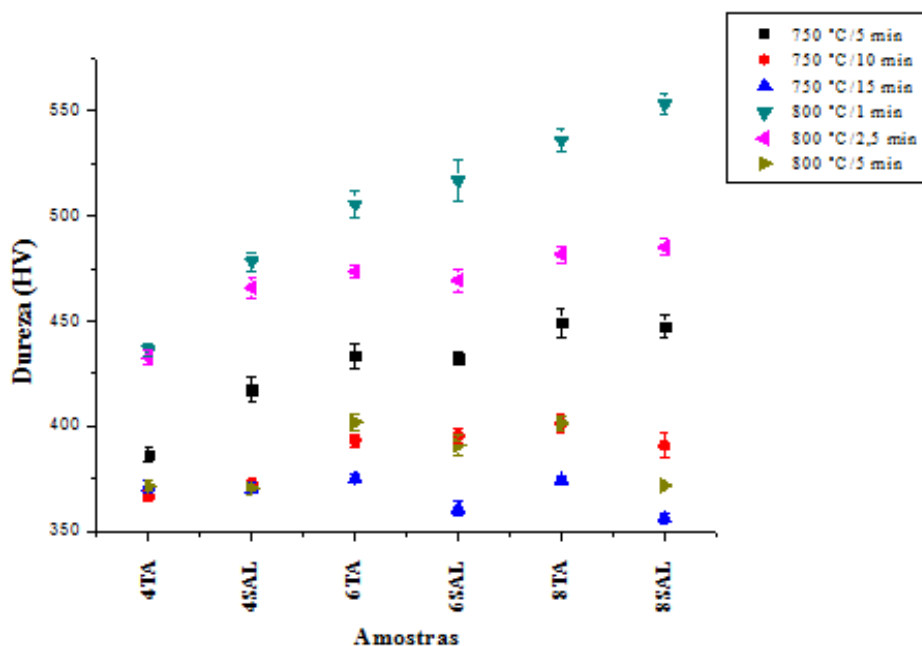


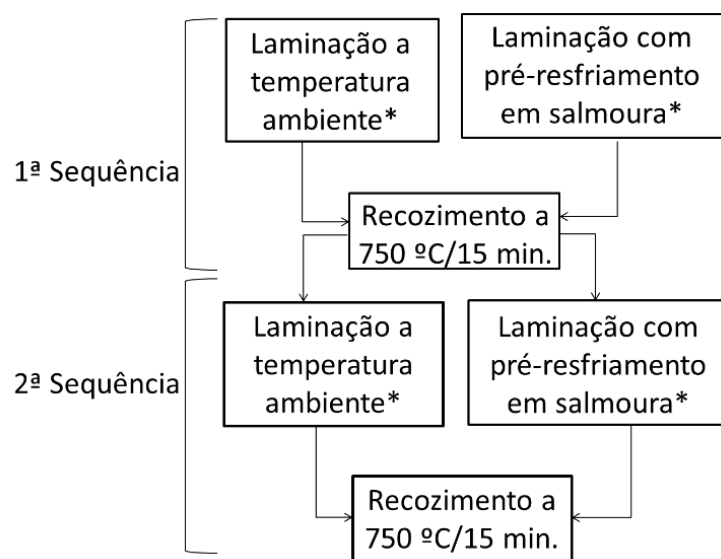
Figura 4-19: Correlação da dureza Vickers (HV) em função das condições de laminação 4, 6 e 8 passes e de tratamento térmico para reversão.

Observam-se maiores valores de dureza para o recozimento a uma temperatura de 800 °C por 1 minuto, porém de forma similar à Ferritoscopia, a temperatura de 750 °C por um tempo de 15 minutos, apresentou uma menor dureza, principalmente para a amostra com 8 passes e pré-resfriada em salmoura (8SAL). Já o tratamento de 800 °C por 5 minutos apresentou uma dureza maior quando comparada à condição de 750 °C por 15 minutos. Sendo assim, ficou estabelecido que a condição ótima para laminação são 8 passes, pois isto promove uma maior susceptibilidade à transformação martensítica, e para o tratamento térmico são: Uma temperatura de 750 °C e um tempo de encharque de 15 minutos, pois este recozimento apresentou baixas porcentagens de martensita e uma menor dureza, quando comparado às demais condições. Desta forma se pode prever que nas próximas etapas deste estudo, o material 201LN apresentará uma maior reversão da martensita formada e conseqüentemente, um refinamento de grão austenítico.

4.4 MATERIAL NAS CONDIÇÕES OTIMIZADAS – PRIMEIRA ETAPA

4.4.1 PROCESSAMENTO

Conforme descrito na seção 4.3.3, a condição ótima de processamento para este material é a laminação a frio com 8 passes (uma sequência), tanto em temperatura ambiente como em salmoura, havendo a necessidade de se realizar uma etapa de recozimento a 750 °C por 15 minutos após cada sequência de laminação, conforme mostrado por (HAMADA, *et al.*, 2015) e (SHIRDEL, *et al.*, 2015), com o objetivo de se ter um refinamento significativo de grão. Para isto, foi determinada uma rota de processamento composta por 2 sequências de laminação e 2 tratamentos térmicos de recozimento para reversão. Na Figura 4-20 é apresentada a rota com as condições otimizadas de processamento e de tratamento térmico para estas amostras, nesta primeira etapa.



*8 passes de redução, com 10% de redução a cada passe.

Figura 4-20: Rota das condições otimizadas na primeira etapa de processamento e de tratamento térmico do material em estudo.

As quatro amostras de dimensão 8,5 cm x 4 cm do AIAs 201LN com espessura inicial de 4,96 mm foram laminadas à temperatura ambiente e após pré-resfriamento em salmoura (-5 °C) com reduções na espessura de aproximadamente 10% em cada passe. Estas amostras foram separadas a cada etapa de processamento e seguem a seguinte nomenclatura: 1LF (1 sequência de laminação equivalente às amostras 8TA e 8SAL), 1TT_15 (1 sequência de

laminação e 1 recozimento a 750 °C por 15 minutos), 2LF (2 sequências de laminação e 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 minutos), 2TT_15 (2 sequências de laminação, 1 recozimento intermediário e 1 recozimento final a 750 °C por 15 minutos), seguidas das siglas TA (laminadas em temperatura ambiente) e SA (laminadas e pré-resfriadas em salmoura).

A partir dos valores de espessura encontrados, foi possível calcular as deformações impostas em cada processo de redução, assim como a deformação efetiva segundo as equações 4.3 e 4.4. De forma similar à apresentada na seção 4.1.1, também foi possível calcular a homogeneidade da deformação no processo de laminação através do parâmetro Δ (Equação 4-5), onde para valores de $\Delta > 1$ a deformação é definida como heterogênea e para $\Delta < 1$ homogênea.

A seguir são apresentadas as reduções na espessura, as deformações verdadeiras (ϵ), as deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ em cada passe, para as amostras 1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA.

Tabela 4-27: Reduções na espessura, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e o parâmetro Δ em cada passe, para as amostras 1LFTA e 1LFSA.

Amostra	Número de passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
1LFTA (Similar à 8TA)	1	4,96	4,47	9,88	0,10	0,12	0,82
	2	4,47	4,09	8,50	0,09	0,10	0,85
	3	4,09	3,72	9,05	0,09	0,11	0,78
	4	3,72	3,35	9,95	0,10	0,12	0,71
	5	3,35	2,98	11,04	0,12	0,13	0,64
	6	2,98	2,7	9,40	0,10	0,11	0,66
	7	2,7	2,48	8,15	0,08	0,10	0,68
	8	2,48	2,21	10,89	0,12	0,13	0,55
Média	-			9,61	0,10	0,12	0,71
1LFSA (Similar à 8SAL)	1	4,96	4,40	11,29	0,12	0,14	0,76
	2	4,4	3,97	9,77	0,10	0,12	0,78
	3	3,97	3,51	11,59	0,12	0,14	0,67
	4	3,51	3,16	9,97	0,11	0,12	0,69
	5	3,16	2,89	8,54	0,09	0,10	0,71
	6	2,89	2,58	10,73	0,11	0,13	0,60
	7	2,58	2,32	10,08	0,11	0,12	0,59
	8	2,32	2,09	9,91	0,10	0,12	0,56
Média	-			10,24	0,11	0,12	0,67

Tabela 4-28: Reduções na espessura, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ em cada passe, para a amostra 2LFTA.

Amostra	Número de passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
2LFTA	Primeira Sequência de Laminação						
	1	4,96	4,45	10,28	0,11	0,12	0,81
	2	4,45	4,15	6,74	0,07	0,08	0,96
	3	4,15	3,80	8,43	0,09	0,10	0,82
	4	3,80	3,36	11,58	0,12	0,14	0,66
	5	3,36	3,04	9,52	0,10	0,12	0,69
	6	3,04	2,73	10,20	0,11	0,12	0,63
	7	2,73	2,48	9,16	0,10	0,11	0,64
	8	2,48	2,25	9,27	0,10	0,11	0,60
	Segunda Sequência de Laminação após Recozimento a 750 °C/ 15 min						
	9	2,25	1,87	16,89	0,18	0,21	0,41
	10	1,87	1,68	10,16	0,11	0,12	0,50
	11	1,68	1,56	7,14	0,07	0,09	0,57
	12	1,56	1,45	7,05	0,07	0,08	0,55
	13	1,45	1,35	6,90	0,07	0,08	0,54
	14	1,33	1,33	0,00	0,00	0,00	-
15	1,33	1,18	11,28	0,12	0,14	0,40	
16	1,15	1,15	0,00	0,00	0,00	-	
Média	-			8,41	0,09	0,10	0,63

Tabela 4-29: Reduções na espessura, deformações verdadeiras (ϵ), deformações efetivas (ϵ_{ef}) e parâmetro Δ em cada passe, para a amostra 2LFSA.

Amostra	Número de passes	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)	Redução por passe (%)	ϵ	ϵ_{ef}	Δ
2LFSA	Primeira Sequência de Laminação						
	1	4,96	4,44	10,48	0,11	0,13	0,80
	2	4,44	4,02	9,46	0,10	0,11	0,80
	3	4,02	3,64	9,45	0,10	0,11	0,76
	4	3,64	3,30	9,34	0,10	0,11	0,73
	5	3,30	3,00	9,09	0,10	0,11	0,70
	6	3,00	2,71	9,67	0,10	0,12	0,65
	7	2,71	2,50	7,75	0,08	0,09	0,70
	8	2,50	2,24	10,40	0,11	0,13	0,57
	Segunda Sequência de Laminação após Recozimento a 750 °C/ 15 min						
	9	2,24	1,90	15,18	0,16	0,19	0,43
	10	1,90	1,75	7,89	0,08	0,09	0,58
	11	1,75	1,61	8,00	0,08	0,10	0,55
	12	1,61	1,54	4,35	0,04	0,05	0,73
	13	1,54	1,44	6,49	0,07	0,08	0,58
	14	1,44	1,33	7,64	0,08	0,09	0,51
15	1,33	1,29	3,01	0,03	0,04	0,80	
16	1,29	1,22	5,43	0,06	0,06	0,58	
Média	-			8,35	0,09	0,10	0,65

Observou-se que as variações médias de redução para as amostras com uma sequência de laminação foram de 9,61% (1LFTA) e 10,24% (1LFSA), enquanto que as amostras submetidas a duas sequências de laminação (2LFTA e 2LFSA) obtiveram uma média de redução de 8,41% e 8,35%, respectivamente. Para estas últimas, são encontrados valores de reduções bem baixos, sobretudo nos passes finais de laminação. Isto está associado à uma limitação do laminador piloto, pois os melhores ajustes possíveis para se realizar uma redução de 10% a cada passe, conforme estipulado por este estudo, foram realizadas, porém é necessário respeitar o limite de marcação final do mesmo. Segundo o critério adotado para análise do parâmetro Δ , concluiu-se que foram alcançadas deformações homogêneas ($\Delta < 1$) para todas as amostras submetidas a uma sequência de laminação (1LFTA e 1LFSA) e também para as amostras submetidas a duas sequências de laminação (2LFTA e 2LFSA).

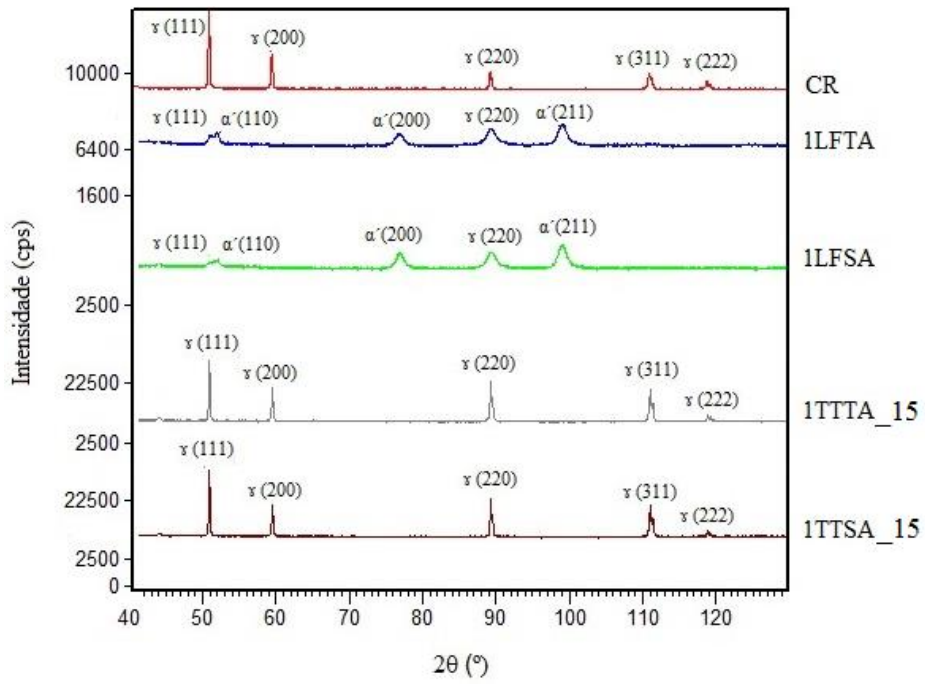
4.4.2 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE FASES

Para este conjunto de amostras otimizadas na primeira etapa, a quantificação de fases foi realizada via Ferritoscopia e com o intuito de se identificar as fases presentes neste material, foi realizada a técnica de DRX. Na Figura 4-21 é apresentada uma comparação entre os difratogramas das amostras nas distintas condições em estudo.

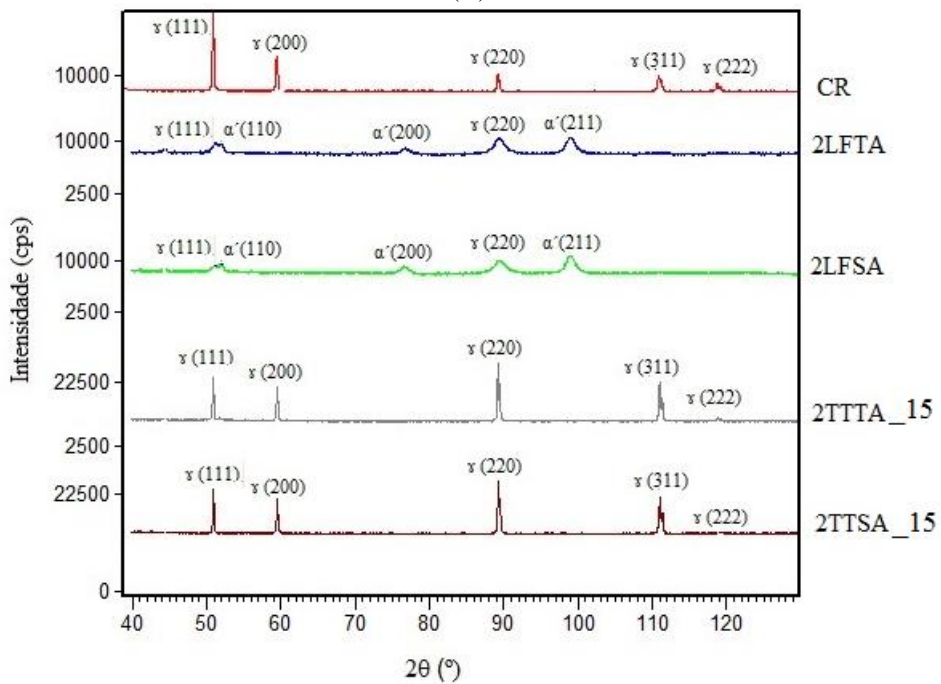
Na Figura 4-21 o difratograma da amostra CR é um comparativo de base para a evolução na formação de martensita nas amostras laminadas e o retorno à condição 100% austenítica das amostras recozidas, além de se comparar os picos difratados e observar se há algum indicativo de mudança de textura devido à uma modificação na ordem de intensidade dos picos dos planos de difração da austenita.

Observou-se que com a primeira sequência de laminação a temperatura ambiente (amostra 1LFTA, equivalente à amostra 8TA) há a formação de picos de martensita α' com orientações (110), (200) e (211), havendo um decréscimo na intensidade do pico de austenita (111) e o desaparecimento dos picos de austenita (311) e (222). Sendo assim, as amostras pertinentes a ambas as sequências de laminação, seja a temperatura ambiente ou com pré-resfriamento em salmoura (1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA), possuem os mesmos picos de austenita e martensita. Já as amostras pertinentes aos recozimentos subsequentes a ambas as sequências de laminação (1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_15 e 2TTSA_15) possuem os mesmos picos de austenita, com as mesmas orientações, havendo uma mudança nas intensidades destas, pois não são as mesmas em ordem de intensidades quando se compara ao que é apresentado na amostra CR. Isto se deve ao tratamento térmico de recozimento aplicado nestas amostras, que permitiu a reversão da martensita em austenita.

Na Figura 4-22 são apresentados os gráficos que correlacionam os perfis dos picos difratados da austenita, com orientações (111), (200), (220), (311) e (222) quanto às suas respectivas intensidades, áreas e larguras a meia altura. Enquanto que a Figura 4-23, apresenta os gráficos que correlacionam os perfis dos picos de martensita, de orientações (110), (200) e (211), com suas intensidades, áreas e larguras a meia altura, para todas as amostras em estudo.



(A)



(B)

Figura 4-21: Difratomogramas das amostras CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15 e 1TTSA_15 (A) e CR, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15 (B).

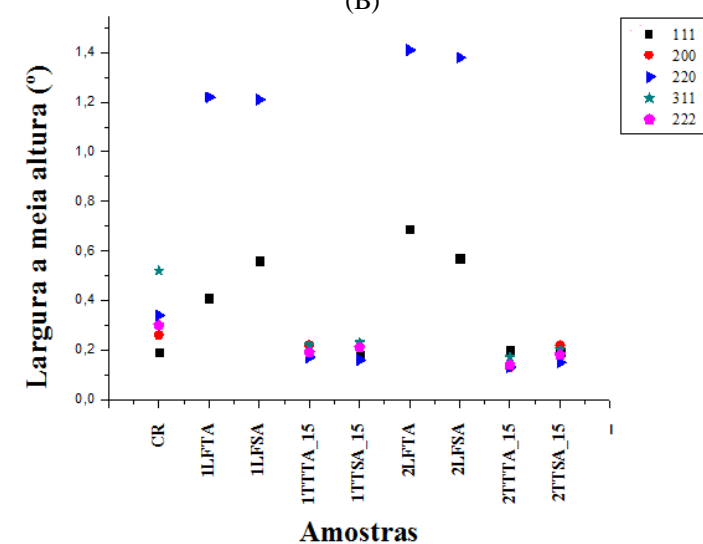
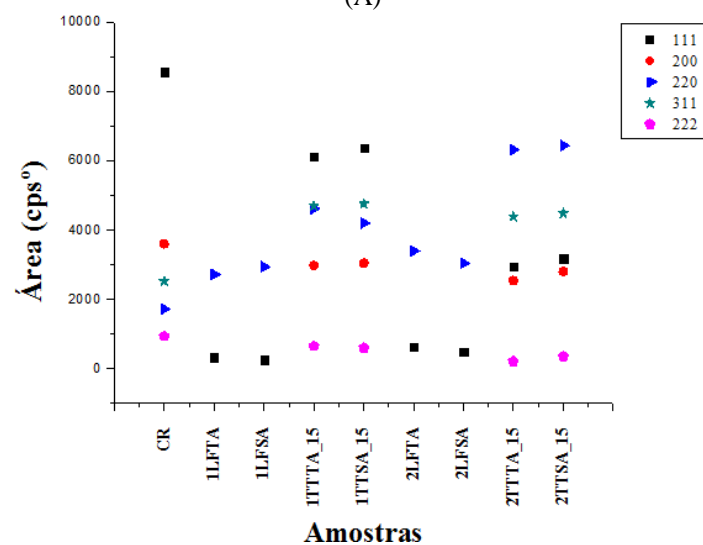
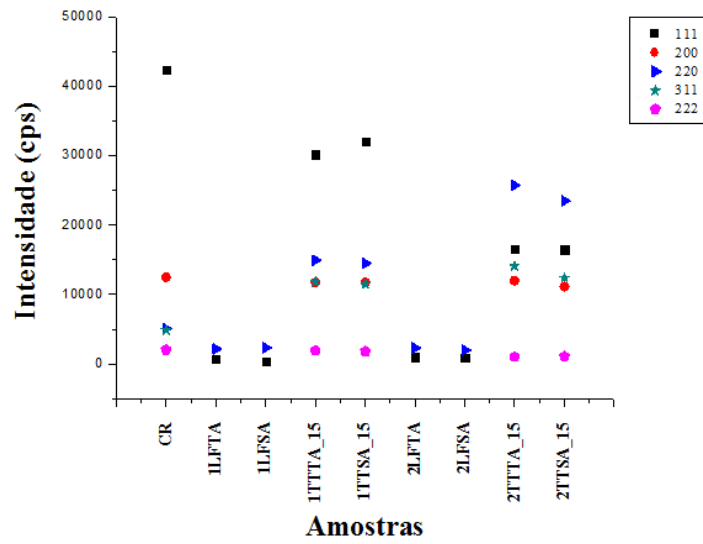
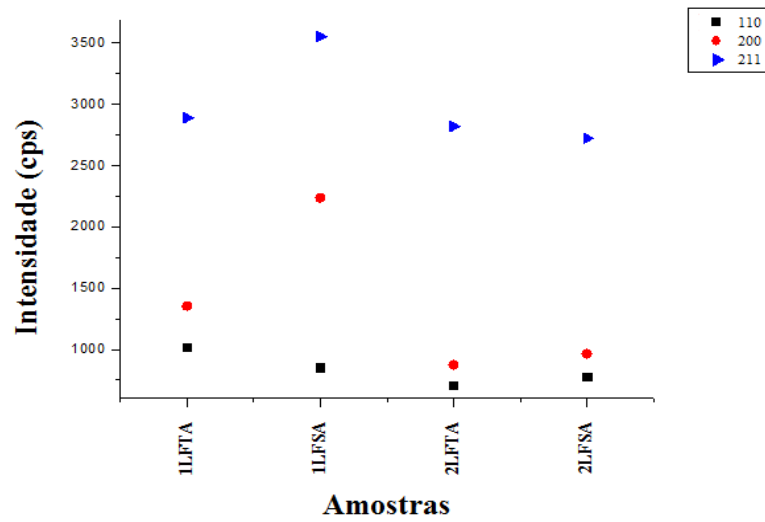
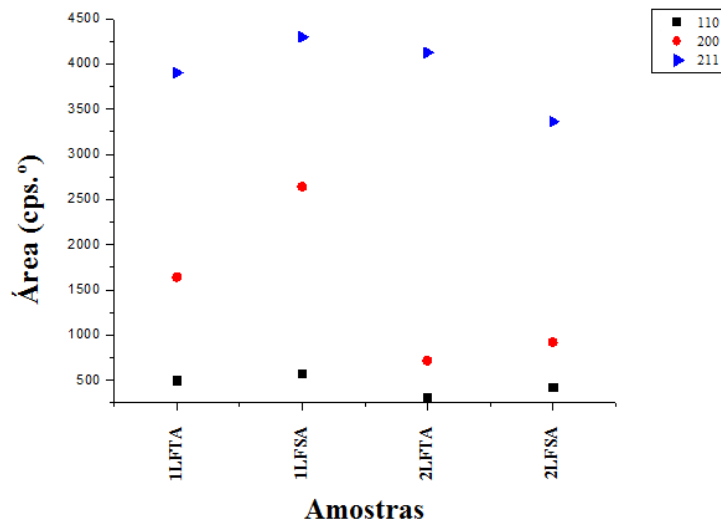


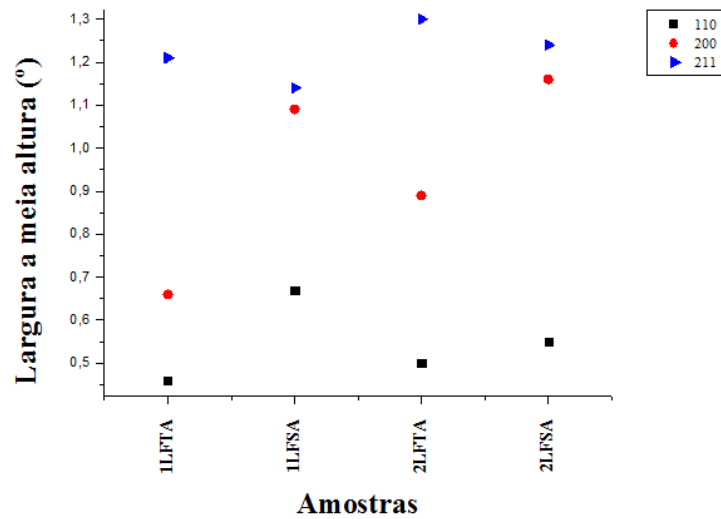
Figura 4-22: Correlação das intensidades (A), áreas (B) e larguras a meia altura (C) dos picos difratados de austenita das amostras CR, 1LFTA, 1LFSa, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSa, 2TTTA_15 e 2TTSA_15.



(A)



(B)



(C)

Figura 4-23: Correlação das intensidades (A), áreas (B) e larguras a meia altura (C) dos picos difratados de martensita das amostras 1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA.

Observou-se pelos difratogramas e análise de perfil dos picos da austenita para as amostras laminadas na primeira sequência e segunda sequência, seja a temperatura ambiente (1LFTA e 2LFTA) ou com pré-resfriamento em salmoura (1LFSA e 2LFSA), o total consumo de maior parte das orientações da austenita (picos de DRX (200), (311) e (222)) e a retenção de determinadas orientações (picos de DRX (111) e (220), com maior fração para (220) em função da intensidade e área) que se faziam presentes na condição como recebida (CR). Por outro lado, com a formação da martensita α' observa-se a presença de 3 orientações específicas (picos de DRX (110), (200) e (211)) conforme destacado nos difratogramas e análise do perfil dos picos da martensita. Além disso, observou-se pela largura a meia altura, indicativos quanto à presença de encruamento na austenita retida, sendo mais significativo para a orientação associada ao pico (220) em relação ao (111), para ambas as sequências de laminação, e mais pronunciado, para a segunda sequência de laminação. Em relação à formação resultante das sequências de laminação, as orientações que apresentam maior, intermediário e menor fração estão associadas a (211), (200) e (110) nesta ordem (em função da intensidade e área dos picos), e da mesma forma acumulando maior quantidade de encruamento (em função da largura a meia altura). No entanto, as intensidades/áreas dos picos de martensita formados com a segunda sequência de laminação se mostram menos intensos e largura meio altura mais significativas para as principais orientações formadas ((110) e (200)), que confirma o fato que quanto menor o tamanho de grão menor a propensão de formação de martensita e consequente aumento no encruamento tanto da martensita formada como da austenita retida, observações que corroboram com a literatura, descritas por ESKANDARI e colaboradores (2009).

Em relação ao recozimento para reversão realizado após a primeira e segunda sequência de laminação, sejam estas a temperatura ambiente (1TTTA_15 e 2TTTA_15) ou com pré-resfriamento em salmoura (1TTSA_15 e 2TTSA_15), observa-se a completa reversão da martensita em austenita, conforme difratogramas apresentados e análise de perfil de picos da austenita. As orientações da austenita (picos de DRX em ordem de intensidade/área (111), (220), (311), (200) e (222)) das amostras recozidas após a primeira sequência de laminação são as mesmas da amostra como recebida (CR) (picos de DRX em ordem de intensidade/área (111), (200), (220), (311) e (220)), mas com ordem distante de frações (em função da intensidade e área dos picos) e com, aparentemente, menor presença de encruamento residual (em função da menor largura a meia altura para todos os picos de DRX). O mesmo comportamento, em termos de orientações presentes, se faz para as amostras recozidas após a

segunda sequência de laminação, porém existe uma mudança na formação das orientações principais no processo de reversão, onde a fração mais significativa passa a ser (220) ao invés de (111) da austenita, com base nos valores de intensidade/área dos picos.

A evolução e quantificação da fase martensítica também foi medida por Ferritoscopia para as amostras CR, 1LF, 1TT_15, 2LF e 2TT_15, laminadas tanto em temperatura ambiente, como em salmoura. Na Figura 4-24 está ilustrado o gráfico desta correlação.

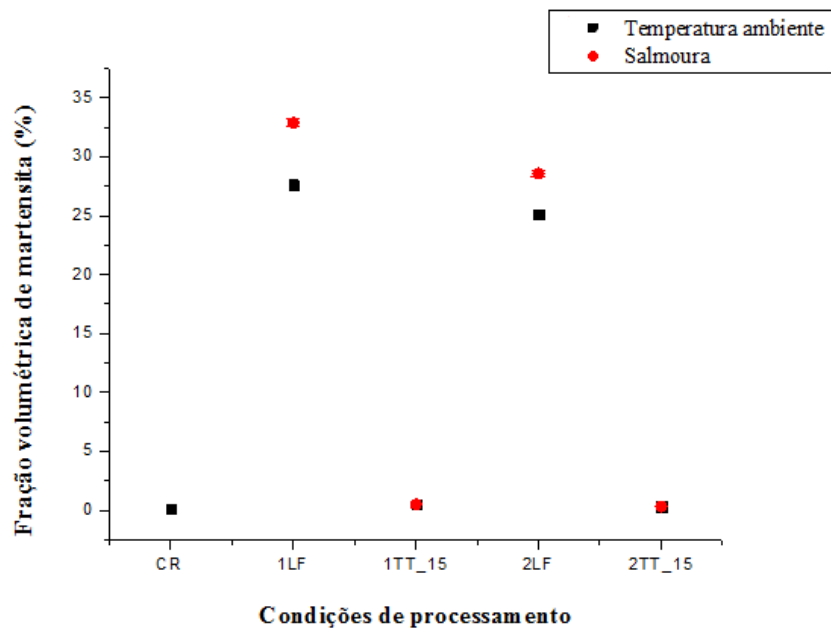


Figura 4-24: Evolução da fração volumétrica de martensita em função das condições de processamento, desde a condição como recebida (CR).

Observou-se que há uma fração residual de martensita de aproximadamente 0,12% para a amostra CR. Além disso, observou-se que nas amostras pré-resfriadas nas condições de 1LF e 2LF há uma fração volumétrica de fase ferromagnética maior do que nas amostras laminadas em temperatura ambiente, para as mesmas condições. Já nas condições 1TT_15 e 2TT_15, estes valores foram bem próximos e menores que 1%. Como este percentual de fase ferromagnética descreveu forma significativa com a aplicação do recozimento nas amostras laminadas, pode-se assim inferir que esta fase ferromagnética é a martensita α' .

Concluiu-se também que os fatores de correção de espessura empregados influenciaram os valores medidos por Ferritoscopia de maneira oposta. A correção sugerida por TALONEN e colaboradores (2004) superestimou os resultados para as amostras 1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA, enquanto que a correção descrita por LISCHKA (2013) e pelas Equações 3.1, 3.2 e 3.3 superestimaram seus valores para as amostras tratadas termicamente (1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_15 e 2TTSA_15).

4.4.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

A caracterização mecânica via Dureza Vickers (HV) do aço 201LN, na condição CR e para todas as demais condições é apresentada na Figura 4-25.

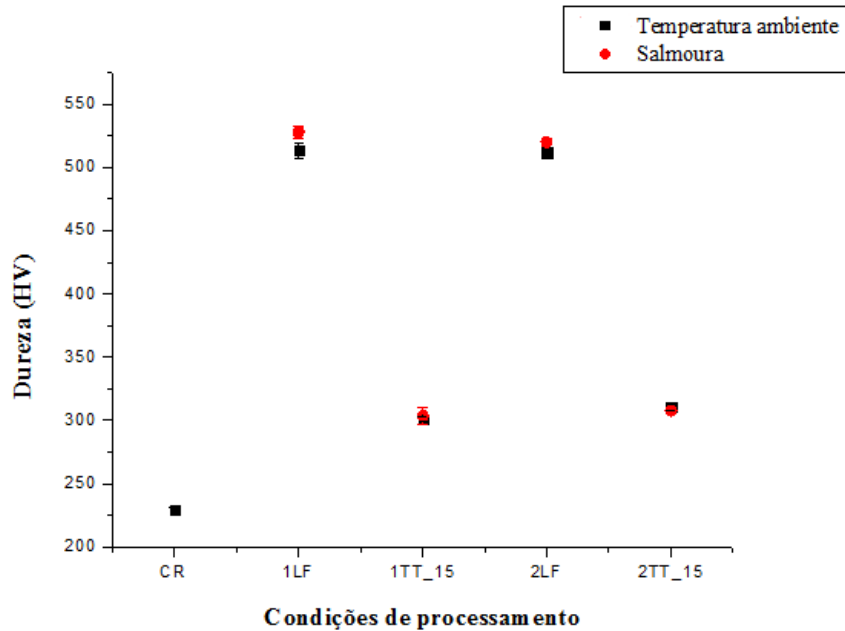


Figura 4-25: Correlação da Dureza HV em função das condições de processamento, desde a condição como recebida (CR).

De modo similar à Ferritoscopia, observou-se que nas amostras pré-resfriadas nas condições de 1LF e 2LF, a dureza foi maior do que nas amostras laminadas em temperatura ambiente, para as mesmas condições, porém esta diferença é menos significativa quando comparada à primeira técnica. Isto se deve ao fato de que a laminação em baixa temperatura faz com que o material se torne mais susceptível à transformação martensítica e, portanto, quanto maior a fração volumétrica de martensita, maior será também o valor de dureza deste material.

Para as condições 1TT_15 e 2TT_15, estes valores foram bem próximos, porém para a amostra pré-resfriada na condição 2TT_15 esta dureza é ligeiramente menor, quando comparada à amostra laminada em temperatura ambiente, para esta mesma condição. A justificativa para tal comportamento está relacionada ao fato de a amostra 2TT_15 ter sido submetida a 2 sequências de laminação e 2 tratamentos.

4.4.4 MACROTEXTURA

A evolução textural da austenita deformada das amostras submetidas às condições otimizadas foram avaliadas através das ODF's, com as seções Φ_{i2} em 0 e 45°, segundo a notação de Bunge. A fim de uma melhor compreensão, as ODF's foram agrupadas segundo a sequência de processamento. Nas Figura 4-26 e Figura 4-27 são apresentadas as ODF's das amostras submetidas a uma sequência de laminação em temperatura ambiente (1LFTA) e uma sequência de laminação em salmoura (1LFSA).

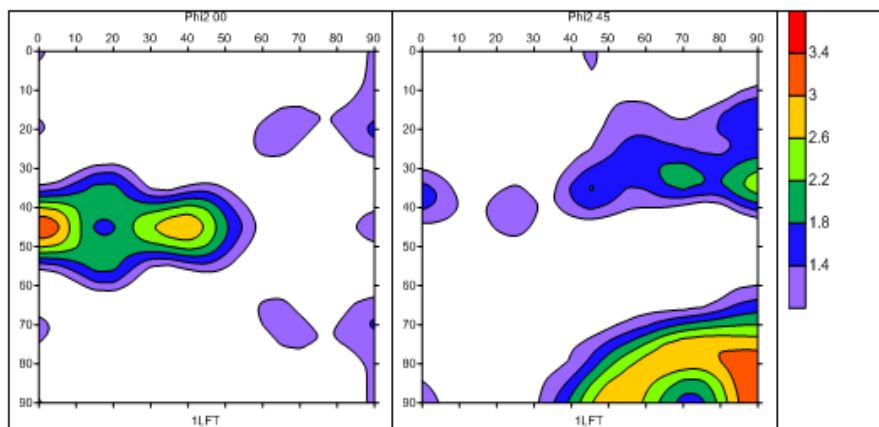


Figura 4-26: ODF da austenita deformada da amostra 1LFTA (similar à amostra 8TA), Φ_{i2} em 0° e 45°.

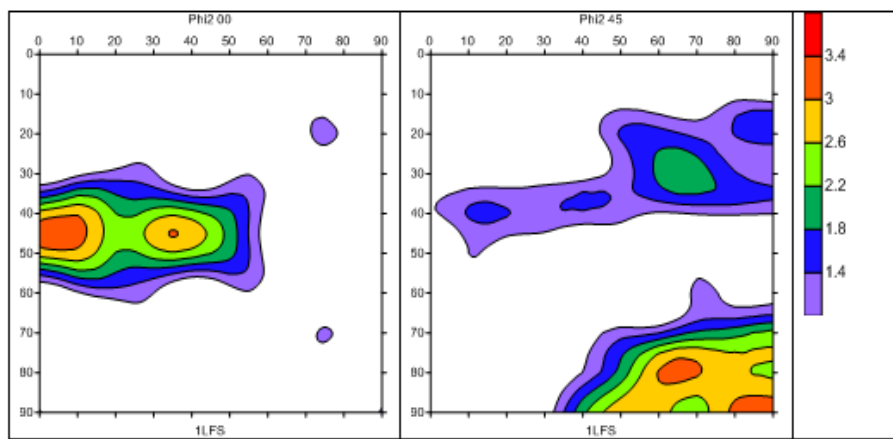


Figura 4-27: ODF da austenita deformada da amostra 1LFSA (similar à amostra 8SAL), Φ_{i2} em 0° e 45°.

Os processamentos com uma sequência de laminação a temperatura ambiente (1LFTA) e em salmoura (1LFSA) produziram texturas cristalográficas similares, com maior presença da componente Goss $\{110\}\langle 100\rangle$ e Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, além de uma considerável presença da componente Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, mais forte na amostra 1LFTA. Os diferentes processamentos não produziram mudanças significativas na orientação dos grãos dessas amostras.

Nas Figura 4-28 e Figura 4-29 são apresentadas as ODF's das amostras submetidas a uma sequência de laminação em temperatura ambiente, seguida de um recozimento intermediário por 15 minutos (1TTTA_15) e uma sequência de laminação em salmoura, seguida de um recozimento intermediário por 15 minutos (1TTSA_15).

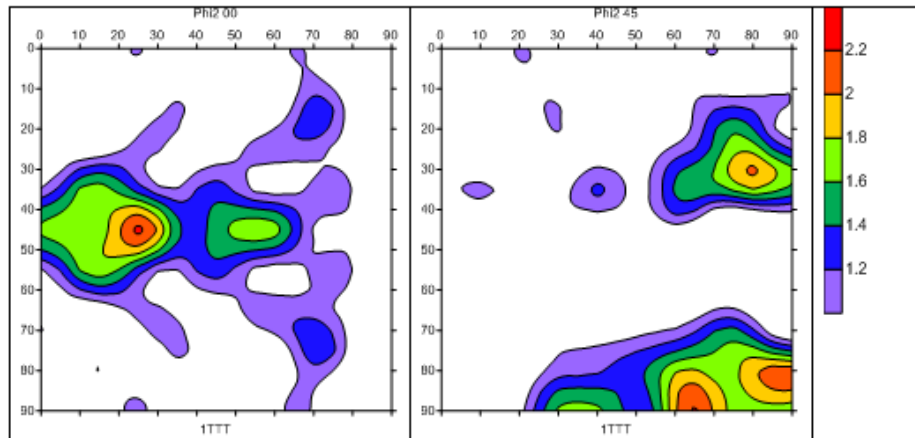


Figura 4-28: ODF da austenita deformada da amostra 1TTTA_15, Φ_{i2} em 0° e 45° .

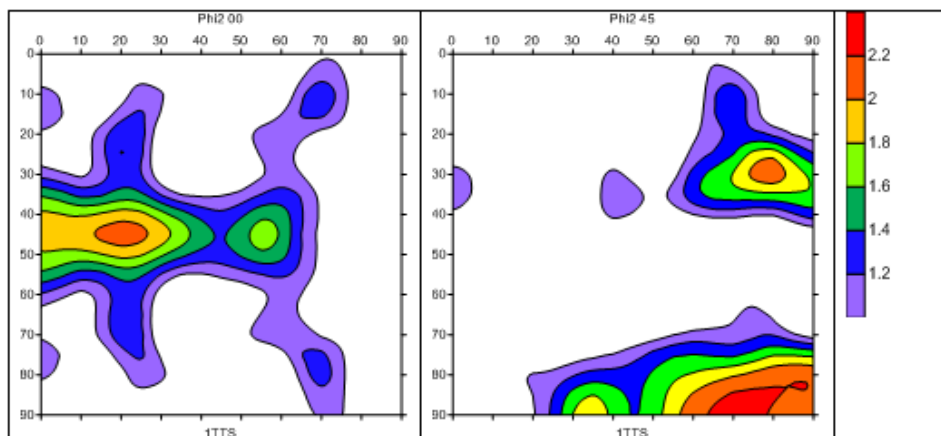


Figura 4-29: ODF da austenita deformada da amostra 1TTSA_15, Φ_{i2} em 0° e 45° .

De forma similar às ODF's anteriores, os processamentos das amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15 não produziram diferenças significativas nas texturas cristalográficas, não ocorrendo o fortalecimento das componentes cristalográficas destacadas nem a alteração no espalhamento das fibras. Para ambas as amostras, os resultados indicaram uma textura cristalográfica fraca com pequena formação das componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{100\}\langle 112\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e a componente Taylor $\{4,4,8\}\langle 11,11,8\rangle$, para a amostra 1TTSA_15.

Nas Figura 4-30 e Figura 4-31 são mostradas as ODF's das amostras submetidas a duas sequências de laminação em temperatura ambiente e um recozimento intermediário (2LFTA) e duas sequências de laminação em salmoura e um recozimento intermediário (2LFSA).

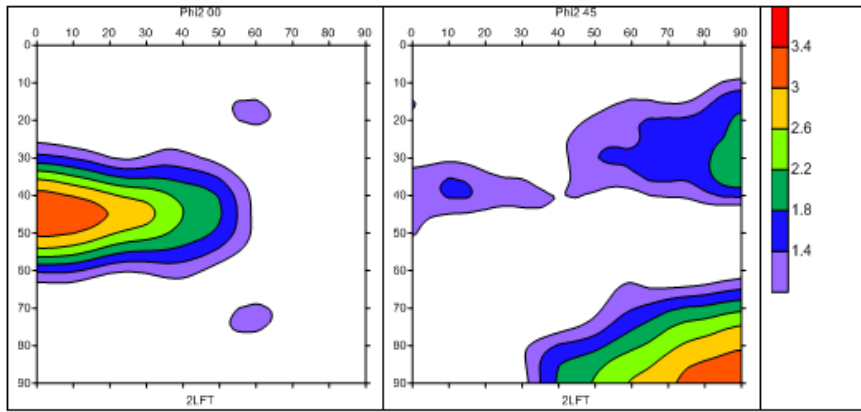


Figura 4-30: ODF da austenita deformada da amostra 2LFTA, Φ_{i2} em 0° e 45° .

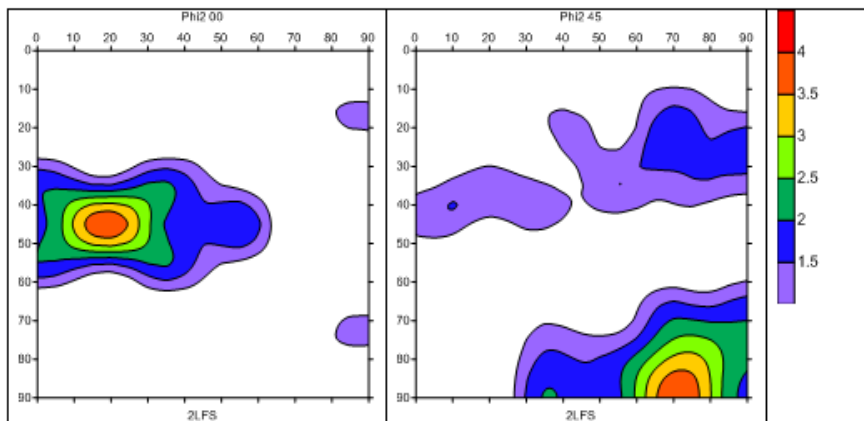


Figura 4-31: ODF da austenita deformada da amostra 2LFSA, Φ_{i2} em 0° e 45° .

Pode-se observar que na amostra 2LFTA há uma maior presença das componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$ e Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, além da presença considerável da componente Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$. Já na amostra 2LFSA observou-se uma fraca textura cristalográfica com presença das componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e Taylor $\{4,4,11\}\langle 11,11,8\rangle$, o que pode indicar pequena facilidade à deformação mecânica.

Nas Figura 4-32 e Figura 4-33 são apresentadas as ODF's das amostras submetidas a duas sequências de laminação em temperatura ambiente e dois recozimentos por 15 minutos (2TTTA_15) e duas sequências de laminação em salmoura e dois recozimentos por 15 minutos (2TTSA_15).

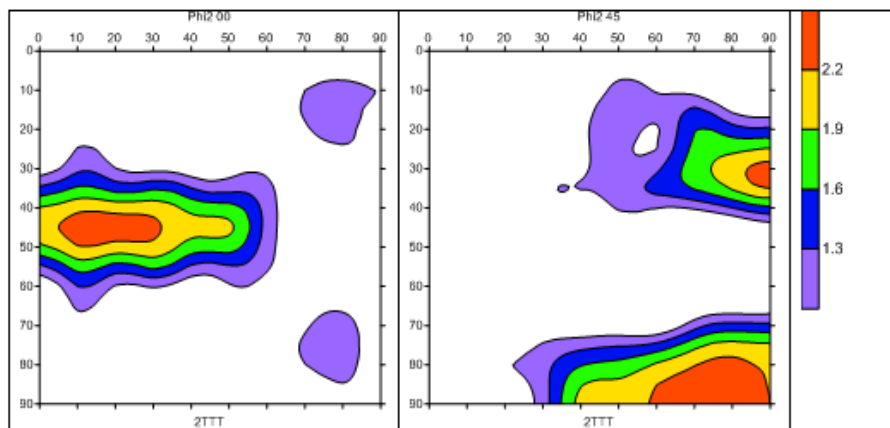


Figura 4-32: ODF da austenita deformada da amostra 2TTTA_15, Φ_2 em 0° e 45° .

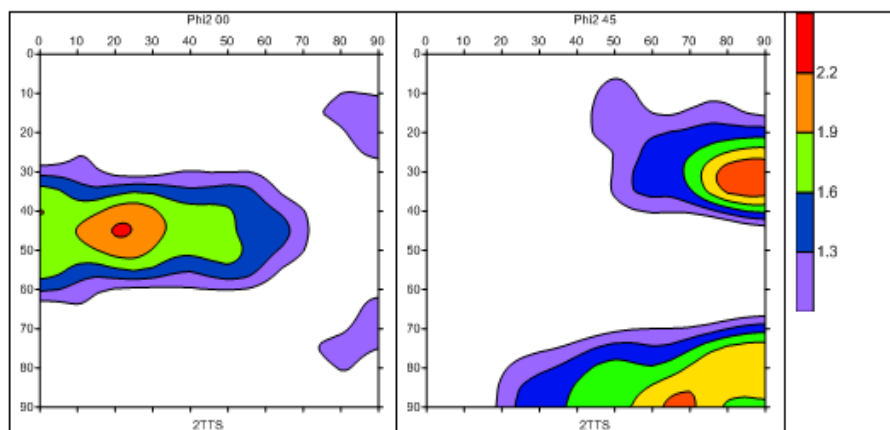


Figura 4-33: ODF da austenita deformada da amostra 2TTSA_15, Φ_2 em 0° e 45° .

Em ambas as amostras estão presentes as componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e Taylor $\{4,4,11\}\langle 11,11,8\rangle$, sendo que na amostra 2TTSA_15, a textura se apresentou mais fraca do que na amostra 2TTTA_15, indicando pequena facilidade à deformação mecânica. As amostras 2TTTA_15 e 2TTSA_15 apresentaram textura cristalográfica mais fraca do que as processadas anteriormente.

A literatura ainda não dispõe de análises de macrot textura para AIAs 201 submetido a recozimento para reversão após o processamento de laminação a frio, porém no que diz respeito aos AIAs da série 300, SUN e colaboradores (2018) mostraram que em aquecimento contínuo a 700°C a 2°C/s , a textura da austenita foi caracterizada pela orientação mais forte Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, um componente de Goss mais forte $\{110\}\langle 001\rangle$ e um componente menor de Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$. Aumentando as taxas de aquecimento para 20°C/s e 100°C/s , a textura mais forte mudou para a componente Goss $\{110\}\langle 001\rangle$, seguido por uma componente forte Latão $\{110\}\langle 112\rangle$ e uma componente mais fraca Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$. Aparentemente notou-se que a taxa de aquecimento não teve efeito significativo sobre a textura da austenita recozida, resumidamente, eles retrataram que a mudança do mecanismo de reversão induzida

pela taxa de aquecimento não afetou a textura. Resultados semelhantes foram obtidos em um estudo anterior desenvolvido por (SOMANI *et al.*, 2009), os quais encontraram que as mesmas orientações principais (Brass, Goss, Cobre e S) foram observadas na reversão por recozimento, independentemente do mecanismo de reversão.

4.5 MATERIAL NAS CONDIÇÕES OTIMIZADAS – SEGUNDA ETAPA

4.5.1 PROCESSAMENTO

Até o presente momento, ficou definida para este estudo, uma rota de processamento descrita na Figura 4-20. No entanto, após análise de MEV para as amostras laminadas em temperatura ambiente com um tratamento térmico de recozimento para reversão (1TTTA_15) e com dois tratamentos térmicos de recozimento para reversão (2TTTA_15) observou-se que a amostra referente ao final desta rota (2TTTA_15) não apresentou o refinamento de grão previsto por SHIRDEL e colaboradores (2015), mas sim um aparente crescimento de grão. Na Figura 4-34 são apresentadas as micrografias das amostras 1TTTA_15 com um aumento de 1500x (A), 1TTTA_15 com um aumento de 5000x (B), 2TTTA_15 com um aumento de 1500x (C) e 2TTTA_15 com um aumento de 5000x (D).

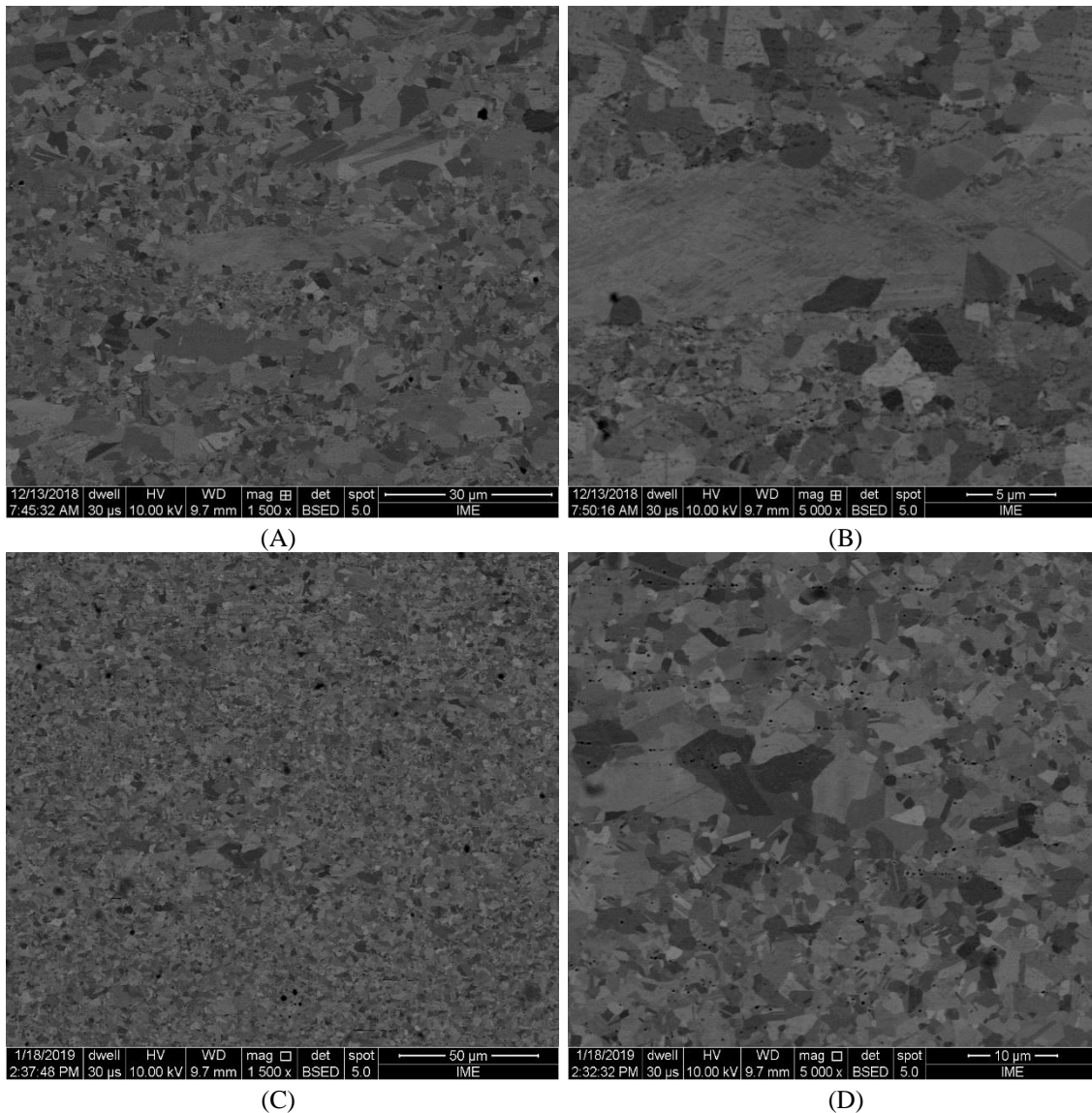


Figura 4-34: Micrografias das amostras 1TTTA_15 com um aumento de 1500x (A), 1TTTA_15 com um aumento de 5000 x (B), 2TTTA_15 com um aumento de 1500x (C) e 2TTTA_15 com um aumento de 5000 x (D).

A partir da análise destas amostras é evidente que a amostra 2TTTA_15 se apresentou com grãos mais refinados do que a amostra 1TTTA_15, conforme o esperado, pois a 2TTTA_15 foi submetida a duas sequências de laminação com dois recozimentos a 750 °C por 15 minutos intermediários a cada sequência de laminação, diferente da amostra 1TTTA_15, que foi submetida a uma sequência de laminação e um recozimento a 750 °C por 15 minutos. No entanto, na figura (C), e ainda mais evidente na figura (D), observou-se que há a presença de grãos com crescimentos exagerados, fato que não é o objetivo deste estudo. De modo a obter grãos refinados em segundo processamento (amostras 2TTTA e 2TTSA), testes de tratamento térmico com novos tempos de encharque serão analisados.

Com o intuito de redefinir um tempo mínimo ótimo com uma completa reversão de martensita em austenita, foram realizados tratamentos térmicos em amostras anteriormente laminadas com duas sequências de laminação em temperatura ambiente (2LFTA) e com pré-resfriamento em salmoura (2LFSA), submetidas a uma etapa de recozimento intermediário.

Mantendo-se a temperatura utilizada no primeiro recozimento (750°C), os novos tempos de tratamento térmico definidos foram de: 1; 2; 3; 4; 5; 7,5; 10 e 12,5 minutos, com o objetivo de se avaliar a cinética de transformação martensítica e definir o tempo ideal para o segundo recozimento, com uma completa reversão austenítica. Após os tratamentos térmicos foram realizadas as técnicas de Ferritoscopia e Dureza Vickers.

4.5.2 QUANTIFICAÇÃO DE FASES VIA FERRITOSCOPIA

Na Figura 4-35 é apresentado o gráfico que correlaciona a fração volumétrica de martensita, via Ferritoscopia, com os novos tempos de tratamento térmico, tanto para a amostra 2LFTA, como para a amostra 2 LFSA.

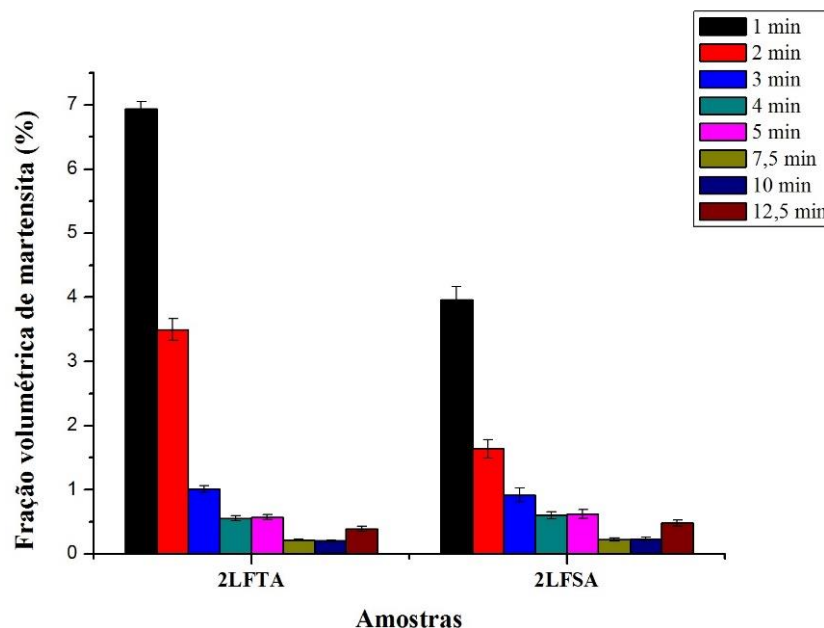


Figura 4-35: Evolução da fração volumétrica de martensita para as amostras 2LFTA e 2LFSA, submetidas a novos tempos de tratamento térmico.

Conforme o esperado, observou-se que as amostras recozidas a 1 e 2 minutos apresentaram a maior fração volumétrica de martensita formada, enquanto as amostras recozidas a 7,5 e 10 minutos apresentaram uma menor fração de martensita. Já para as

amostras de 4 minutos, os valores médios de martensita são muito próximos das amostras de 5 minutos (ou seja, inferior a 1%), enquanto os valores para tempos de recozimento superiores a 5 minutos decrescem de forma não significativa, devido a uma estabilização na reversão de martensita para austenita. Além disso, o crescimento do tamanho médio de grão, incremento na dispersão da distribuição de tamanho de grão austenítico e decréscimo da densidade de discordância ou tensão residual, começa a atuar no comportamento magnético do material e possivelmente contribuirão negativamente para o incremento no limite de resistência, com ductilidade apreciável, fatores que são o objetivo de presente estudo.

4.5.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS VIA DUREZA

A propriedade mecânica das amostras 2LFSA e 2LFSA, submetidas a novos tempos de tratamento térmico, foi avaliada via Dureza Vickers (HV). A Figura 4-36 apresenta esta correlação.

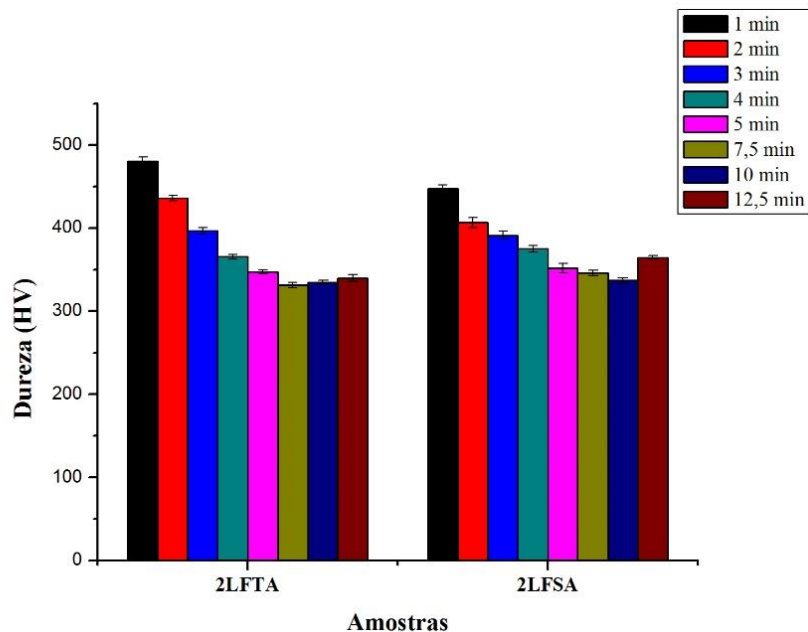


Figura 4-36: Correlação da Dureza Vickers (HV) com as amostras 2LFSA e 2LFSA, submetidas a novos tempos de tratamento térmico.

É notável que as amostras recozidas a 1 e 2 minutos apresentaram uma maior Dureza, relacionada ao menor tempo de tratamento térmico e, conseqüentemente, a uma maior fração volumétrica de martensita formada. As amostras recozidas a 7,5 e 10 minutos possuem menores valores de Dureza, porém, como foi observado pela Figura 4-, estes tempos de

recozimento não poderão ser eleitos como tempos ótimos para o segundo tratamento térmico devido a uma estabilização na reversão de martensita em austenita.

Portanto, as amostras que possuem menores valores de fração de martensita formada e de Dureza Vickers e que representam tempos mínimos em que possivelmente possa se ter a reversão austenítica completa, são as amostras 2LFTA e 2LFSA submetidas aos tempos de 4 e 5 minutos de recozimento.

4.5.4 IDENTIFICAÇÃO DE FASES

Com o intuito de se definir o menor tempo em que haja a reversão completa após o segundo tratamento térmico de recozimento, as amostras 2LFTA e 2LFSA, aquecidas a 750 °C por 4 minutos, foram submetidas à técnica de DRX para identificar as fases presentes no material.

Na Figura 4-37 são apresentados os difratogramas das amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, referentes às amostras 2LFTA e 2LFSA recozidas por 4 minutos, respectivamente.

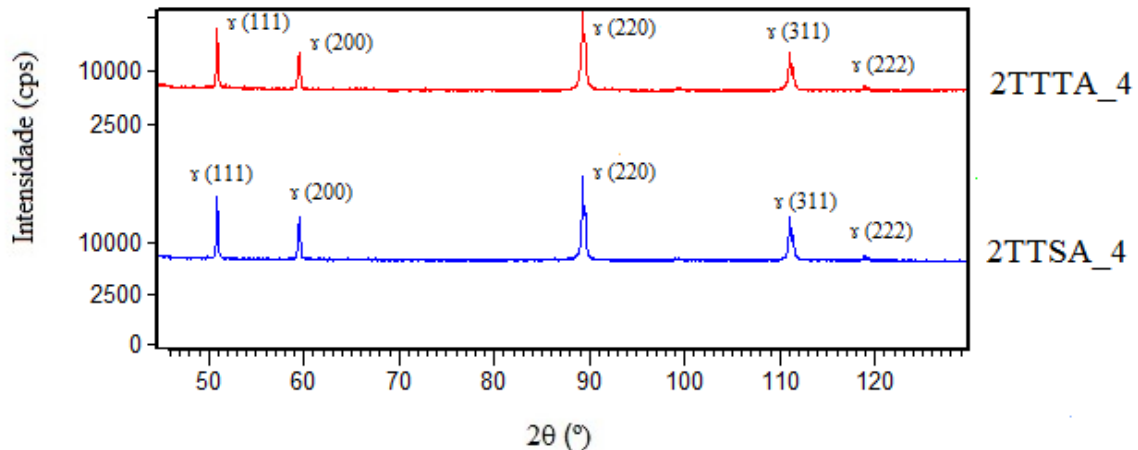
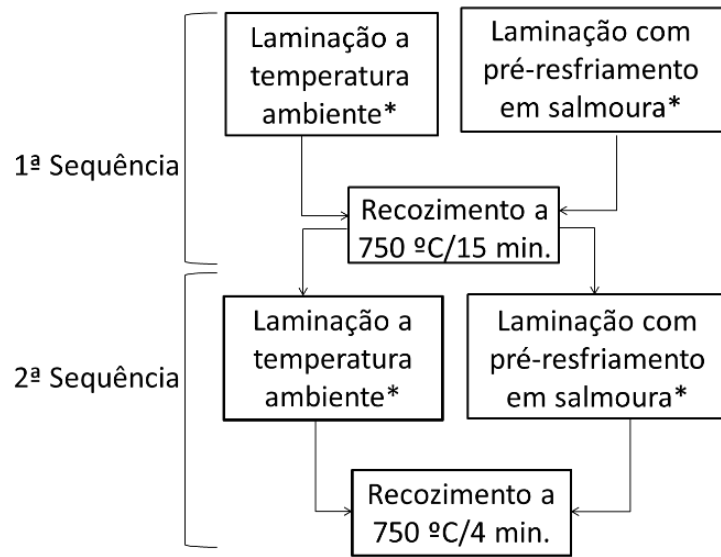


Figura 4-37: Difratogramas das amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, referentes às amostras 2LFTA e 2LFSA, respectivamente, recozidas por 4 minutos.

Verifica-se que há somente picos de difração de austenita para ambas as amostras, representados pelos planos (111), (200), (220), (311) e (222), não havendo picos de martensita. Conclui-se, que a partir das técnicas de Ferritoscopia, Dureza e DRX (Identificação de fases), o menor tempo de tratamento térmico em que há completa reversão austenítica é de 4 minutos, redefinindo assim, a configuração da rota de processamento: Segundo tratamento térmico a uma temperatura de 750 °C durante um tempo de 4 minutos.

Na Figura 4-38 é mostrada a nova rota de processamento que será utilizada para este estudo.



*8 passes de redução, com 10% de redução a cada passe.

Figura 4-38: Fluxograma da nova rota de processamento deste estudo.

4.5.5 MACROTEXTURA

A macrotextura das amostras submetidas às novas condições de tratamento térmico, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, foi avaliada via DRX com o intuito de se acompanhar a evolução cristalográfica da fase austenítica, segundo a notação de Bunge, com as seções $\Phi i2$ em 0 e 45°. Na Figura 4-39 e Figura 4-40 são mostradas as ODF's das amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, respectivamente.

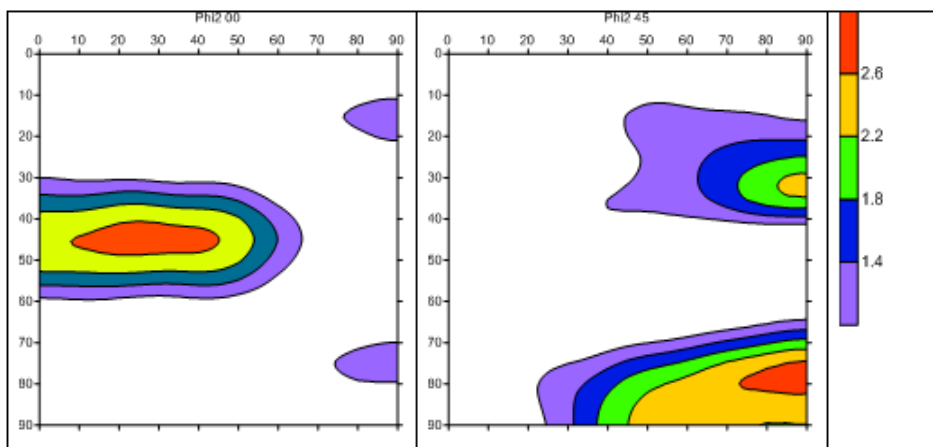


Figura 4-39: ODF da austenita deformada da amostra 2TTTA_4, com $\Phi i2$ em 0° e 45°.

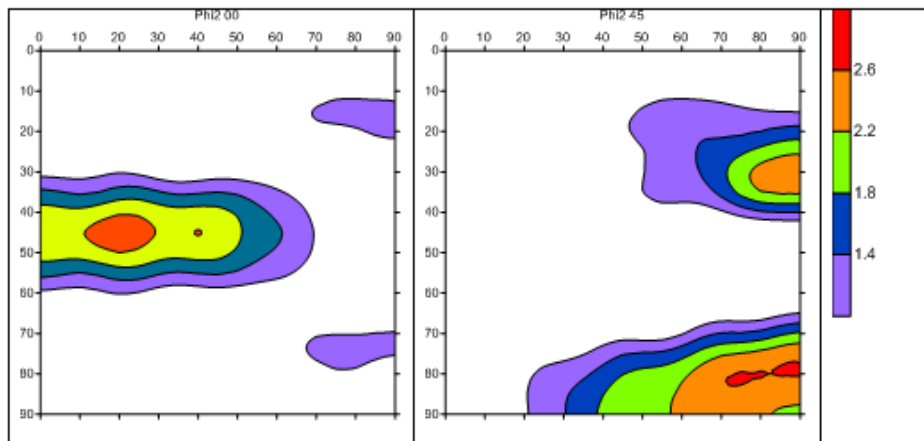


Figura 4-40: ODF da austenita deformada da amostra e 2TTSA_4, com Φ_2 em 0° e 45° .

A análise da textura cristalográfica indica que não houve diferença considerável na orientação dos grãos entre os processamentos em salmoura (2TTSA_4) e em temperatura ambiente (2TTTA_4). Ambas apresentaram textura cristalográfica considerável, distribuída de forma mais acentuada entre as componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e Taylor $\{4,4,11\}\langle 11,11,8\rangle$.

Diante dos resultados de Ferritoscopia, Dureza Vickers e DRX (Identificação de fases e textura), conclui-se que a nova configuração de processamento será avaliada pelas amostras otimizadas em condições ótimas: 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.

4.5.6 QUANTIFICAÇÃO DE FASES VIA DRX

A quantificação de fases via DRX foi realizada através do *software* TOPAS – Bruker 4.0, utilizando o refinamento do padrão de difração experimental, método de Rietveld. Este refinamento é realizado pela diferença encontrada entre os difratogramas experimental e teórico. A fim de se verificar a precisão do refinamento, utiliza-se a qualidade de ajuste (*GOF* – *Goodness of fit*), que deve apresentar um valor menor ou igual a 2.

Conforme descrito nas seções 4.4.2 e 4.5.4, as amostras 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4 obtiveram uma reversão de fase completa, em que os difratogramas identificaram somente picos de austenita, não havendo a necessidade de se realizar a quantificação das fases presentes, para estas condições. Entretanto para as amostras 1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA as fases martensita α' e austenita γ coexistiram, então fez-se uso

desta ferramenta de quantificação para se estimar a fração volumétrica de martensita gerada pelos difratogramas, além de se comparar com os valores encontrados via Ferritoscopia.

Na Figura 4-41 são apresentadas as imagens do refinamento comparando os difratogramas experimental (preto) e teórico (vermelho), com as respectivas frações volumétricas de martensita e austenita, para as amostras 1LFTA (A), 1LFSA (B), 2LFTA (C) e 2LFSA (D).

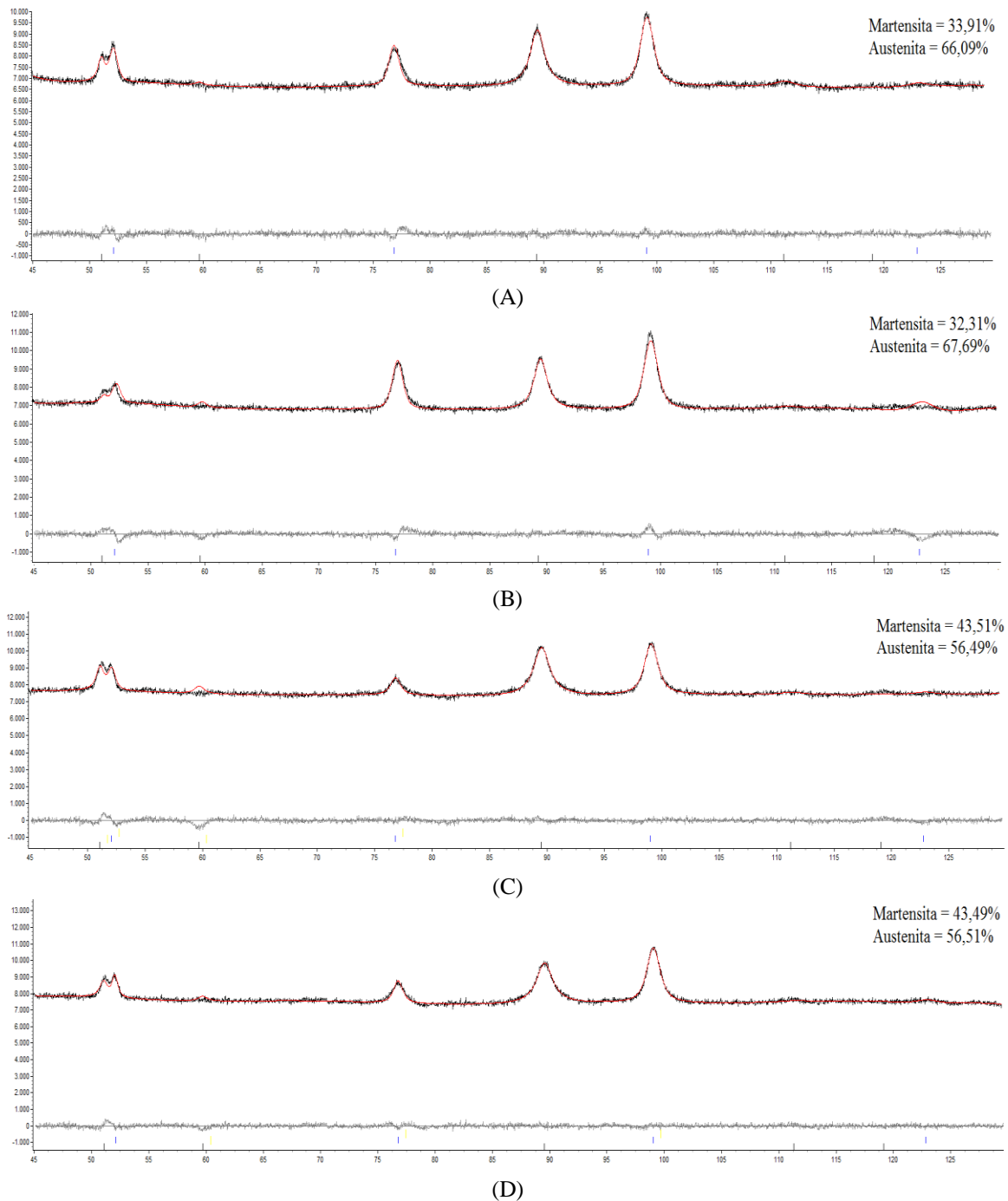


Figura 4-41: Comparação dos difratogramas experimental e teórico com as frações volumétricas de martensita e austenita, para as amostras 1LFTA (A), 1LFSA (B), 2LFTA (C) e 2LFSA (D).

De modo similar à quantificação de fases realizada nas amostras laminadas a frio (seção 4.2.2), foi possível observar que o ajuste entre os difratogramas experimental e teórico ficaram bem próximos e isto pode ser comprovado ao se analisar os valores de *GOF* encontrados: 1,20; 1,42; 1,26 e 1,14, respectivamente, para as amostras 1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA.

Com o intuito de se comparar as técnicas de quantificação aplicadas para estas amostras, foi elaborado um gráfico que correlaciona as frações volumétricas de martensita registradas por Ferritoscopia, com ambos os métodos de fator de correção de espessura (seção 3.2.1.3.1) e os valores destas frações calculados pelo programa TOPAS (DRX). Na Figura 4-42 é apresentado o gráfico desta correlação.

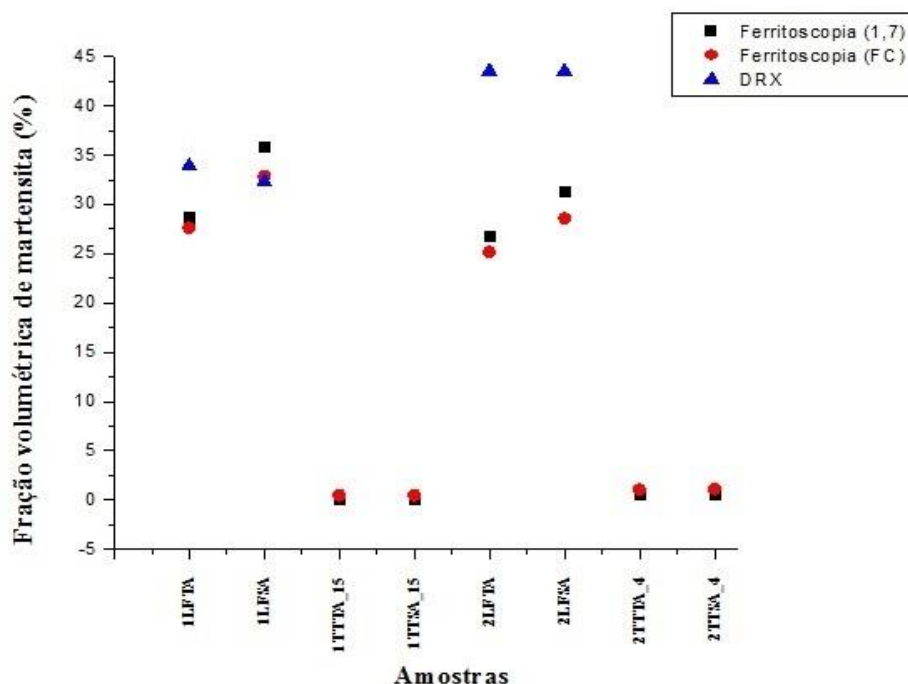


Figura 4-42: Comparação das frações volumétrica de martensita registradas por Ferritoscopia e calculadas pelo método de Rietvel no programa TOPAS (DRX).

Ao analisar este gráfico, verifica-se que o método proposto por TALONEN e colaboradores (2004) superestima os valores de porcentagem de martensita, quando comparado ao de LISCHKA (2013), sendo esta diferença maior para a amostra 1LFSA. Já para as amostras tratadas termicamente (1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4), a diferença entre ambos os métodos é muito pequena.

Para as amostras submetidas à quantificação de fases via TOPAS (1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA), verifica-se que para todas, exceto para a 1LFSA, as porcentagens de martensita registradas pelo *software* são maiores e se distanciam com o progresso da deformação a frio (maiores nas amostras com 2 seqüências de laminação), quando

comparadas à técnica de Ferritoscopia. Conforme descrito na seção 4.2.2, isto pode ser explicado pela diferença da área de abrangência das técnicas. Além disso, segundo TALONEN e colaboradores (2014), há uma imprecisão devido à textura, especialmente após a deformação plástica. Segundo ALVES (2018) as medições por ferritoscopia podem sofrer influência da deformação na rede cristalina, pois a mesma afeta a orientação dos spins magnéticos e também da espessura das amostras.

4.5.7 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Diante da mudança na rota de processamento e a necessidade de se otimizar novas amostras em uma segunda etapa, a caracterização microestrutural foi realizada para as amostras otimizadas na primeira etapa (1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSA) e na segunda etapa (2TTTA_4 e 2TTSA_4), pois estas representam as condições ótimas de processamento, conforme descrito na seção 4.5.5. A primeira caracterização foi realizada por MEV/BSED para as amostras 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_4 e 2TTSA_4. A técnica de MEV/EBSD foi realizada somente para as amostras tratadas termicamente: 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4. Na Figura 4-43 são apresentadas as micrografias da amostra 1LFTA com um aumento de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).

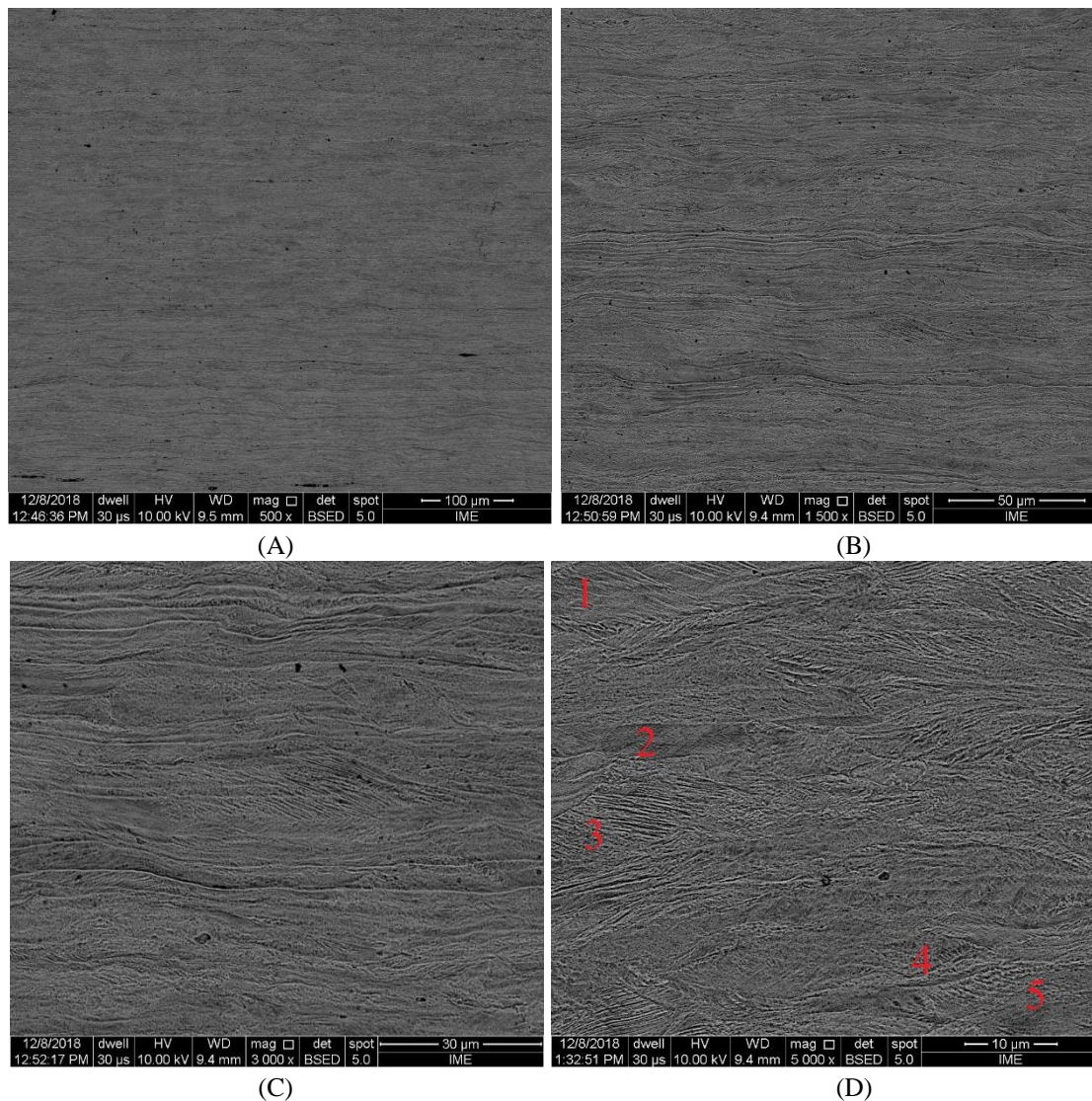


Figura 4-43: Micrografias da amostra 1LFTA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).

Observou-se que no aumento de 500x (A) é evidente a formação de ondulações provenientes da ferrita delta, formada na solidificação, alinhada na direção do comprimento da placa lingotada, e transformada em austenita nas etapas subsequentes do processamento da laminação a quente, características deste material na direção de laminação, confirmando o processamento ao qual esta amostra foi submetida (1 sequência de laminação de 8 passes, em temperatura ambiente). Já no aumento de 1500x é possível ver a formação de martensita, com maior evidência nos aumentos de 3000x (C) e 5000x (D).

Na Figura 4-44 são mostrados os detalhes microestruturais em aumentos superiores da Figura 4-(D), identificados e enumerados de 1 a 5.

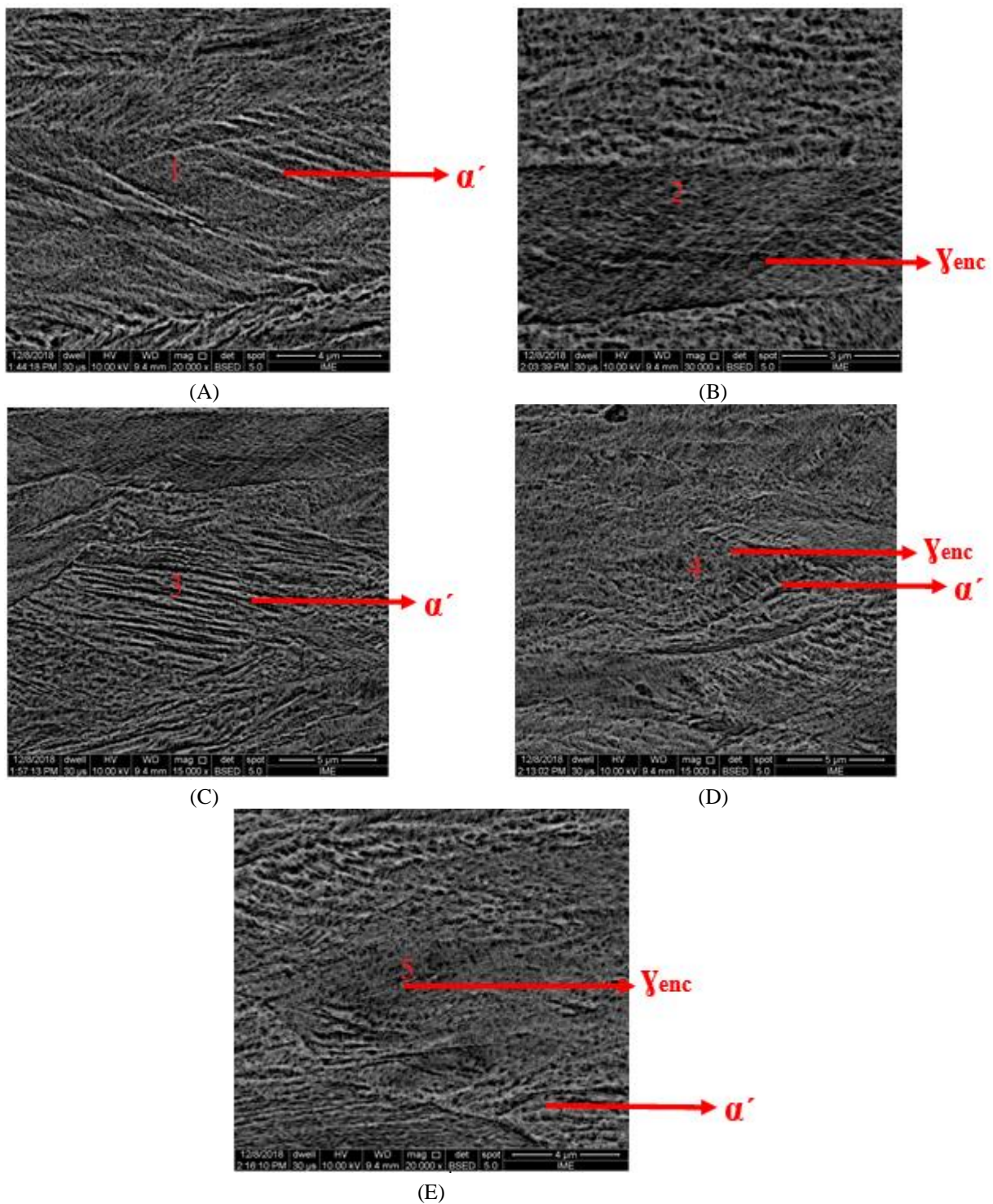


Figura 4-44: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') das regiões 1 (A), 2 (B), 3 (C), 4 (D) e 5 (E) da amostra 1LFTA.

A partir dos maiores aumentos dos detalhes microestruturais são evidentes ilhas de martensita α' induzida por deformação nas regiões 1, 3, 4 e 5 e a sua coexistência com a austenita encruada nas regiões 2, 4 e 5.

A Figura 4-45 apresenta as micrografias da amostra 1LFSA, que foi laminada com 1 sequência de 8 passes, porém pré-resfriada em salmoura. O critério dos aumentos das imagens foi o mesmo adotado para a amostra 1LFTA.

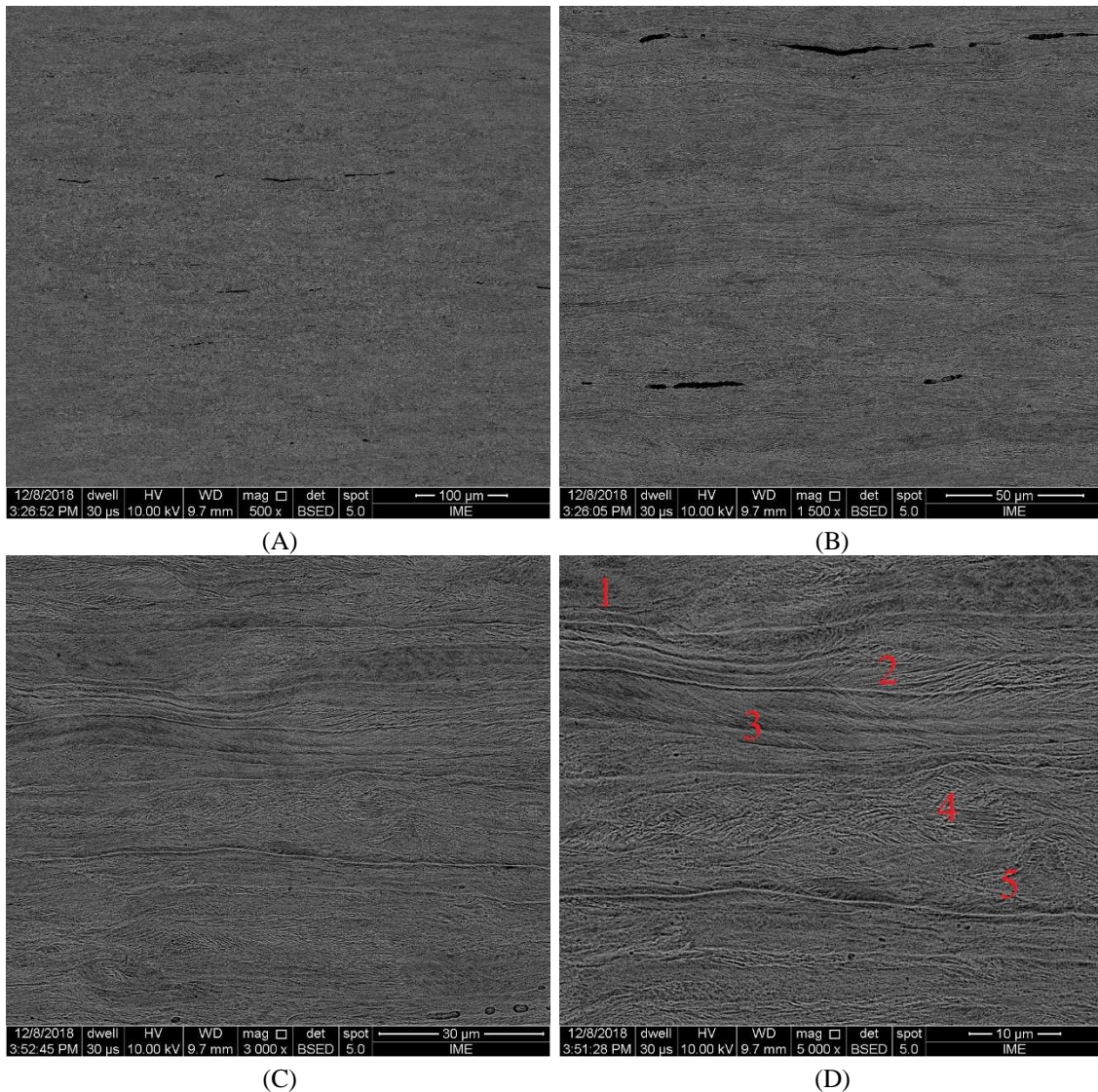


Figura 4-45: Micrografias da amostra 1LFSA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000 x (D).

De forma similar à amostra 1LFTA, notou-se que no aumento de 500x (A) é evidente a presença de linhas onduladas suaves na direção de laminação. Como descrito anteriormente, estas linhas são provenientes da ferrita delta, formada na solidificação, alinhada na direção do comprimento da placa lingotada, e transformada em austenita nas etapas subsequentes do processamento da laminação a quente. No aumento de 1500x (B) é nítida a formação de linhas, que em aumentos maiores, tais como 3000x (C) e 5000x (D), é possível identificar a fase martensítica. Os detalhes microestruturais mais evidentes em aumentos superiores são exibidos na Figura 4-46.

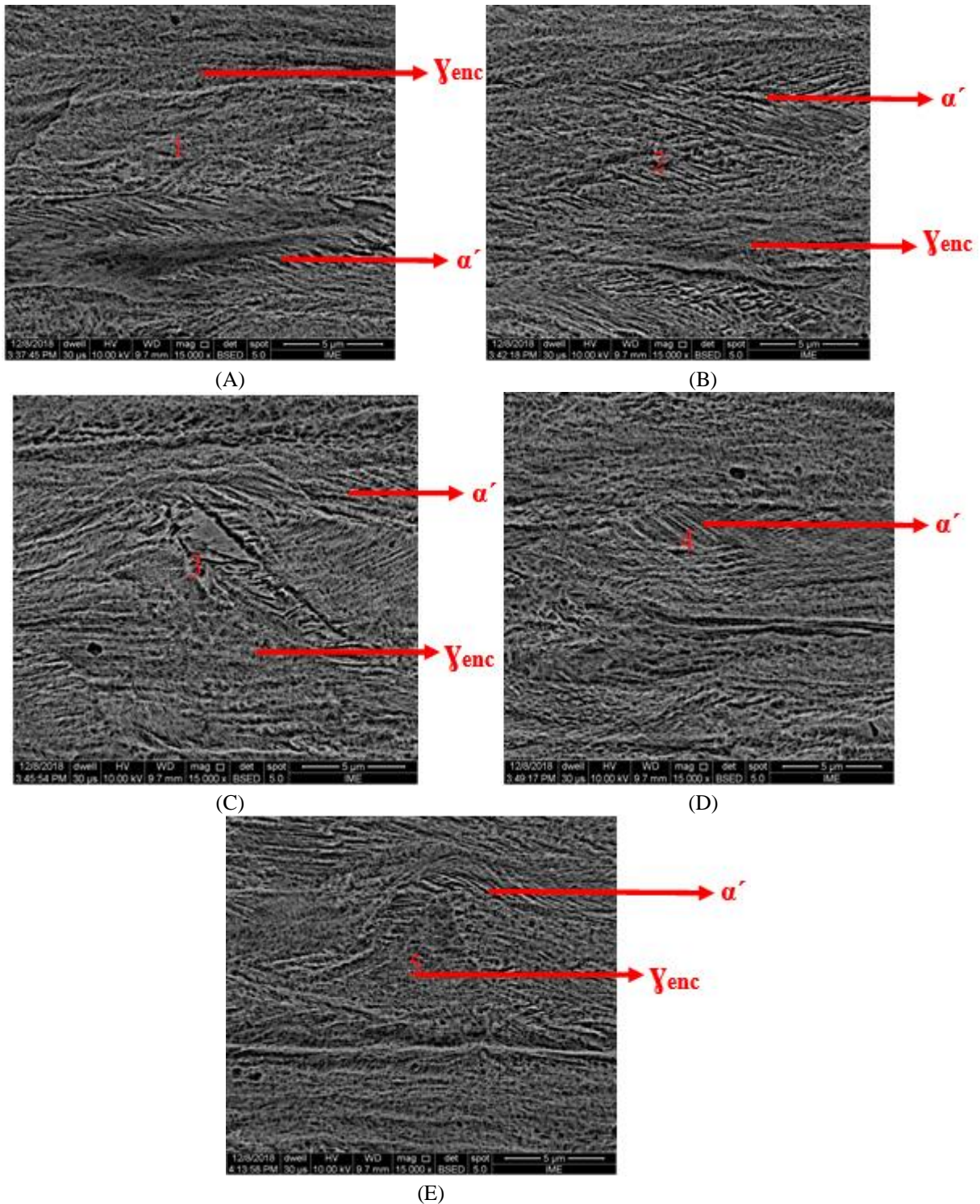


Figura 4-46: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') das regiões 1 (A), 2 (B), 3 (C), 4 (D) e 5 (E) da amostra 1LFSa.

A Figura 4-46 mostra a morfologia da martensita α' em forma de ripas nas regiões 1, 2, 3 e 4 e para a região 5, é evidente a existência de uma matriz austenítica encruada circundada por ilhas de martensita induzida por deformação. É possível observar a formação de um maior número de ripas de martensita, ao comparar com a amostra 1LFTA, o que confirma o

processamento adotado para esta amostra: Uma sequência de laminação precedida de pré-resfriamento em salmoura.

As micrografias da amostra 1TTTA_15 são mostradas na Figura 4-47 para os aumentos de 500, 1500 e 8000x nas figuras de A a C, respectivamente. A figura C é o maior aumento registrado da região 1.

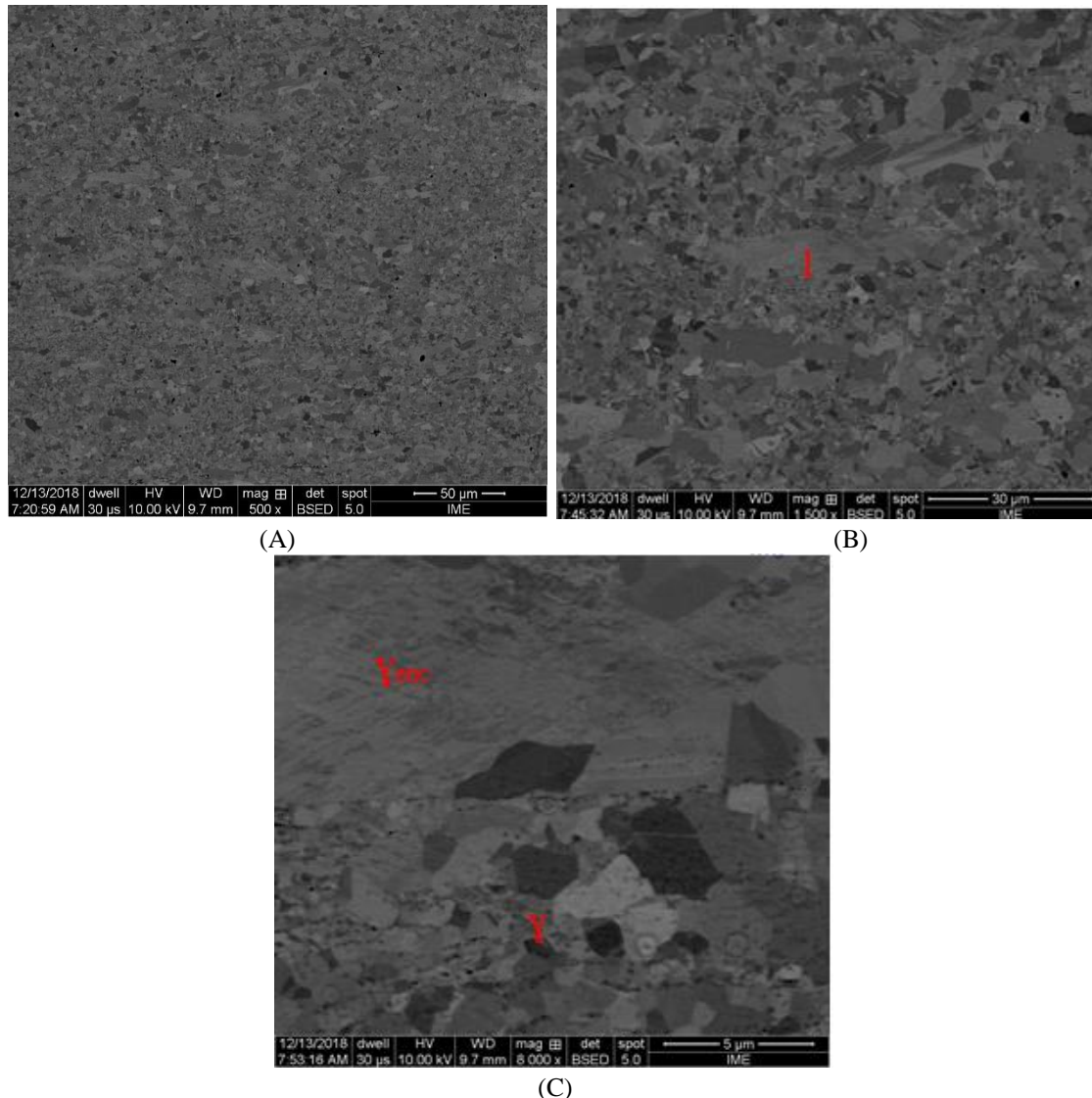


Figura 4-47: Micrografias da amostra 1TTTA_15 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C).

Para a amostra com uma sequência de laminação e tratada termicamente a 750 °C por 15 minutos, condição subsequente à amostra 1LFTA, ficou evidente a completa reversão austenítica e a ausência de martensita. Na imagem com um aumento de 500x, já é possível identificar os grãos austeníticos, e com a progressão deste aumento para 1500x, são exibidos menores grãos que indicam o começo de uma recristalização. Em aumentos superiores, são mais evidentes a coexistência de grãos de austenita ainda encruados (γ_{enc}) e grãos de austenita revertidos (γ).

No que diz respeito à análise microestrutural via MEV/EBSD, na Figura 4-48 são apresentados os resultados da amostra 1TTTA_15, analisada ao longo do plano da chapa com um aumento de 1500x e obtidos pelo *software* de EBSD Esprit 1.9.4: Mapas de orientação dos grãos (A), informações sobre o tamanho de grão (B) e ODF's (C).

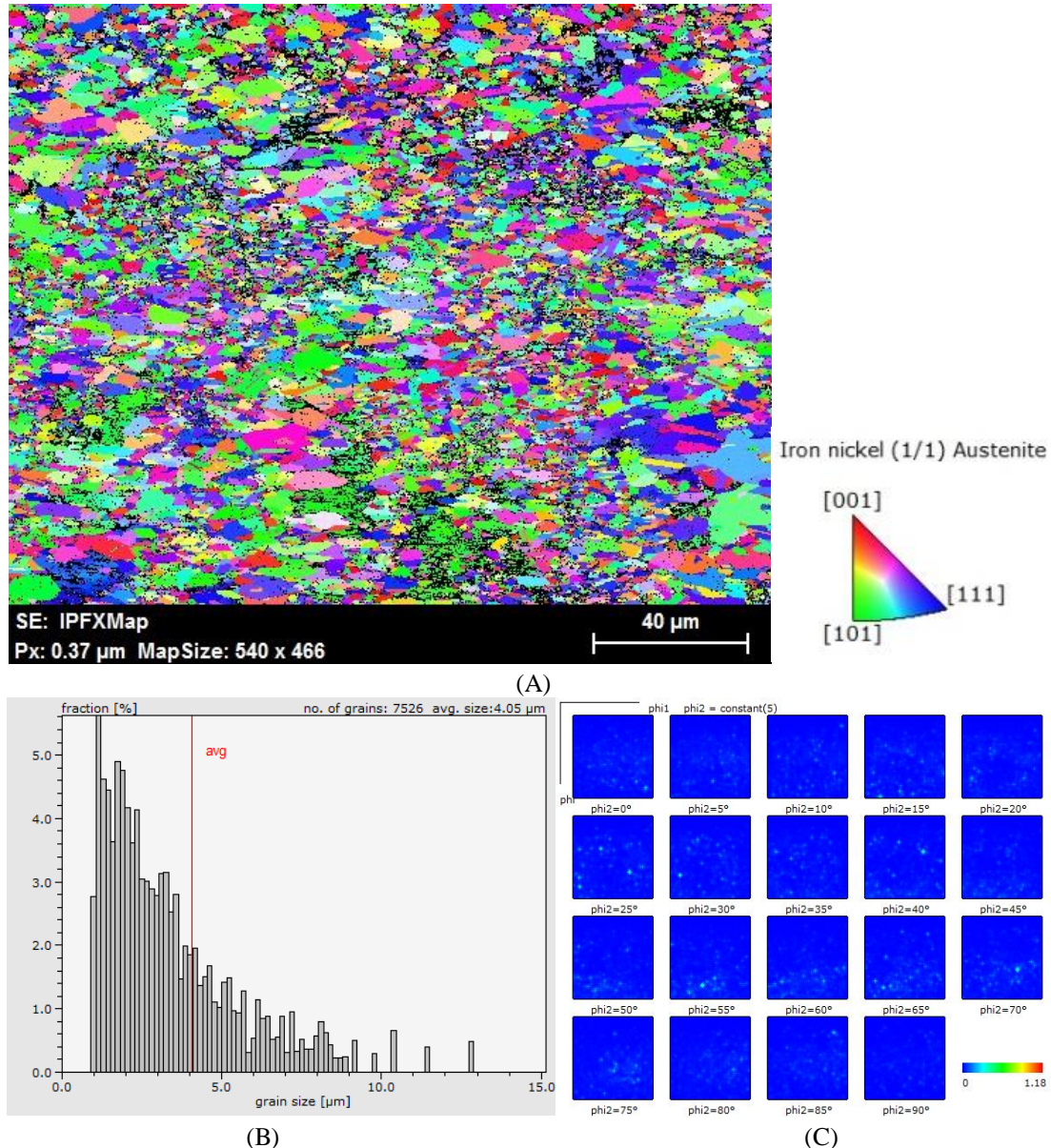


Figura 4-48: Informações obtidas pelo *software* Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 1TTTA_15 no plano da chapa.

Ao analisar o MIO desta amostra observou-se que sua microestrutura é composta de pequenos grãos de austenita revertidos e também de grãos maiores que não foram completamente transformados, reafirmando as micrografias de MEV/BSED. Conforme mencionado na metodologia, o método de Heyn para cálculo do tamanho de grão não se

aplicará nas amostras mais refinadas, porém o método computacional do programa Esprit foi utilizado para se estimar este tamanho, indicando uma média de 4,05 μm .

No que se refere à análise de microtextura, houve a existência das componentes cristalográficas Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$ e Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, componentes estas que foram encontradas com forte intensidade na análise de macrotextura via DRX, conforme descrito na seção 4.4.4.

As micrografias da amostra 1TTSA_15 são apresentadas na Figura 4-49 e possui os mesmos critérios de aumento e análise dos detalhes microestruturais da amostra 1TTTA_15. Esta amostra representa a condição subsequente da amostra 1LFSA, i.e., tratada termicamente a 750 $^{\circ}\text{C}$ por 15 minutos, após uma sequência de laminação com pré-resfriamento em salmoura.

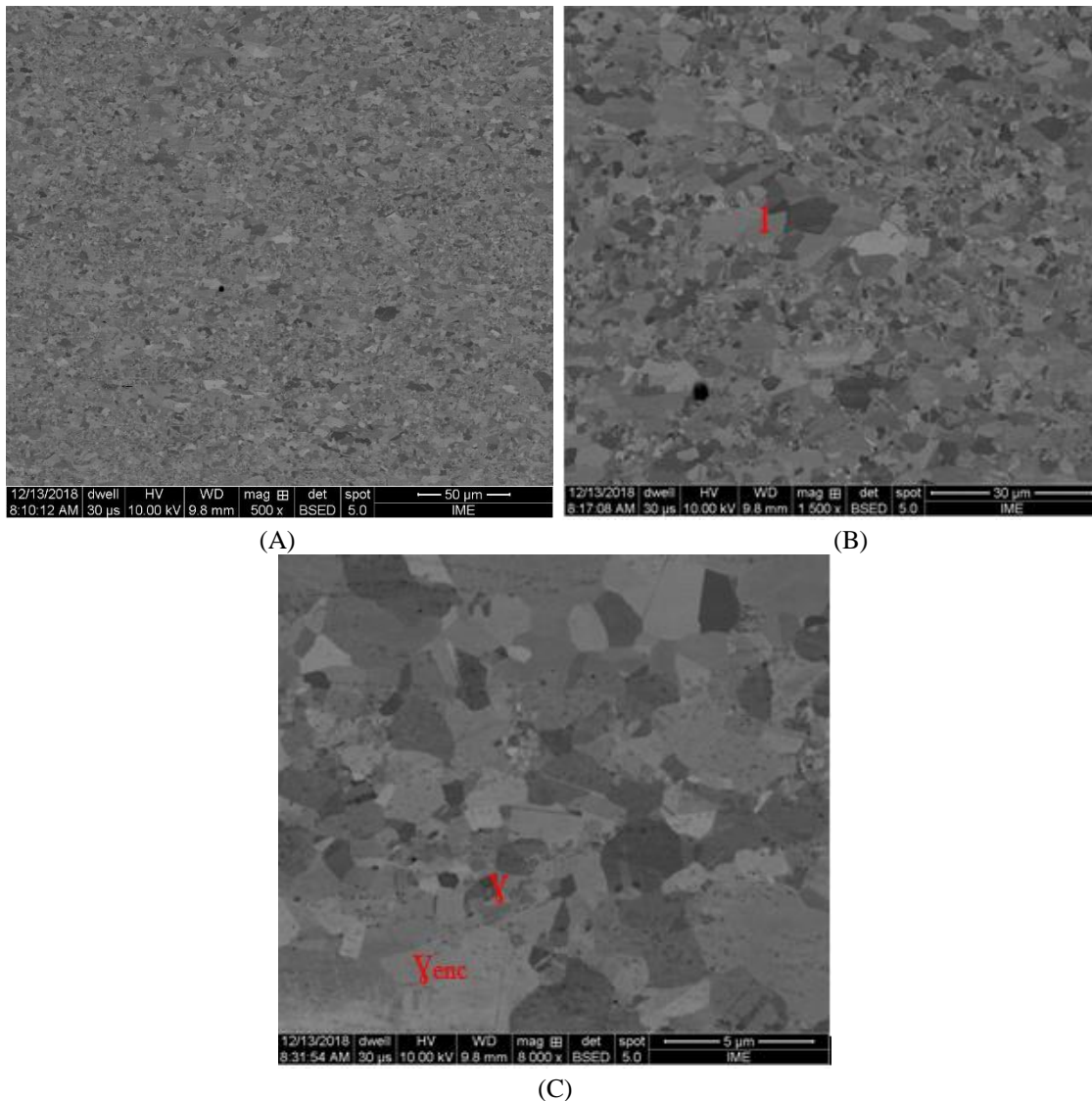


Figura 4-49: Micrografias da amostra 1TTSA_15 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C).

As micrografias apresentadas mostraram que, de forma similar à amostra 1TTTA_15, houve uma completa reversão com grãos menores de austenita (γ). Estes grãos, juntamente com regiões de austenita encruada (γ_{enc}), são mais legíveis na figura C (aumento da região 1). Devido ao pré-resfriamento em salmoura, observa-se uma menor quantidade de grãos de γ_{enc} do que a amostra 1TTTA_15, pois isto se deve à salmoura que diminuiu a temperatura de aquecimento do material durante o processo de laminação.

A análise microestrutural via MEV/EBSD da amostra 1TTSA_15 ao longo do plano da chapa é apresentada Figura 4-50, com um aumento de 1500x e obtidos pelo *software* de EBSD Esprit 1.9.4.

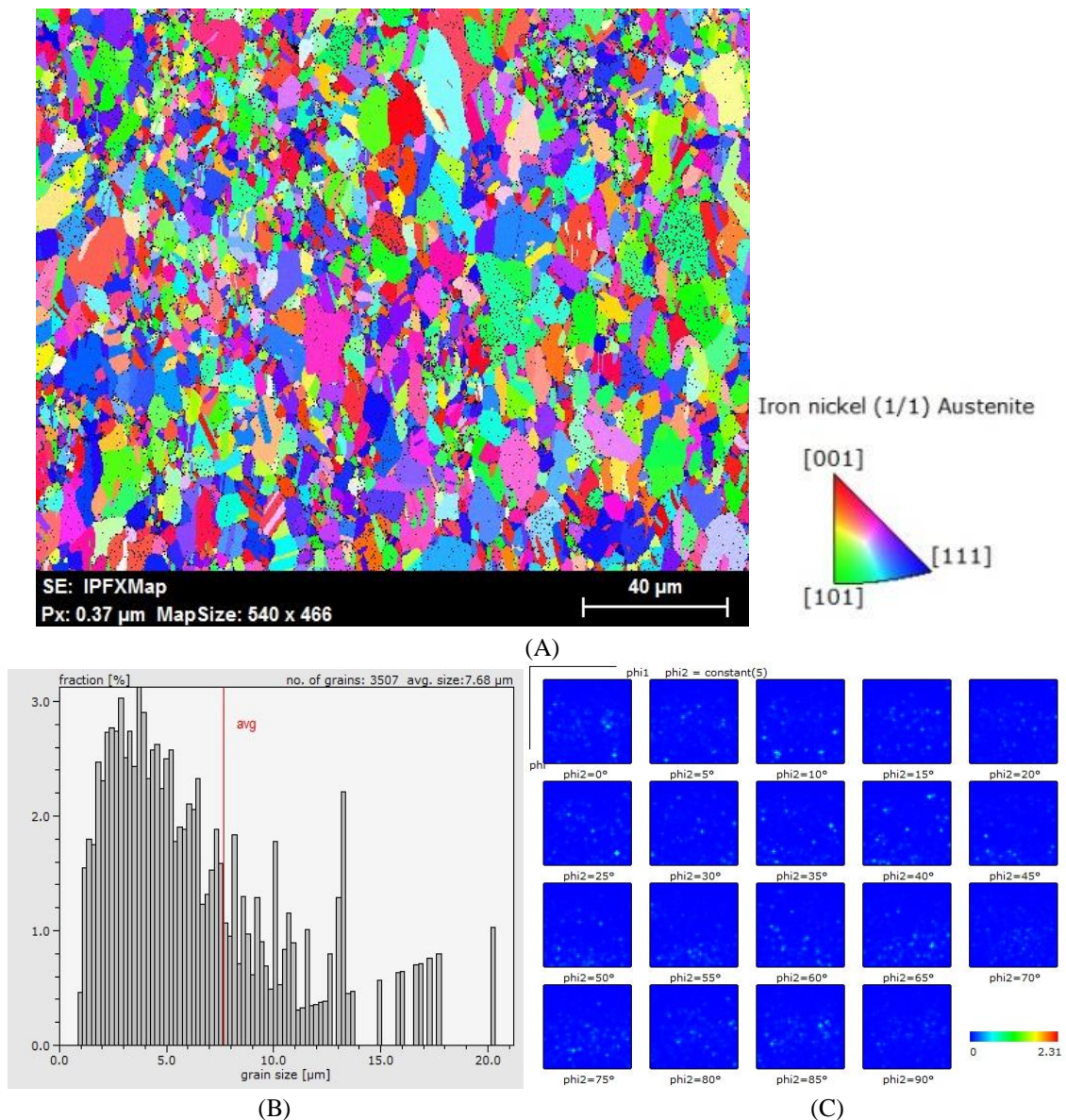


Figura 4-50: Informações obtidas pelo *software* Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 1TTSA_15 no plano da chapa.

A microestrutura desta amostra se encontra refinada, porém, conforme evidenciou suas micrografias, 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 do que estes apresentados pelas amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15. No que se refere ao tamanho de grão, a média deste registrado via Esprit foi de 7,68 μm .

A microtextura da Figura 4-C apresentou as componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e Taylor $\{4,4,11\}\langle 11,11,8\rangle$, de forma similar à macrotextura obtida por DRX.

Na Figura 4-51 são apresentadas as micrografias da amostra 2LF7A com um aumento de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).

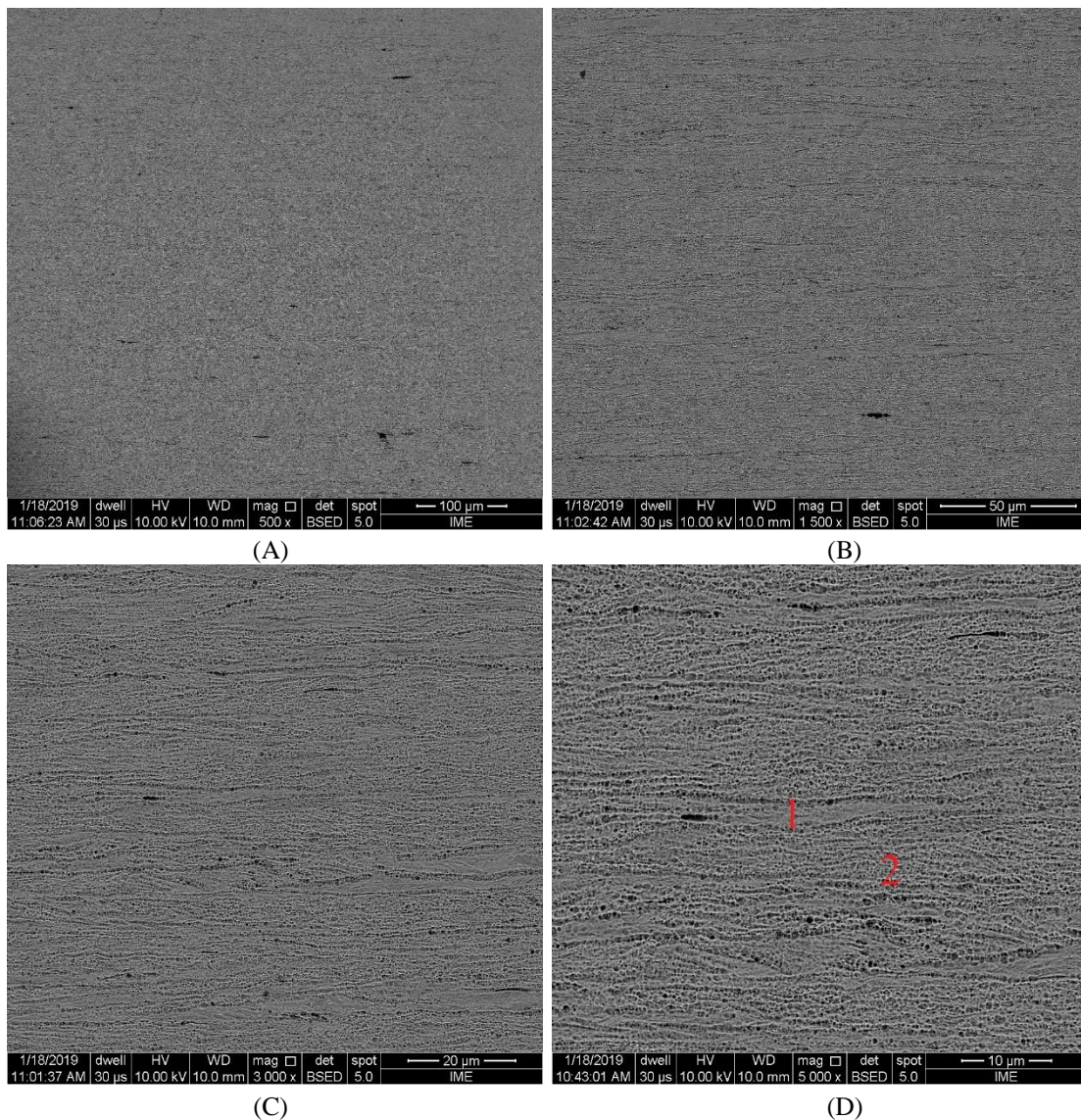


Figura 4-51: Micrografias da amostra 2LF7A com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).

Observou-se que nos aumentos de 500x (A) e 1500x (B) há a formação de ondulações provenientes da ferrita delta, formada na solidificação, alinhada na direção do comprimento da placa lingotada, e transformada em austenita nas etapas subsequentes do processamento da laminação a quente, características deste material na direção de laminação, similar à amostra 1LFTA, reafirmando o processamento ao qual esta amostra foi submetida (2 sequências de laminação em temperatura ambiente e um recozimento intermediário a 750 °C). No aumento de 3000x (C), e ainda de forma mais clara no aumento de 5000x (D), é possível observar a formação de ilhas de martensita (região 1).

Na Figura 4-52 são mostrados os detalhes microestruturais em aumentos superiores da amostra 2LFTA, identificados e enumerados de acordo com as regiões 1 e 2 da figura anterior.

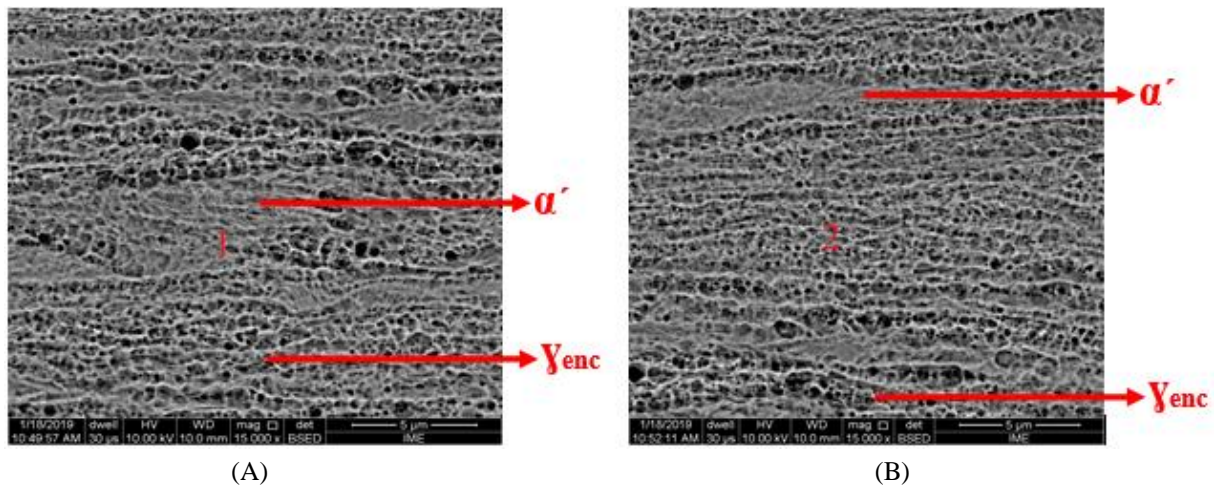


Figura 4-52: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') nas regiões 1 (A) e 2 (B) da amostra 2LFTA.

A partir dos maiores aumentos dos detalhes microestruturais, pode-se observar que há regiões de austenita encruada (γ_{enc}) que coexistem com as ilhas de martensita α' em morfologia de ripas, afirmando o processamento desta amostra. O único inconveniente para esta análise foi a formação de alguns pites que persistiram durante a preparação, mesmo após vários ajustes de parâmetros durante o ataque eletrolítico. Provavelmente isto ocorreu devido à utilização de maiores tempos ou maiores voltagens durante a realização do ataque, uma vez que esta amostra é de espessura muito fina (aproximadamente 1 mm). Sugestões de melhoria para esta preparação se encontram descritas na seção 6 deste trabalho.

Na Figura 4-53 são apresentadas as micrografias da amostra 2LFSA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C) e 5000x (D).

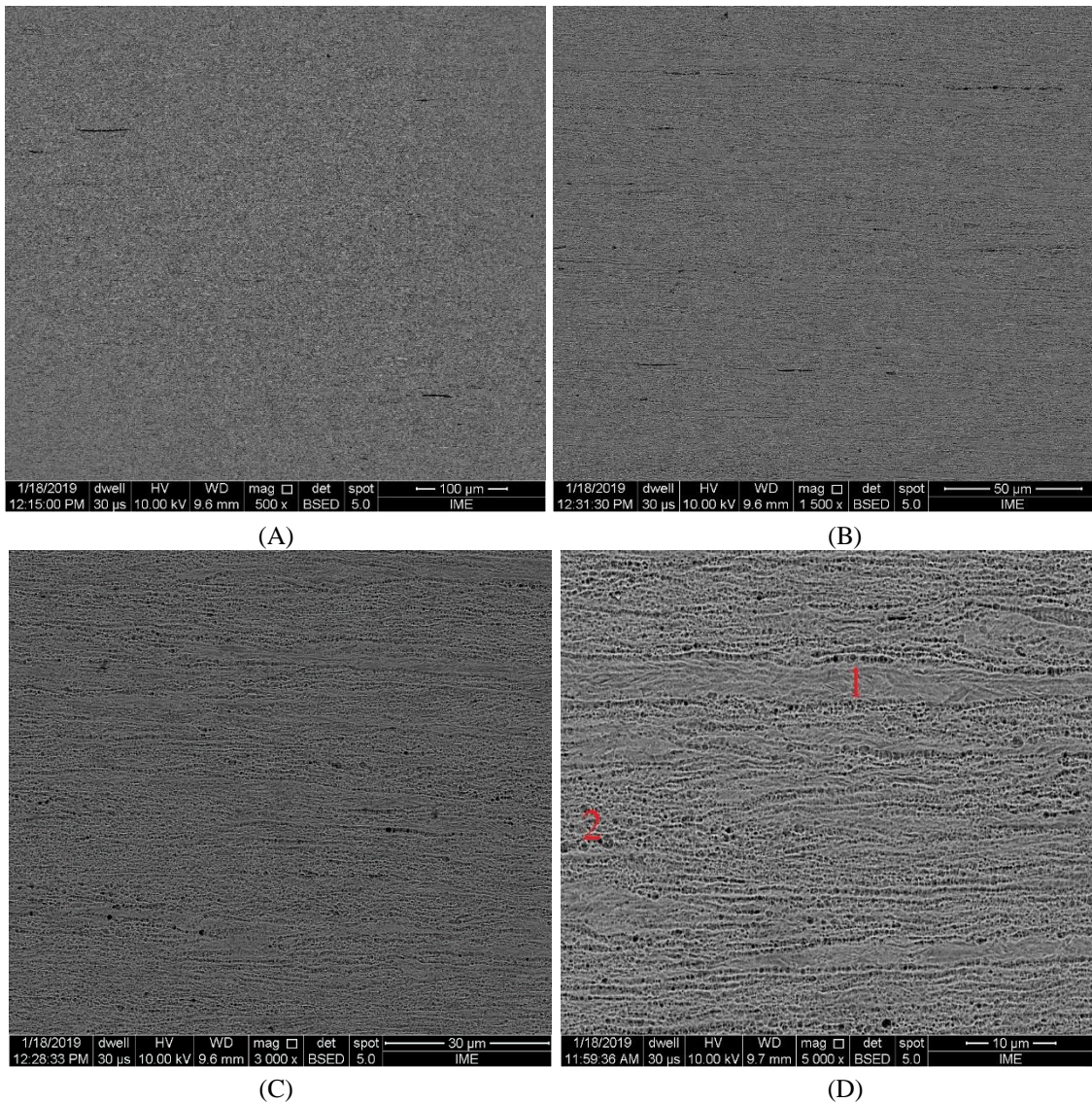


Figura 4-53: Micrografias da amostra 2LFSA com aumentos de 500x (A), 1500x (B), 3000x (C), 5000x (D).

De modo similar à amostra 2LFTA, notou-se a formação de martensita, porém como esta amostra foi laminada com baixa temperatura (salmoura), é visível na figura D a formação de uma quantidade maior de ilhas de martensita (região 1) quando comparada à amostra 2LFTA.

Na Figura 4-54 são mostrados os detalhes microestruturais em aumentos superiores da amostra 2LFSA, associados às regiões 1 e 2.

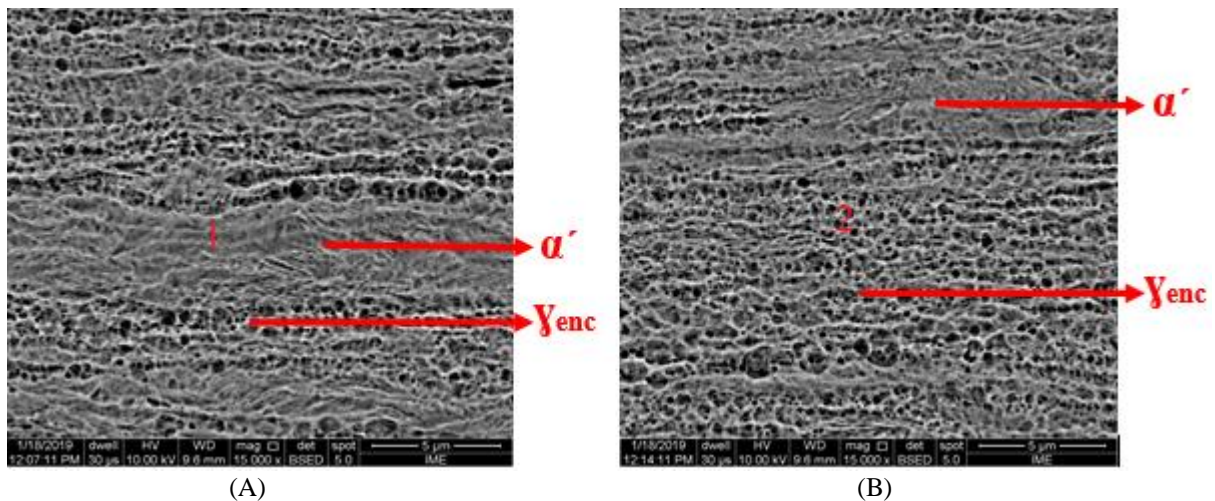


Figura 4-54: Detalhes microestruturais da austenita encruada (γ_{enc}) e da martensita induzida por deformação (α') nas regiões 1 (A) e 2 (B) da amostra 2LFSA.

Ao analisar os detalhes microestruturais, são visíveis regiões de austenita encruada (γ_{enc}) e de martensita α' . Para esta amostra, também houve a formação de alguns pites que persistiram durante a preparação, similar à amostra 2LFSA, localizados principalmente nas regiões austeníticas.

As micrografias da amostra 2TTTA_4 são apresentadas na Figura 4-55, para os aumentos de 500x, 1500x e 8000x, em que a figura C é o maior aumento da região 1.

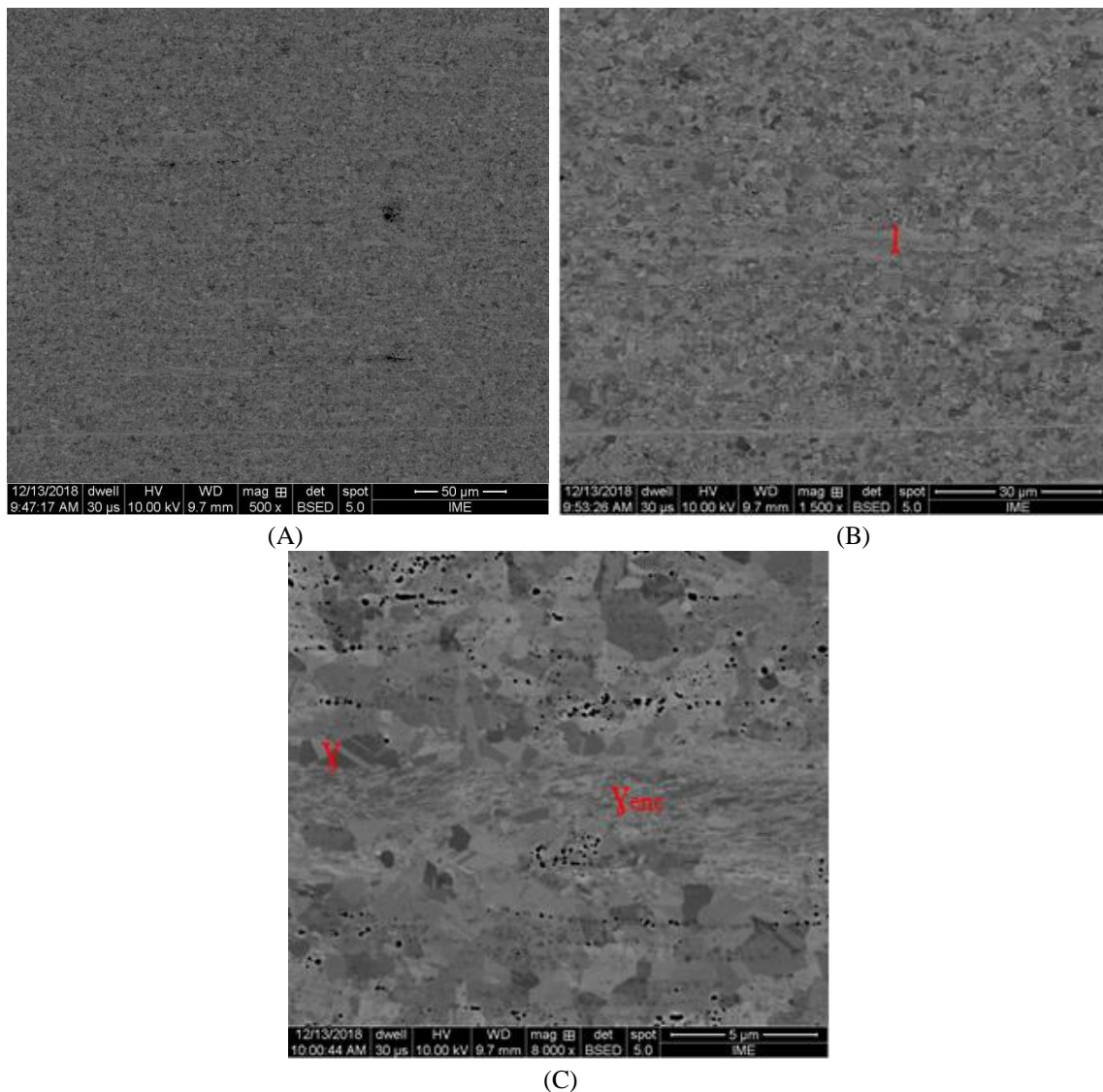


Figura 4-55: Micrografias da amostra 2TTTA_4 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C).

Conforme observado, o segundo recozimento por 4 minutos foi suficiente para promover a completa reversão de fase desta amostra, com grãos austeníticos mais refinados quando comparado à amostra 1TTTA_15. De modo similar às amostras anteriores tratadas termicamente, são evidentes grãos austeníticos com maclas de recozimento (γ), além de grãos maiores de austenita encruada (γ_{enc}).

A segunda técnica de avaliação microestrutural para a amostra 2TTTA_4, ao longo do plano da chapa, foi realizada via MEV/EBSD com um aumento de 1500x. Na Figura 4-56 são apresentados o MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) desta amostra, oriundos do *software* Esprit.

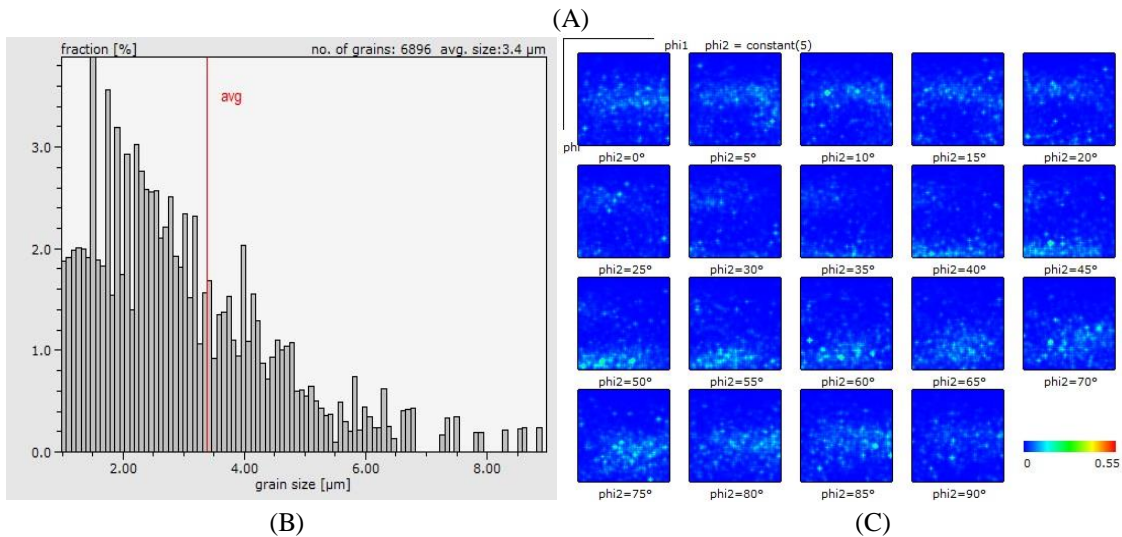
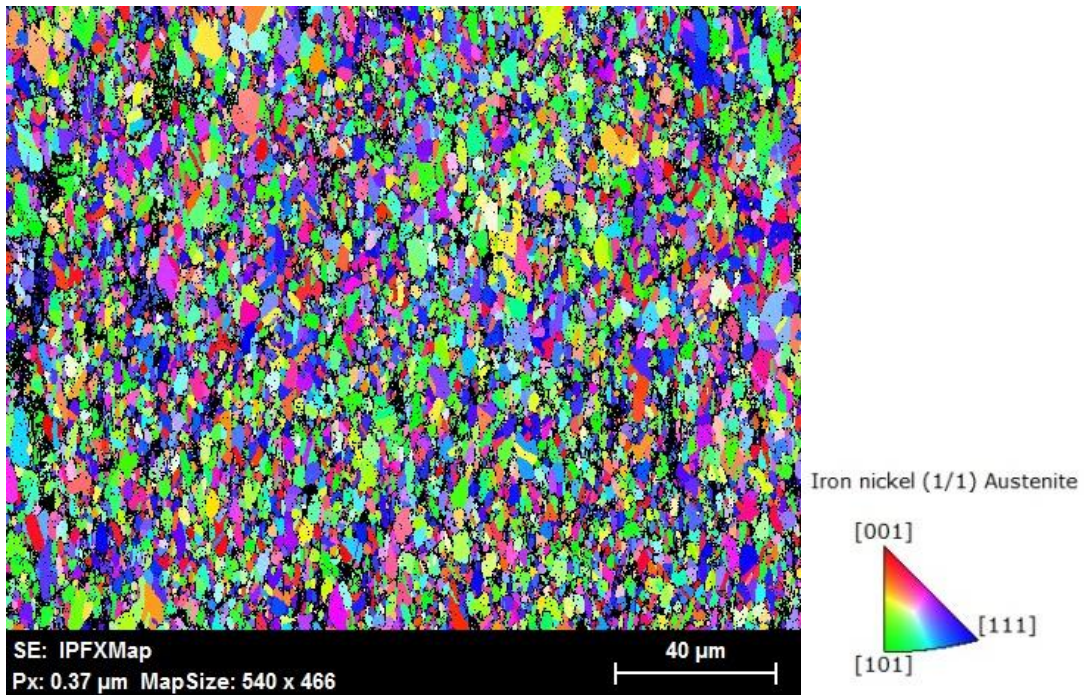


Figura 4-56: Informações obtidas pelo *software* Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 2TTTA_4 no plano da chapa.

A análise do MIO permitiu identificar, em sua maioria, grãos refinados de austenita coexistentes com grãos não transformados, porém estes estão em menor número quando comparados às amostras das condições 1TT_15.

No que se refere ao tamanho de grão registrado pelo Esprit, verificou-se que a média deste foi de 3,4 µm, concluindo então que houve um maior refinamento de grão após a segunda sequência de laminação, seguida de um segundo tratamento térmico.

A evolução da textura descrita na figura C indica a formação das componentes Goss {110}<100>, Latão {110}<112>, Cobre {112}<111> e Taylor {4,4,11}<11,11,8>, resultando

em fraca textura. A presença destas componentes coincide com a análise de textura via DRX apresentada na seção 4.5.5.

A seguir são apresentadas as micrografias da amostra 2TTSA_4, submetida a 2 seqüências de laminação com pré-resfriamento em salmoura, 1 recozimento intermediário de 750 °C por 15 minutos e 1 recozimento final de 750 °C por 4 minutos Na rota de processamento, esta amostra é subsequente à amostra 2LFSA. Na Figura 4-57 são mostradas essas imagens para os aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C), que é um aumento da região 1.

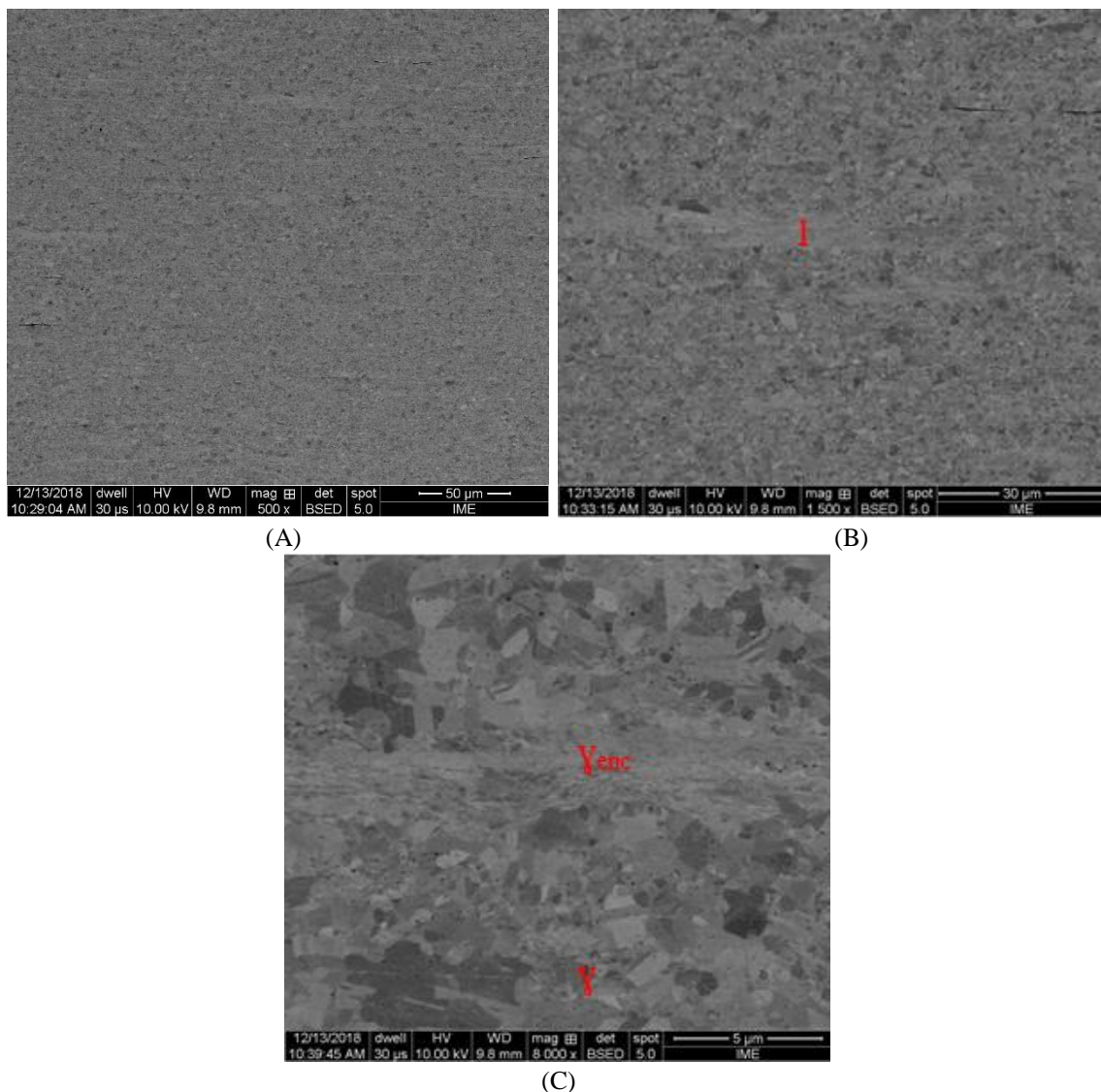


Figura 4-57: Micrografias da amostra 2TTSA_4 com aumentos de 500x (A), 1500x (B) e 8000x (C).

Ao avaliar estas imagens, foi possível constatar que o ataque eletrolítico permitiu evidenciar linhas de sulfeto (figura B). Também é explícito que a amostra 2TTSA_4 se transformou em 100% austenítica, com grãos de austenita encruada (região 1), porém em menor número quando comparada à amostra 2TTTA_4. Em contrapartida, de forma similar à

amostra 2TTTA_4, esta possui grãos mais refinados de austenita (γ) quando comparada às amostras submetidas a 1 tratamento térmico de 15 minutos, estando de acordo com os trabalhos de (MOALLEMI, *et al.*, 2012), (ESKANDARI, *et al.*, 2009), (HAMADA, *et al.*, 2015) e (SHIRDEL, *et al.*, 2015).

Por fim, a última avaliação microestrutural foi feita na amostra 2TTSA_4, no plano da chapa, via MEV/EBSD para um aumento de 1500x. Na Figura 4-58 são apresentados o MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C).

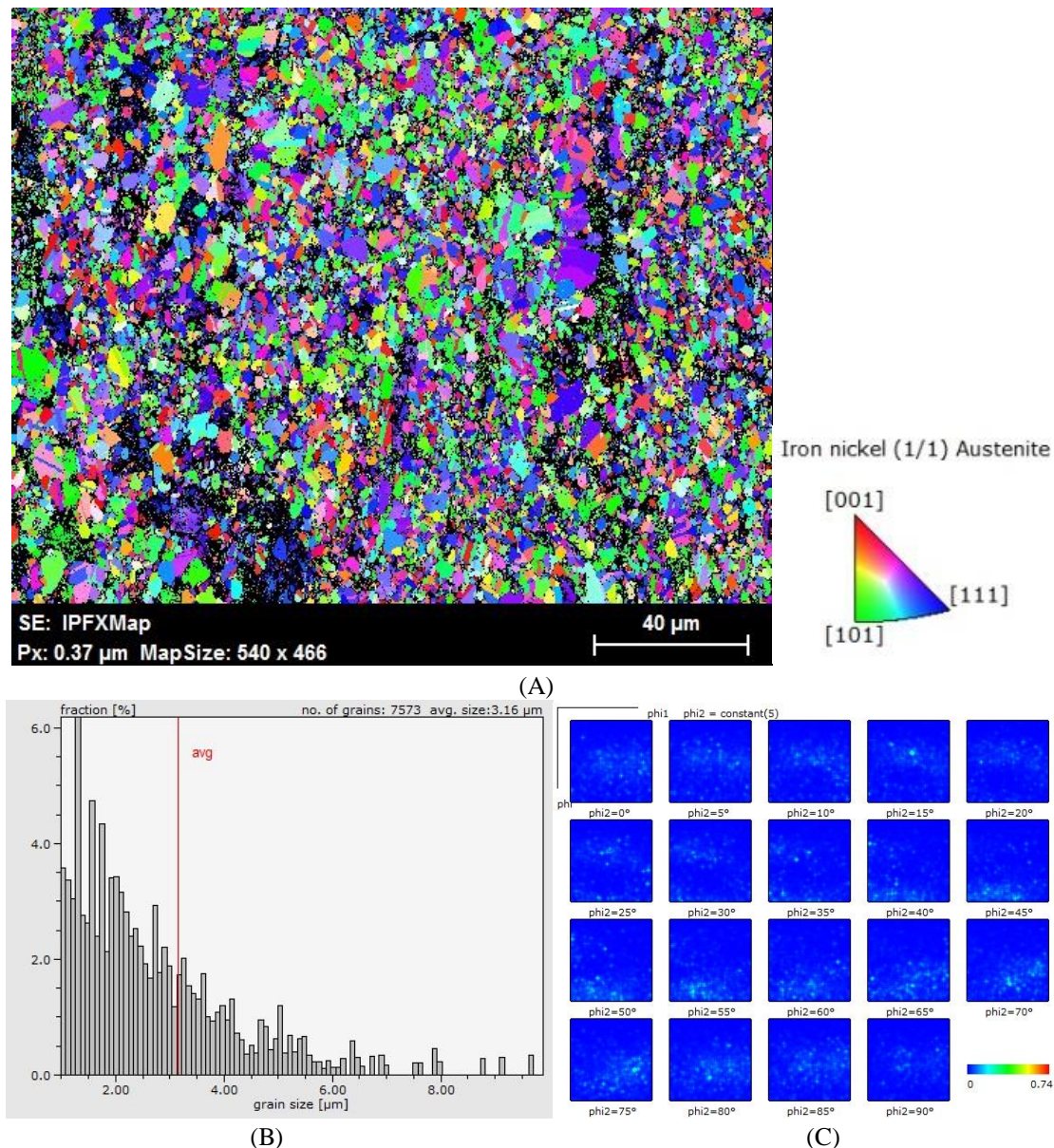


Figura 4-58: Informações obtidas pelo software Esprit: MIO (A), tamanho de grão (B) e ODF's (C) da amostra 2TTSA_4 no plano da chapa.

De modo similar à amostra 2TTTA_4, é visível a formação de grãos refinados de austenita completamente revertida, em contrapartida, há a formação de grãos de austenita

encruada, porém em menor quantidade quando comparados à amostra 2TTTA_4, fato este associado à laminação em salmoura.

Para a análise do tamanho de grão, o Esprit registrou uma média de 3,16 μm para esta amostra, portanto, conforme o esperado, este foi o menor tamanho de grão registrado comparado com as amostras anteriores tratadas termicamente.

E por fim, o estudo de microtextura das ODF's permitiu concluir que houve a formação das componentes Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ e Taylor $\{4,4,11\}\langle 11,11,8\rangle$. Esta ocorrência é similar à análise de macrotextura apresentada na seção 4.5.5, para esta amostra.

Como esta é a última etapa da rota de processamento deste estudo, as análises de caracterização microestrutural permitiram concluir que houve uma completa reversão austenítica com grãos equiaxiais refinados, conforme proposto por alguns trabalhos na literatura, como (SHIRDEL, *et al.*, 2015), (HAMADA *et al.*, 2015) e (MOALLEMI, *et al.*, 2012), porém não se atingiu a escala de grãos nanométricos ou ultrafinos, no entanto foi possível identificar um cenário promissor de processamentos que podem ser realizados em trabalhos subsequentes que tenham este objetivo. As sugestões para isto estão melhores descritas na seção 6.

Resumidamente, pôde-se concluir que tanto as micrografias como os MIO's apresentados corroboram com os resultados anteriormente apresentados de Ferritoscopia, Dureza e DRX (Identificação/ quantificação de fases e macrotextura), que evidenciam a formação de martensita para as amostras laminadas 1LFTA, 1LFSA, 2LFTA e 2LFSA e a completa reversão austenítica, com grãos refinados, nas amostras tratadas termicamente com o primeiro recozimento a 750 °C por 15 minutos (1TTTA_15 e 1TTSA_15) e com o segundo recozimento a 750 °C por 4 minutos (2TTTA_4 e 2TTSA_4).

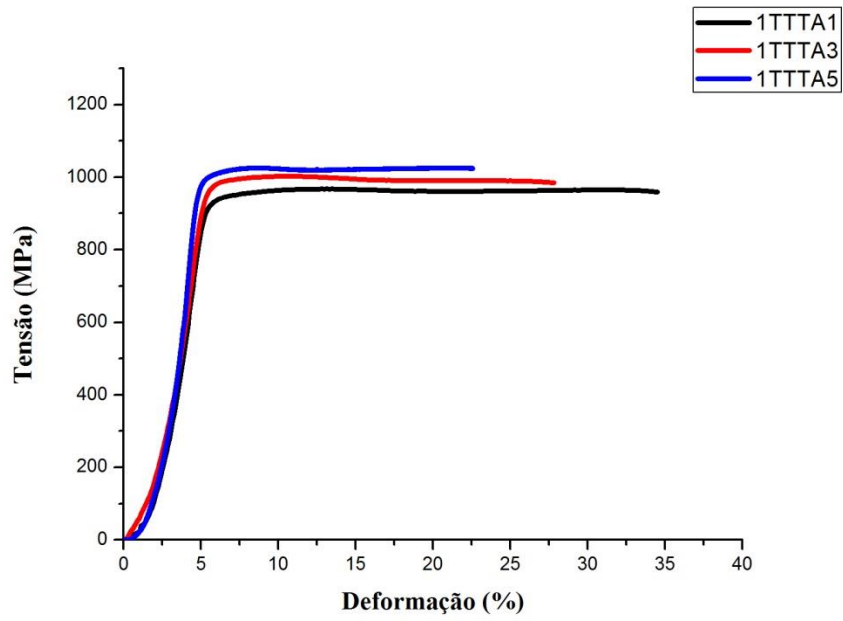
4.5.8 PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.5.8.1 TRAÇÃO UNIAXIAL

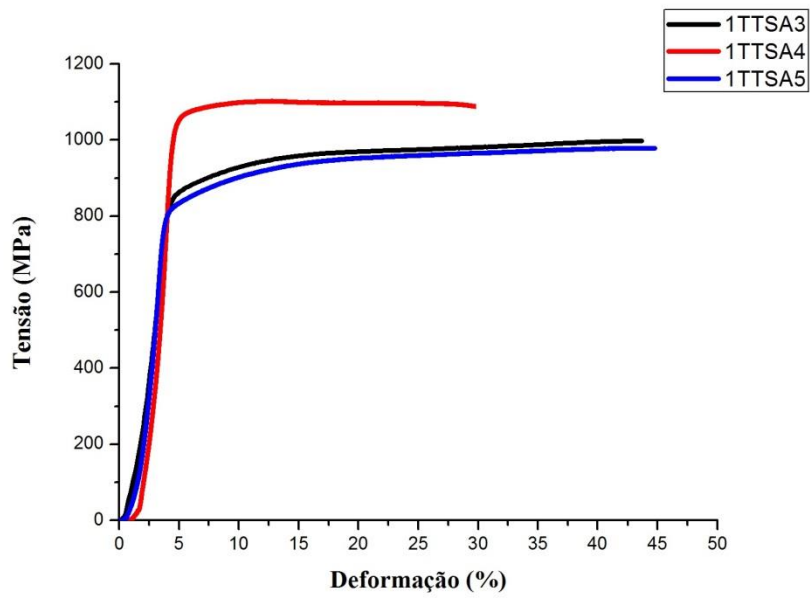
De modo similar à amostra CR, a transformação martensítica induzida por deformação foi avaliada via tração uniaxial à temperatura ambiente para as amostras em condições ótimas

de processamento: 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4. Para cada condição otimizada, três corpos de prova foram submetidos até a fratura e foram extraídas as propriedades mecânicas: Limite de Resistência à Tração (LRT), Limite de escoamento (LE), Alongamento Total (AL) e Coeficiente de Encruamento (n). Em cada CP foram feitas marcações no comprimento útil de modo a se calcular a deformação verdadeira entre estes pontos e também para se obter o comprimento final de cada CP, após o ensaio. Além disso, foram feitas medidas de Ferritoscopia nas regiões em que não houve estricção nem fratura.

Na Figura 4-59 são apresentadas as curvas de Tensão *versus* Deformação de Engenharia resultantes do ensaio de tração para as amostras com uma sequência de laminação seguida por um recozimento a 750 °C por 15 minutos: 1TTTA1, 1TTTA3 e 1TTTA5 (A) e 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5 (B), seguida da Tabela 4-30 que apresenta os valores das propriedades mecânicas extraídas destas curvas.



(A)



(B)

Figura 4-59: Curvas de Tensão *versus* Deformação de Engenharia das amostras 1TTTA1, 1TTTA3 e 1TTTA5 (A) e 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5 (B).

Tabela 4-30: Propriedades mecânicas extraídas das amostras 1TTTA1, 1TTTA3, 1TTTA5, 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5.

Amostras	LRT (MPa)	LE(MPa)	AL (%)	n
Condição de Processamento 1TTTA				
1TTTA1	964,92	900,42	45,08	0,22
1TTTA3	1002,92	954,08	38,12	0,18
1TTTA5	1025,67	975,83	34,04	0,18
Média	997,84	943,44	39,08	0,19
Desvio Padrão	30,69	38,81	5,58	0,02
Condição de Processamento 1TTSA				
1TTSA3	997,25	841,83	45,12	0,33
1TTSA4	1101,08	1058,5	33,64	0,18
1TTSA5	978,75	831,82	48,04	0,36
Média	1025,69	910,72	42,27	0,29
Desvio Padrão	65,94	128,08	7,61	0,09

Ao comparar as amostras CR (seção 4.1.5.2) com as amostras submetidas a uma sequência de laminação e tratadas termicamente, tanto em temperatura ambiente (1TTTA_15) como em salmoura (1TTSA_15), observou-se que as amostras laminadas e tratadas apresentaram menores valores de AL do que as amostras CR, havendo mudanças significativas com acréscimo no LE e LRT, e decréscimo no coeficiente de encruamento. Conforme descrito por HAMADA e colaboradores (2015), o processo de laminação a frio, seguido de tratamento térmico para reversão, aumenta o grau de endurecimento por deformação a frio do material e, conseqüentemente o seu LRT, elevando o seu grau de aplicabilidade.

Ao comparar as amostras 1TTTA_15 com as amostras 1TTSA_15, notou-se que as amostras do segundo grupo de processamento destacam maiores valores no LRT, no AL e no coeficiente de encruamento, em contrapartida seu LE é menor em média e associado a uma maior dispersão de valores. Isto corrobora com HAMADA e colaboradores (2013) que concluíram que a temperatura influencia significativamente nas propriedades de ductilidade e que a martensita induzida por deformação, formada em baixas temperaturas, aumenta a resistência à tração do AIAs 201.

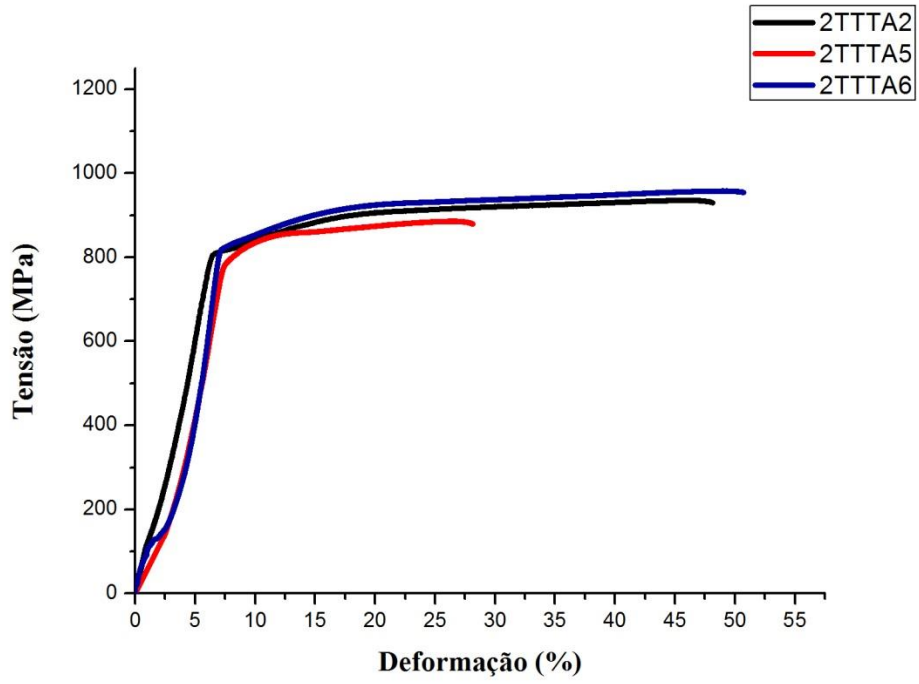
Na Tabela 4-31 são apresentados os valores de porcentagem de martensita (%M) por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's 1TTTA1, 1TTTA3, 1TTTA5, 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.

Tabela 4-31: Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's 1TTTA1, 1TTTA3, 1TTTA5, 1TTSA3, 1TTSA4 e 1TTSA5, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.

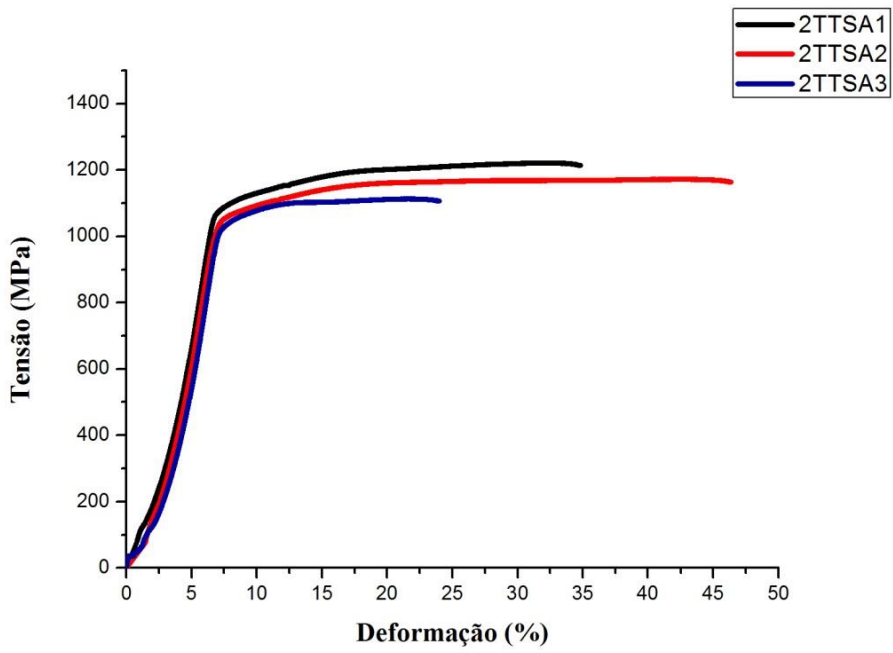
Amostras	%M	Amostras	%M
1TTTA1	15,35	1TTSA3	14,54
1TTTA3	13,21	1TTSA4	10,22
1TTTA5	5,13	1TTSA5	16,33
Média 1TTTA_15	11,23	Média 1TTSA_15	13,70
Desvio Padrão	5,39	Desvio Padrão	3,14

É evidente que houve a formação de uma fração volumétrica de martensita significativa para as amostras 1TTTA_15 (valor médio de 11,23%) e 1TTSA_15 (valor médio de 13,70%) na região de deformação uniforme dos cp's ensaiados. Onde estes valores são próximos, mas mais dispersos do que aqueles observados na amostra CR analisada sob estas mesmas condições, na Tabela 4-6.

Na Figura 4-60 são apresentadas as curvas de Tensão *versus* Deformação de Engenharia resultantes do ensaio de tração para as amostras com duas sequências de laminação e com um recozimento intermediário a 750 °C por 15 minutos e um recozimento final a 750 °C por 4 minutos: 2TTTA2, 2TTTA5 e 2TTTA6 (A) e 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3 (B), seguida dos valores das propriedades mecânicas extraídas destas curvas.



(A)



(B)

Figura 4-60: Curvas de Tensão *versus* Deformação de Engenharia das amostras 2TTTA2, 2TTTA5 e 2TTTA6 (A) e 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3 (B).

Tabela 4-32: Propriedades mecânicas extraídas das amostras 2TTTA2, 2TTTA5, 2TTTA6, 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3.

Amostras	LRT (MPa)	LE (MPa)	AL (%)	n
Condição de Processamento 2TTTA				
2TTTA2	935,17	813,75	38,88	0,35
2TTTA5	885,75	818,93	22,80	0,25
2TTTA6	957,75	829,67	46,72	0,34
Média	926,22	820,78	36,13	0,31
Desvio Padrão	36,82	8,12	12,19	0,06
Condição de Processamento 2TTSA				
2TTSA1	1221,92	1094,75	25,52	0,25
2TTSA2	1172,38	1050,95	53,88	0,36
2TTSA3	1113,02	1044,52	21,52	0,17
Média	1169,11	1063,41	33,64	0,26
Desvio Padrão	54,52	27,33	17,64	0,10

De modo similar às amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15, ao comparar as amostras CR (seção 4.1.5.2) com as amostras submetidas a duas sequências de laminação e tratadas termicamente, tanto em temperatura ambiente (2TTTA_4) como em salmoura (2TTSA_4), observou-se que as amostras laminadas e tratadas na segunda sequência de processamento apresentaram maiores valores de LRT e LE, e por outro lado, AL e n se apresentaram menores do que os valores das amostras CR.

Ao confrontar as amostras 2TTTA_4 com as amostras 2TTSA_4, notou-se que houve um acréscimo significativo no LRT (aproximadamente 243 MPa) e no LE (aproximadamente 242 MPa), porém houve um decréscimo no AL (aproximadamente 2,49%) e no coeficiente de encruamento. Concluiu-se então, que o endurecimento por deformação a frio e a laminação em baixa temperatura (salmoura) favoreceu o aumento nos valores de LRT e LE (HAMADA, *et al.*, 2013).

Na Tabela 4-33 são apresentados os valores de porcentagem de martensita (%M) por Ferritoscopia, medida na região de deformação uniforme dos cp's 2TTTA2, 2TTTA5, 2TTTA6, 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.

Tabela 4-33: Porcentagem de martensita (%M), avaliada por Ferritoscopia, medida da região de deformação uniforme dos cp's 2TTTA2, 2TTTA5, 2TTTA6, 2TTSA1, 2TTSA2 e 2TTSA3, submetidos ao ensaio de tração à ruptura.

Amostras	%M	Amostras	%M
2TTTA2	11,39	2TTSA1	6,09
2TTTA5	9,48	2TTSA2	17,34
2TTTA6	9,75	2TTSA3	1,47
Média 2TTTA_4	10,21	Média 2TTSA_4	8,30
Desvio Padrão	1,03	Desvio Padrão	8,16

Notou-se que houve a formação de martensita após o ensaio de tração, porém nas amostras 2TTSA_4 estas porcentagens foram mais discrepantes entre os cp's do que nas amostras 2TTTA_4 e nas amostras 1TT_15 (TA e SA). Os valores médios foram de 10,21% e 8,30% para as amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, respectivamente, onde estes valores são inferiores para as amostras 2TTTA_4 e são próximos para as amostras 2TTSA_4, mas mais dispersos do que aqueles observados nas amostras CR, 1TTTA_15 e 1TTSA_15 e com uma quantidade de martensita formada sob tração inferior do que aquela formada na segunda sequência laminação a frio no processamento termomecânico proposto sobre as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15.

Para as distintas situações de processamento: 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, foi observada a existência de frações volumétricas de martensita em diferentes regiões dos cp's durante a realização do ensaio de tração e variações nos valores de LRT, LE e alongamento total compatíveis com os trabalhos de (HAMADA, *et al.*, 2013) e (HAMADA, *et al.*, 2015).

De um modo geral, ao analisar as amostras 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, conclui-se que houve um incremento dos valores de LRT e LE, com relação às amostras CR. No que diz respeito ao LE, este incremento está associado ao aumento da densidade de discordâncias presentes nas amostras recozidas, tendo em vista que as mesmas, após a laminação a frio, tanto em temperatura ambiente como em banho de salmoura, foram submetidas a recozimentos em uma temperatura abaixo da temperatura para a completa recristalização da matriz austenítica, não tão somente devido à reversão da martensita em austenita, e possivelmente este incremento também está associado a uma recuperação somada a uma recristalização parcial na matriz austenítica encruada durante a laminação. Em relação ao incremento do LRT, o mesmo está relacionado com os mecanismos de endurecimento propiciam uma maior interação das discordâncias da austenita que deformou por deslizamento de discordâncias, durante o ensaio de Tração, ou seja, uma matriz com tamanho de grão

austenítico reduzido (evidenciado pelos resultados de EBSD) e não completamente recristalizado, e formação de martensita induzida por deformação plástica durante o ensaio de Tração (evidenciado pelas medidas de Ferritoscopia nos cp's após ensaio de Tração).

4.5.8.2 ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA

Com o objetivo de se avaliar a homogeneidade microestrutural do material em estudo na condição austenítica, a técnica de ultramicrodureza das amostras CR e das amostras otimizadas foram analisadas através de gráficos que extraem as seguintes propriedades: HT115 (Dureza Berkovich), DHT115-1 (Dureza dinâmica elasto-plástica), DHT115-2 (Dureza dinâmica plástica), E_{it} (Módulo de indentação), H_{it} (Dureza de indentação), W_t (Trabalho total), W_e (Trabalho elástico) e W_p (Trabalho plástico). Além disso, todas as propriedades mecânicas extraídas deste ensaio se encontram na forma de tabelas e juntamente com as curvas, são apresentadas no Anexo 8.3.

Na Figura 4-61 é mostrada a evolução das propriedades HT115, DHT115-1, DHT115-2, E_{it} e H_{it} , comparando as cargas aplicadas de 1 e 20 gf para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.

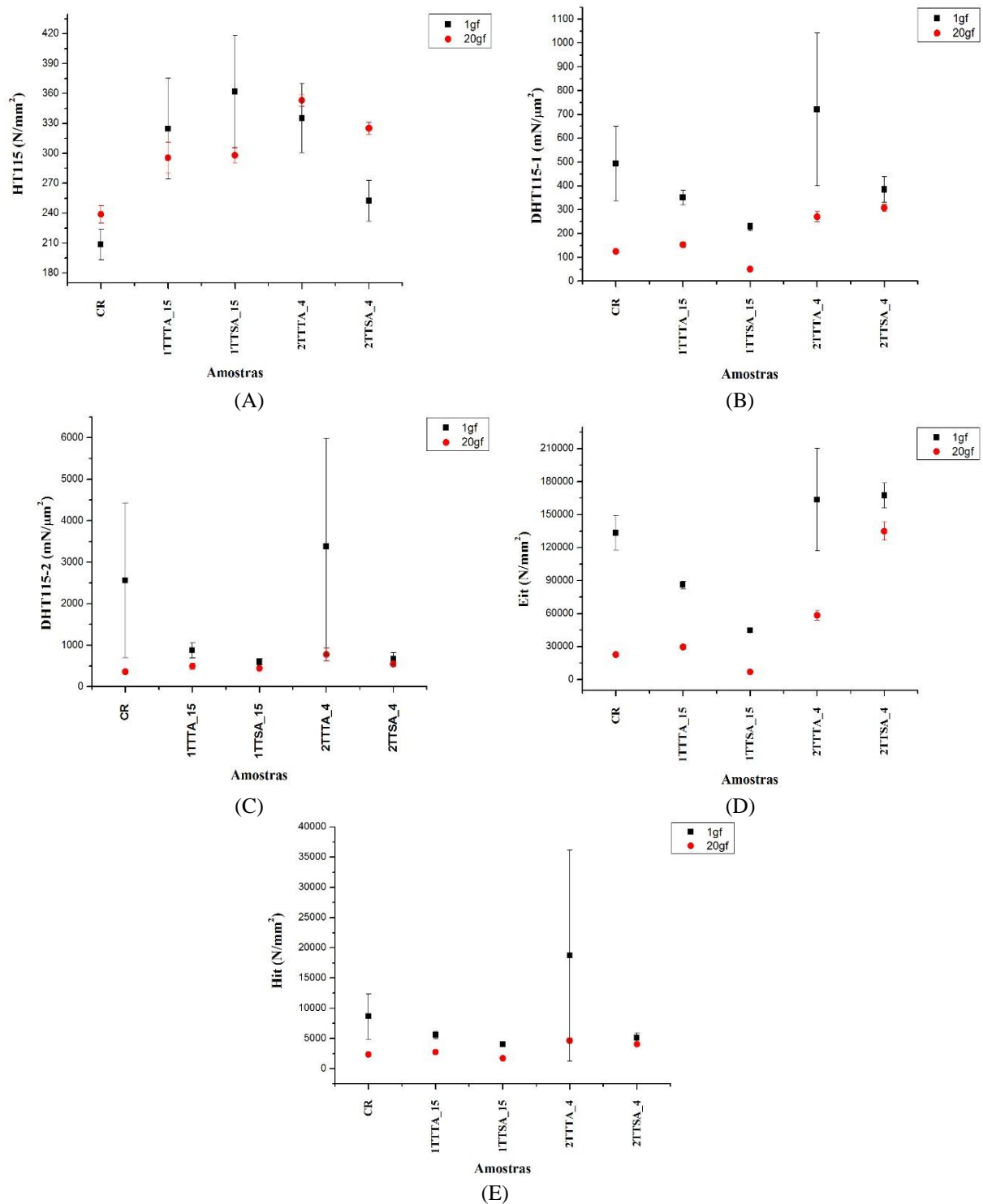


Figura 4-61: Evolução das propriedades mecânicas de: HT115 (A), DHT115-1 (B), DHT115-2 (C), E_{it} (D) e H_{it} (E) para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.

Ao analisar a Figura 4-1 (A), notou-se que a magnitude da dureza clássica para a carga de 20 gf é maior para as amostras CR, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, enquanto que para as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15, a dureza é maior para a carga de 1 gf. Já nas demais propriedades (B a E) houve uma maior magnitude das propriedades quando a carga aplicada é de 1gf,

sobretudo nas amostras CR e 2TTTA_4, sendo esta diferença menor nas amostras 1TTTA_15, 1TTSA_15 e 2TTSA_4.

Os valores superestimados para a carga de 1 gf também foi descrito por (DA SILVA, 2017). Isto provavelmente está associado à quantidade diferente de grãos analisados com ambas as cargas e também a uma questão matemática, pois como as profundidades de indentaç o ($h_{m\acute{a}x}$, h_r e h_c) com a carga de 1gf s o substancialmente inferiores   de 20 gf e menores que 1 unidade, as propriedades cujos c culos envolvem as profundidades de indentaç o ao quadrado no denominador t m seus valores incrementados.

Sabe-se que a dureza cl ssica (HT115) e a durezas din micas (DHT115-1 e DHT115-2) est o associadas   resist ncia   deformaç o pl stica do material, sendo poss vel correlacion las com a evoluç o do LRT destas amostras, apresentados na seç o anterior. Os valores de LRT foram incrementados at  a amostra 1TTSA_15, seguido de um decr scimo e um  ltimo aumento. Este comportamento ocorreu de forma semelhante em HT115, sobretudo para a carga de 1 gf, enquanto os valores de DHT115-1 tiveram um aumento em suas magnitudes da amostra 2TTTA_4 para a 2TTSA_4, para a carga de 20 gf, t m de forma similar ao comportamento dos LRT's. Em contrapartida, os valores de DHT115-2 se apresentaram com uma evoluç o bem distinta. Lembrando que estas amostras s o completamente austen ticas e como j  observado, s o suscept veis ao efeito TRIP   temperatura ambiente, ent o pode-se inferir que o comportamento dos valores destas durezas (cl ssica e ambas din micas) para 1 gf estariam relacionados aos est gios iniciais de deformaç o pl stica por deslizamento de discord ncia e formaç o de martensita, enquanto que os valores resultantes da imposiç o da carga m xima de 20 gf estariam associados a est gios mais avançados no processo de deformaç o agregado a uma maior deformaç o pl stica por deslizamento concomitante   maior fraç o de martensita formada na zona deformada ao redor da indentaç o. Com base neste cen rio, os valores das durezas din micas superiores para a carga de 1 gf poderia ser justificado por uma contribuiç o mais significativa no incremento da resist ncia   indentaç o do material pela significativa formaç o de martensita do que o encruamento nos est gios iniciais de deformaç o destas condiç es estruturais analisadas.

A dureza de indentaç o (H_{it}) est  associada qualitativamente   tens o LE. A evoluç o dos LE's se deu da seguinte forma: Houve um decr scimo da amostra 1TTTA_15 at  a amostra 2TTTA_4 e um incremento para a amostra 2TTSA_4, diferente da evoluç o de H_{it} , em que os valores se apresentaram bem pr ximos, por m houve uma maior amplitude de erro para a amostra 2TTSA_4, quando avaliada com carga m xima de at  1 gf.

De modo a complementar as propriedades de ultramicrodureza, na Figura 4-62 é apresentada a evolução dos trabalhos total W_t (A), elástico W_e (B) e plástico W_p (C), para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.

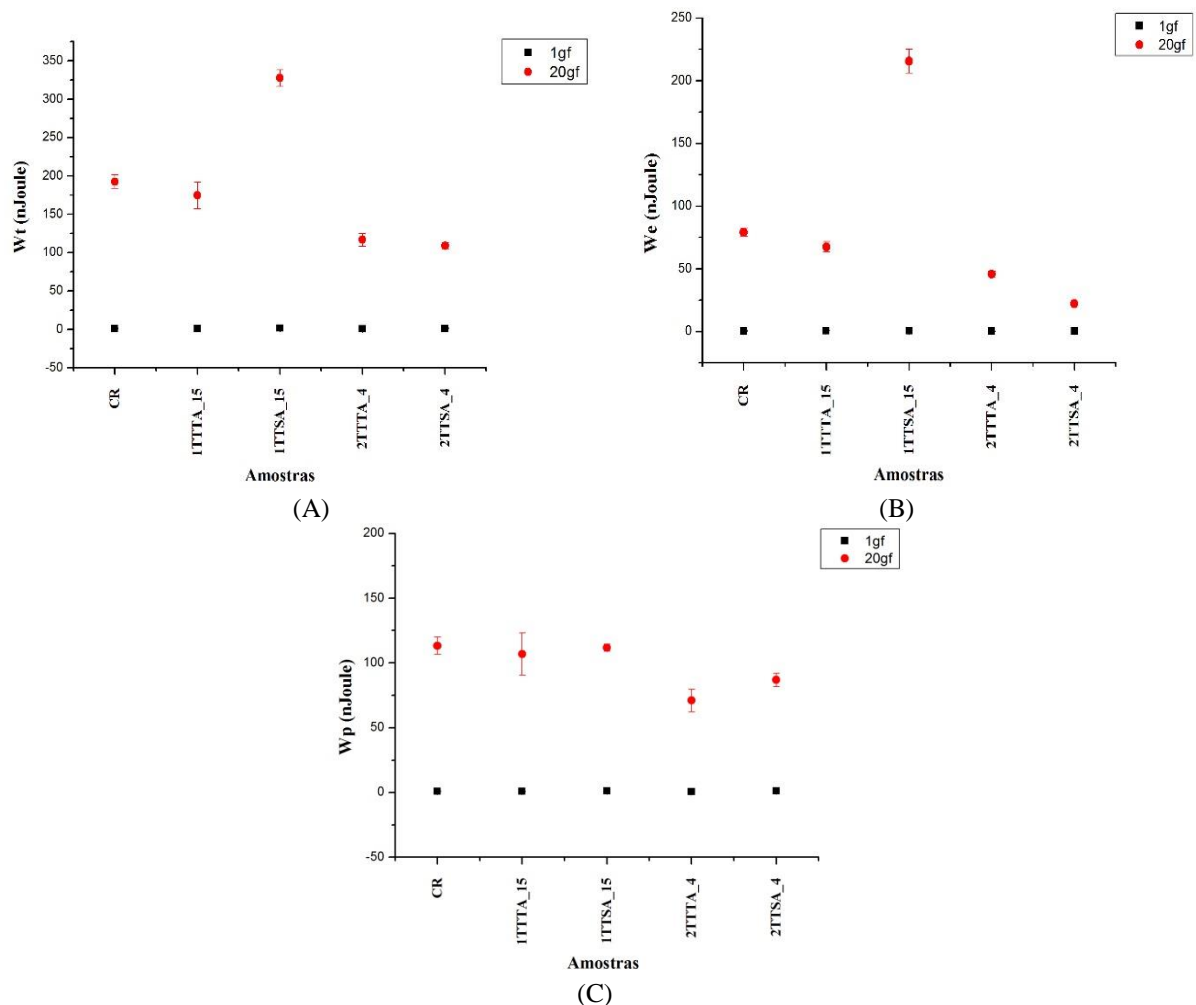


Figura 4-62: Evolução dos trabalhos total (A), elástico (B) e plástico (C) para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4.

Concluiu-se que os trabalhos W_t , W_e e W_p possuem suas magnitudes maiores para a carga de 20 gf, sendo esta diferença mais pronunciada nas amostras CR e 1TTSA_15 e menores nas amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4. Pode-se dizer então que as amostras CR e 1TTSA_15 possuem maiores áreas abaixo da curva de descarregamento (W_e) e também maiores áreas entre as curvas de carregamento e descarregamento (W_p), após a aplicação do indentedor e subsequente retorno elástico após a remoção do mesmo, ao final do ensaio de ultramicrodureza. Vale ressaltar que o trabalho W_t é a soma dos trabalhos W_e e W_p .

Com o intuito de avaliar as propriedades de forma individual para cada carga, na Figura 4-63 são apresentadas as durezas clássicas HT115 para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B).

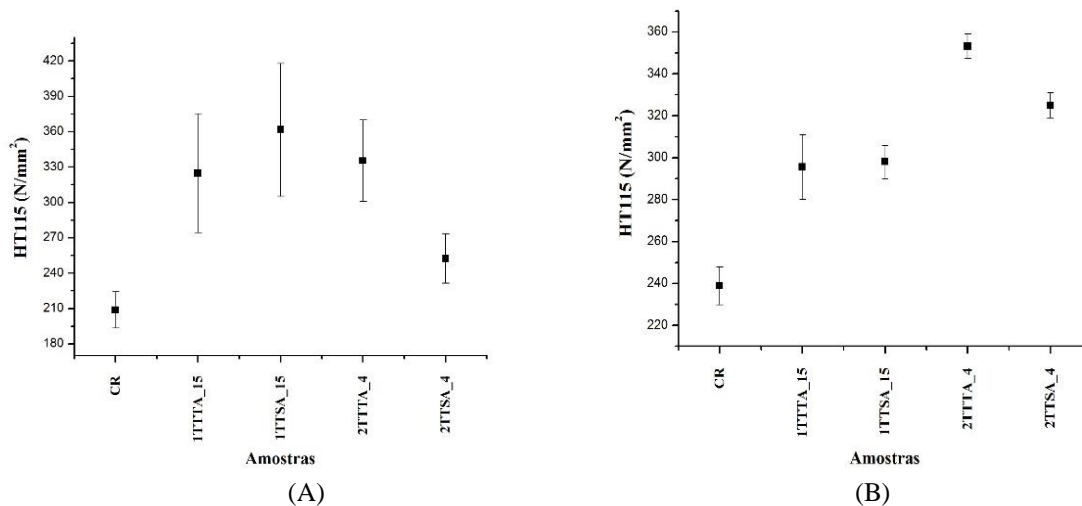


Figura 4-63: Evolução das propriedades mecânicas de dureza clássica (HT115) para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B).

Observou-se que a magnitude para a carga de 1 gf é menor na amostra CR, quando comparada à carga de 20 gf e que em 1 gf os valores incrementaram até a amostra 1TTSA_15 e depois decresceram, diferentemente para a carga de 20 gf, em que este incremento vai até a amostra 2TTTA_4, sendo suave entre as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15, e em seguida, há um decréscimo na magnitude da amostra 2TTSA_4. No entanto, os valores são bem próximos tanto para a amostra CR, como para as amostras tratadas termicamente, conforme descrito por (DA SILVA, 2017).

Os gráficos de dispersão que correlacionam as durezas dinâmica elasto-plástica (DHT115-1) e dinâmica plástica (DHT115-2) para as cargas de 1 e 20 gf, respectivamente, são apresentados na Figura 4-64.

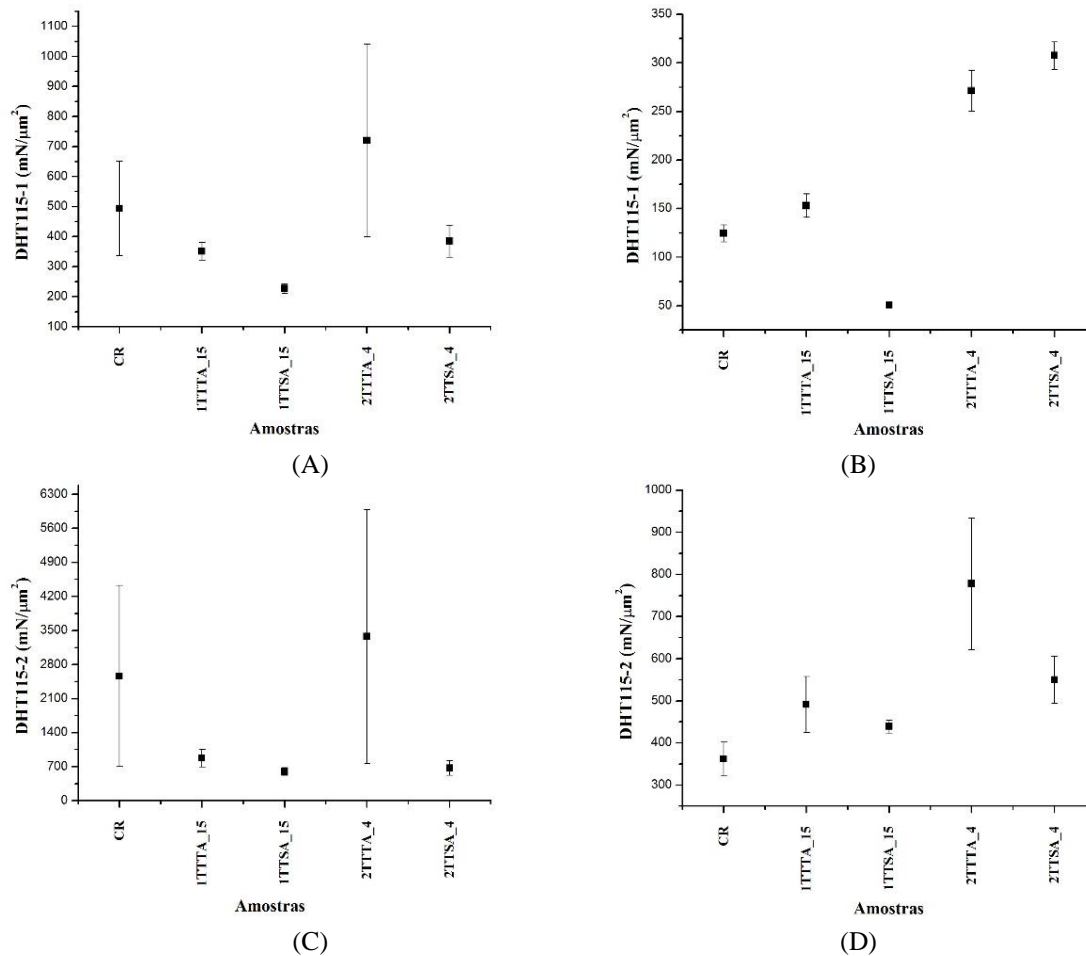


Figura 4-64: Evolução das durezas dinâmica elasto-plástica (DHT115-1) (A e B) e dureza dinâmica plástica (DHT115-2) (C e D) para as cargas de 1 e 20 gf, respectivamente.

Ao analisar DHT115-1 para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B), observou-se que os valores para a carga de 1gf, para todas as amostras, são bem maiores do que para a carga de 20 gf. Isto está associado à profundidade máxima aplicada pelo indentedor que está correlacionada com a dureza dinâmica elasto-plástica, portanto, pode-se dizer que a amostra 2TTTA_4 possui uma maior dureza DHT115-1 associada à deformação elástica e plástica, aplicada durante a indentação.

No que diz respeito à DHT115-2 para as cargas de 1 gf (C) e 20 gf (D), notou-se que, de forma similar à DHT115-1, os valores se apresentaram maiores para a carga de 1 gf e que as amostras CR e 2TTTA_4 apresentaram maiores durezas associadas ao perfeito retorno elástico do material, após a indentação. Pôde-se concluir que DHT115-1 e DHT115-2 tiveram comportamentos semelhantes em 1 gf e distintos para 20 gf, sendo a amplitude de erro maior em DHT115-2 na carga de 20 gf do que para a carga de 1 gf.

Na Figura 4-65 são apresentadas as correlações da dureza de indentação H_{it} e do módulo de indentação E_{it} , para as cargas de 1 e 20 gf.

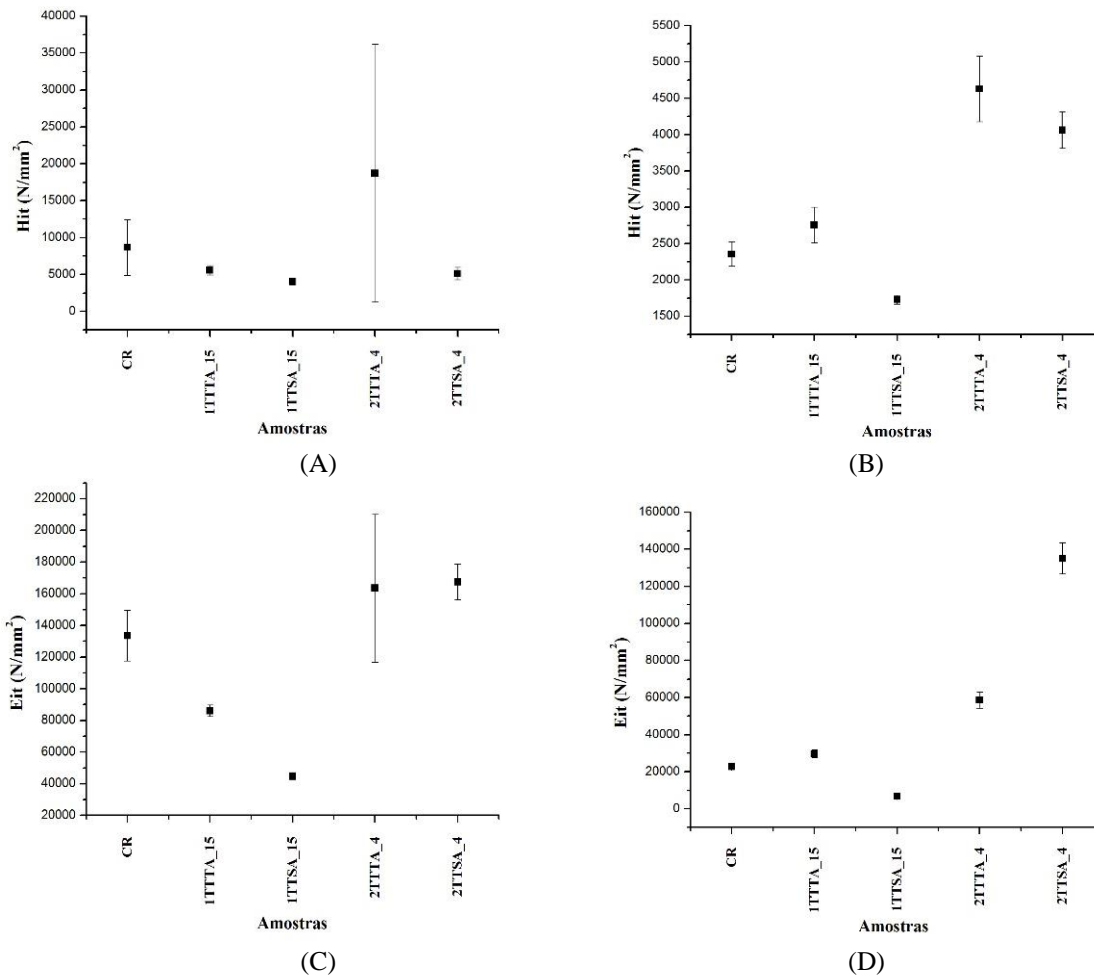


Figura 4-65: Evolução da dureza de indentação (H_{it}) (A e B) e do módulo de indentação (E_{it}) (C e D) para as cargas de 1 e 20 gf, respectivamente.

De modo similar aos gráficos anteriores, observou-se que tanto os valores de H_{it} como os de E_{it} são superestimados para a carga de 1 gf quando comparados à carga de 20 gf e que a amostra 2TTTA_4 possui uma maior magnitude de H_{it} , i.e., maior resistência à deformação plástica, para ambas as cargas, e maior módulo de indentação E_{it} para a carga de 1 gf. Já a amostra 1TTSA_15 é a que apresenta os menores valores de H_{it} e E_{it} para as duas cargas aplicadas. De forma sucinta, a evolução das propriedades E_{it} e H_{it} é bem distinta para ambas as cargas.

Comportamentos semelhantes foram encontrados no trabalho de (DA SILVA, 2017), em que amostras do 201LN laminadas com 8 passes e tratadas termicamente a 750 °C por 5 minutos possuem maiores valores de dureza dinâmica elasto-plástica, dureza dinâmica plástica e dureza de indentação, assim como ocorreu neste trabalho para a amostra 2TTTA_4.

De um modo geral, ao confrontar os resultados do ensaio de Tração com os resultados de Ultramicrodureza, as propriedades LRT e LE podem ser correlacionadas com DHT115-1 e E_{it} . Para a carga de 20 gf, é retratada uma maior população de grãos associada a um maior

volume deformado pela penetração do indentedor com uma maior força imposta, gerando incrementos dos seus valores nesta ordem: 1TTSA_15 < 1TTTA_15 < 2TTTA_4 < 2TTSA_4, para os valores de DHT115-1 e LRT em conjunto com LE. Vale ressaltar que apesar do valor médio do LRT da condição 1TTSA_15 ser superior ao da condição 1TTTA_15, o seu desvio padrão é superior e seu LE é inferior. Por outro lado, mudanças significativas na resistência mecânica destes materiais estão associadas às modificações estruturais mais significativas durante a sollicitação mecânica, seja a nível macro (ensaio de Tração) ou micro (ensaio de Ultramicr dureza). Como o módulo de indentação (E_{it}) é medido no descarregamento da carga aplicada durante a penetração do indentedor, seus valores associados ao retorno elástico tem correspondência direta com a martensita formada em conjunto com a austenita não transformada ao final do patamar de permanência do indentedor na carga máxima. O que neste caso não teria correlação com o módulo de elasticidade medido pelos métodos clássicos (ultrassom, ensaio de Tração com extensômetros, etc.), que levam em consideração o material de partida austenítico não modificado pelas ações de qualquer deformação imposta.

De forma a analisar sucintamente os trabalhos exercidos neste ensaio, uma comparação de W_p , W_e e W_t são apresentados na Figura 4-66 para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B).

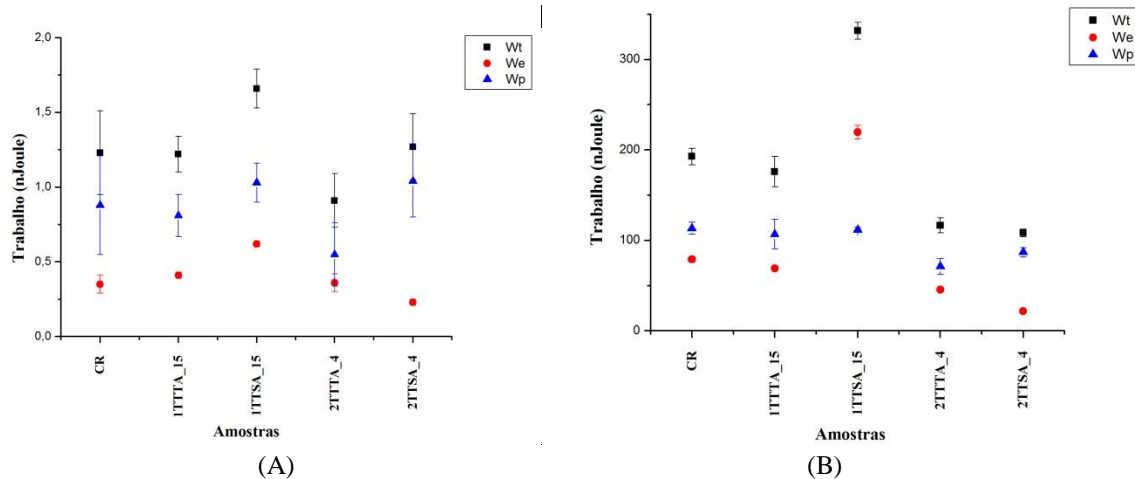


Figura 4-66: Comparação da evolução dos trabalhos W_t , W_e e W_p para as cargas de 1 gf (A) e 20 gf (B).

Ao comparar ambos os gráficos, são visíveis que para 20 gf (B) os valores dos trabalhos são bem maiores quando comparados à 1 gf (A). Notou-se também que a contribuição do trabalho total é maior para todas as amostras em ambas as cargas, seguido dos trabalhos plástico e elástico, i.e., a área obtida entre as curvas de carregamento e descarregamento, que corresponde ao trabalho plástico parcialmente consumido durante a indentação, são maiores do que as áreas abaixo da curva de descarregamento, que corresponde à outra parte do

trabalho total, consumido pelo trabalho elástico. No entanto, há uma exceção quanto aos W_e e W_p da amostra 1TTSA_15 quando submetida à carga de 20 gf: A área correspondente ao W_e é maior do que o W_p e isto é evidente na tabela 8.9, em que os valores da diferença entre $h_{máx}$ e h_p ($h_{máx} - h_p$) são muito maiores para esta amostra quando comparados às demais, em função de uma força máxima próxima a 20 gf (198 mN). Além disso, os valores médios do módulo de indentação (E_{it}), tabela 8.9, são muito menores para amostra 1TTSA_15, o que também destaca a sua maior capacidade de retorno elástico.

Comparando ambos os gráficos, também se observou que a amostra 2TTSA_4 apresenta os menores trabalhos em 20 gf e o menor W_e em 1 gf. Já a amostra 2TTTA_4 possui as menores contribuições de W_t e W_p para a carga de 1 gf. A evolução dos três trabalhos se apresentou bem distintas entre ambas as cargas.

Ao analisar os gráficos relacionados aos trabalhos, observou-se que a profundidade de indentação diminuiu durante o patamar de carga máxima, fato este associado à formação de martensita neste patamar, e com isto é criado um relevo na superfície da amostra na área indentada, empurrando o indentador para cima. Este comportamento se faz presente para os ensaios de 1 gf, em todas as amostras austeníticas avaliadas, como também em 20 gf, com menor evidência. Além disso, é observado para algumas curvas de indentação (Figuras 8.9 e 8.10) incrementos súbitos na força durante a curva de carregamento sem mudança significativa na profundidade de indentação, os quais ocorrem devido à formação de martensita durante o carregamento.

A partir das análises de Ultramicrodureza descritas, concluiu-se que para as amostras 100% austeníticas e susceptíveis ao efeito TRIP, o fato da redução do tamanho de grão e/ou presença de grãos austeníticos encruados contribuiu para o incremento destas propriedades, com visão na amplitude do valor do erro das medidas, ao redor da sua média, para cada amostra. Observou-se também que esta avaliação tem uma visão do comportamento mecânico a nível microestrutural pelas baixas cargas utilizadas, como 1 gf que envolve a avaliação de grãos individuais pelo fato das impressões resultantes terem pequenas dimensões medidas através das alturas do triângulo gerado pela impressão do indentador Berkovich, e 20 gf que envolve uma pequena população de grãos, pela dimensão da impressão da indentação. Com isto, a dispersão dos valores, principalmente para 1 gf, nas amostras recozidas, está associada à distribuição bimodal de tamanho de grãos austeníticos nestas amostras (como aglomerados de grãos menores circundando grãos maiores associados à reversão e recuperação/

recristalização da austenita encruada, respectivamente, no tratamento térmico de recozimento para reversão).

Ao confrontar os resultados de ensaio de Tração com Ultramicrodureza, propriedades como HT115, DHT115-2, Hit, W_t , W_p e W_e não se correlacionam tão bem como os valores apresentados de LRT e LE, para as amostras estudadas, por apresentarem um incremento nesta ordem 1TTSA < 1TTTA < 2TTSA < 2TTTA para a carga máxima de 20 gf. No entanto, podem ser justificado pelo decréscimo do tamanho de grão austenítico nas amostras 1TTSA < 1TTTA < 2TTSA < 2TTTA, em função da média e distribuição de tamanho de grão, e 2TTSA < 2TTTA < 1TTTA < 1TTSA, em função da propensão de formação de martensita.

5 CONCLUSÕES

Deste estudo sobre o aço inoxidável austenítico 201LN que visou avaliar as condições ótimas para refinamento de grãos austeníticos via duas etapas de laminação a frio, tanto em temperatura ambiente como em salmoura, e subseqüentes tratamentos térmicos, pôde-se concluir que:

- A fração volumétrica de martensita induzida por deformação (α') e a macrodureza (HRC e HV) incrementaram em função da redução de espessura imposta durante a laminação a frio tanto em temperatura ambiente como em salmoura. No entanto, o endurecimento e a fração de martensita formada na laminação com pré-resfriamento em salmoura com o incremento do grau de redução na espessura não apresentaram valores tão superiores àqueles observados na laminação a temperatura ambiente;
- A cinética para reversão da martensita em austenita, com base na temperatura de encharque adotada (750 °C) no recozimento, mostrou-se sensível ao tamanho de grão austenítico prévio à etapa de laminação. Tendo em vista que a completa reversão da martensita em austenita (avaliada pelas técnicas de ferritoscopia e DRX) deu-se em tempo inferior após a segunda sequencia de laminação (4 minutos) quando comparada à primeira sequência (15 minutos), independente de a laminação ter sido conduzida à temperatura ambiente ou com pré-resfriamento em salmoura;
- O refinamento de grãos austeníticos (redução no tamanho de grão em aproximadamente 50 μm desde a condição CR até aproximadamente 3 μm com o completo processamento otimizado) e sua distribuição heterogênea nas amostras recozidas possuem forte correlação com os aspectos microestruturais desenvolvidos ao longo das etapas de laminação da rota de processamento ótima. Ou seja, regiões de martensita induzida por deformação que se reverteram em austenita e regiões de austenita encruada que se recristalizaram parcialmente nos tratamentos recozimento adotados;
- As respostas sobre a evolução da macro e microtextura cristalográfica da austenita para as condições recozidas para reversão apresentaram componentes que puderam ser bem correlacionadas e sem modificações significativas quando comparadas à condição como

recebida, tais como: Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, Cubo gêmeo $\{122\}\langle 122\rangle$, Goss $\{110\}\langle 100\rangle$, Latão $\{100\}\langle 112\rangle$ e Taylor $\{4,4,8\}\langle 11,11,8\rangle$;

- A microestrutura bimodal, em termos de tamanho de grão austenítico, desenvolvida no material para as distintas condições resultantes do recozimento para reversão implicou numa significativa dispersão nos resultados das propriedades mecânicas avaliadas por tração uniaxial via ultramicrodureza instrumentada quando sob carga máxima de 1 gf;
- De forma a complementar as caracterizações mecânicas, pôde-se observar que a rota de processamento proposta resultou em um incremento significativo dos valores de LE e de LRT e numa redução do coeficiente de encruamento (n) das amostras recozidas, quando comparadas com o material de partida, sendo que a condição associada à primeira sequência de processamento laminada à temperatura ambiente (1TTTA_15) apresentou o menor valor deste coeficiente. Comportamento este extremamente positivo para uma possibilidade de aplicabilidade de um material de elevadas resistência e ductilidade, na ordem de GPa;
- Concluiu-se que houve um indicativo de uma possível redução no efeito TRIP avaliada pela quantificação da porcentagem de martensita via ferritoscopia, após a realização do ensaio de tração nas amostras austeníticas associadas à segunda sequência de processamento otimizada, que registrou valores de martensita inferiores aos registrados inicialmente na condição das amostras que foram somente laminadas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se:

- Ajustes nos ataques eletrolíticos das amostras 2LFTA, 2LFSA e 2TTTA_4: Por serem amostras muito finas, aproximadamente 1 mm de espessura, supõe-se que as soluções utilizadas poderiam estar com elevada concentração de ácido nítrico (2TTTA_4) e de ácido oxálico (2LFTA e 2LFSA), gerando pites nas mesmas. Portanto sugere-se que se pode diminuir as concentrações destes ácidos ao preparar as respectivas soluções ou ainda, diminuir os tempos de imersão das amostras durante os ataques eletrolíticos;
- Ao se tratar de amostras com grãos muito refinados, seria interessante obter imagens de EBSD com maiores aumentos e registros de maiores campos visando uma melhor análise destas amostras;
- Neste trabalho, não foi possível obter um tamanho de grão nano ou ultrafino. Para tal sugere-se a realização de tratamentos térmicos com maiores temperaturas e tempos mais curtos de encharque, além de uma variação no grau de deformação, favorecendo um tamanho de grão mais refinado e homogêneo. Além disso, seria interessante a avaliação de uma terceira sequência de laminação e recozimento para reversão que poderia ser efetiva na redução do tamanho de grão abaixo do micrometro e avaliar como isto afetaria o efeito TRIP em conjunto com a evolução microestrutural, textural e das propriedades mecânicas;
- Por fim, adotar o método de corte a laser para confecção dos corpos de prova de tração e assim avaliar se a dispersão observada nos resultados dos ensaios de tração, nas amostras provenientes do processamento termomecânico em estudo, é devido ao acabamento proveniente do corte a jato d'água.

7 REFERÊNCIAS

ALVES, J.M; **Quantificação de fase e tensão residual em aço TRIP após deformação por laminação e tração**, Tese de Doutorado, Instituto Militar de Engenharia/RJ (2018), pp.34.

ASM INTERNATIONAL; **Stainless Steels for Design Engineers** (2008), pp.72.

BACKOFEN, W.A; **Deformation Processing** (1972), pp.326.

BAGHBADORANI, H.S.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; BEHJATI, P.; REZAEI, A.; MOALLEMI, M.; **An investigation on microstructure and mechanical properties of a Nb-microalloyed nano/ultrafine grained 201austenitic stainless steel**, Mater. Sci. Eng. A 636(2015), pp.593 - 599.

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 44(2013), pp.3524-3531.

CHALLA, V.S.A.; MISRA, R.D.K.; SOMANI, M.C.; WANG, Z.D.; **Influence of grain structure on the deformation mechanism in martensitic shear reversion-induced Fe-16Cr-10Ni model austenitic alloy with low interstitial content: Coarse-grained versus nanograined/ultrafine-grained structure**, Mater. Sci. Eng. A 661(2016), pp. 51-60.

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(2008), pp.703-717.

CHOWDHURY, S.G.; DAS, S; DE, P.K; **Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel**, Acta Mater. 53 (2005), pp.3951–3959.

COHEN, M.; WAYMAN, M.C.; **Fundamentals of Martensitic Reactions**, US-China Bilateral Metallurgy Conference: Treatises in Metallurgy (1981).

COSTA, D.C.T; **Caracterização microestrutural e mecânica para quantificação da martensita induzida pro deformação de um aço inoxidável austenítico 304L**. Dissertação, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda– RJ, 2014.

CRIPPS, A.C.F.; **Handbook of nanoindentation propriedades** (2005), pp.38-46.

DA SILVA, C.S; **Formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN**, Dissertação, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro – RJ, 2017.

DISCHINO, A.; KENNY, J.M.; **Effect of Grain Size on the Corrosion Resistance of a High Nitrogen Low Nickel Austenitic Stainless Steel**, J.Mater.Sci.Lett. 21(2002), pp.1631-1634.

ESKANDARI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; **Formation of nano-grained structure in a 301 stainless steel using a repetitive thermo-mechanical treatment.**, Mater Lett. 63(2009), pp.1442 - 4.

ESKANDARI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; **Effect of Strain-Induced Martensite on the Formation of Nanocrystalline 316L Stainless Steel After Cold Rolling and Annealing**, Metall. Mater. Trans. A. 40(2009), pp.2241-9.

FEREZIN, J.W.; **Estudo por difratometria de raios x da transformação martensítica induzida por deformação de dois aços inoxidáveis austeníticos**, Trabalho de Conclusão de curso, Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo/SP (2016), pp.96.

FERRO, D.A.; **Caracterização e estampabilidade de um aço sae 1080 fosfatizado**. Dissertação, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo – SP, 2015.

FRITZLEN, G.A.; ELBAUM, J.K.; **Cobalt-Chromium-Tungsten-Molybdenum Wear-Resistant Alloys** (1961), pp.669.

GARCIA, A.; SPIM, J.A.; DOS SANTOS, C.A.; **Ensaio dos Materiais**, LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. (2000).

GAUSS, C.; **Evolução microestrutural do aço inoxidável duplex UNS S32205 durante laminação a frio e posterior recozimento**. Dissertação, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena – SP, 2015.

GODEC, M.; JENKO, M.; **Presentation methods of textures measurements**, Institute Metals and Technology (2000), pp.360.

GURGEL, M.A.M.; **Evolução estrutural de um aço dp laminado a frio e submetido ao recozimento intercrítico sob distintas condições de resfriamento**, Dissertação, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda – RJ, 2016.

HAMADA, A.S.; KISKO, A.P.; SAHU, P.; KARJALAINEN, L.P.; **Microstructural development due to long-term aging and ion irradiation behavior in weld metals of austenitic stainless steel**, Mater. Sci. Eng. A 628(2015), pp.154-159.

HAMADA, A.S.; KARJALAINEN L, P.; MISRA, R.D.K.; TALONEN, J.; **Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two cr-mn grade austenitic stainless steels**, Mater. Sci. Eng. A 559(2013), pp.336-344.

HAN, H.N.; **A microstructure-based analysis for Transformation Induced Plasticity and mechanically induced martensitic transformation**, Mater. Sci. Eng. A 485(2008), pp.224-233.

HE, Y.M.; WANG, Y.H.; GUO, K.; WANG, T.S.; **Effect of carbide precipitation on strain-hardening behavior and deformation mechanism of metastable austenitic stainless steel**

after repetitive cold rolling and reversion annealing, Mater. Sci. Eng. A 708(2017), pp.248-253.

IAWAMOTO, T.; TSUTA, T.; TOMITA, Y.; **Investigation on Deformation Mode Dependence of Strain-Induced Martensitic Transformation in TRIP Steels and Modelling of Transformation Kinetics**, Elsevier Science 40(1998), pp.173-182.

KARJALAINEN, L.P.; **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(2008), pp.404-412.

KIM, J.H.; **Effects of al addition on deformation and fracture mechanisms in two high manganese twip steels**, Mater. Sci. Eng. A 543(2012), pp.50-57.

KING, H.W.; LARBALESTIER, D.C.; **Austenitic stainless steels at cryogenic temperatures: The compositional dependence of the Ms.**, Cryogenics (1981), pp.521 - 522.

KUMAR, B.R.; SINGH, A.K.; MAHATO, B.; DE, P.K.; BANDYOPADHYAY, N.R.; BHATTACHARYA, D.K., **Deformation-induced transformation textures in metastable austenitic stainless steel**, Mater. Sci. Eng. A 429 (2006), pp.205–211.

KUMAR, B.R.; SHARMA, S; **Recrystallization Behavior of a Heavily Deformed Austenitic Stainless Steel During Iterative Type Annealing**, Metallurgical and Materials Transactions A 45(2014), pp.6027 - 6038.

LEBEDEV, A. A.; KOSARCHUK, V.V.; **Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels.**; Int. J. Plasticity 16(2000), pp.749-767.

LISCHKA, F.T.; **Efeito do cobre e da deformação no efeito TRIP de um aço inoxidável austenítico AISI304, avaliado por diversos métodos de análise**, Dissertação, Universidade Federal de Santa Catarina – SC, 2013.

MA, Y.; JIN, J.E.; LEE, Y.K.; **A repetitive thermomechanical process to produce nanocrystalline in a metastable austenitic steel**, Scr. Mater. 52(2005), pp.1311–5.

MARSHALL, P.I.; **Effects of alloyed molybdenum on the kinetics of repassivation on austenitic stainless steels**; Elsevier (1984), pp.23-29.

MESZAROS, I.; **Magnetic investigation of the effect of α' -martensite on the properties of austenitic stainless steel**; Journal of materials processing technology 16, (2005), pp.162-168.

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**, Mater. Sci. Eng. A 530 (2011), pp.378-381.

MOALLEMI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; REZAEI, A.; BAGHBADORANI, H.S.; NEZHADFAR, P.D; **Deformation-induced martensitic transformation in a 201 austenitic steel: the synergy of stacking fault energy and chemical driving force**, Mater. Sci. Eng. A 653(2016), pp.147-152.

MOALLEMI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; REZAEI, A.; SAMAEI, H.; **Formation of nano/ultrafine grain structure in a 201 stainless steel through the repetitive martensite thermomechanical treatment**, Materials Letters 89(2012), pp.22-24.

OUTOKUMPU; **Handbook of stainless steel** (2013), pp.18.

PADILHA, A.F.; **Materiais de engenharia - microestrutura e propriedades** (2000), pp.171-172.

PADILHA, A.F.; GUEDES, L.C.; **Aços inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades** (1994), pp.112-114.

PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R.; **Annealing of cold-worked austenitic stainless steels**, ISIJ International 43(2003), pp.135-143.

PINTO, A.L.; LOPES, A.M.; **A utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura**, Workshop sobre Textura e Relações de Orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de Grão. São Paulo, EPUSP, (2001).

PETIT, B.; **Deformation behavior and microstructure/texture evolution of an annealed 304 AISI stainless steel sheet. Experimental and micromechanical modeling**, International Journal of Plasticity 23(2007), pp. 323-341.

RANDLE, V.; ENGLER, O.; **Introduction to textures Analysis Macrotexture, microtexture and orientation mapping**, Gordon and Breach Science Publisher, Amsterdam (2000), pp.388.

REZAEI, A.; **Production of nano/ultrafine grained AISI 201L stainless steel through advanced thermo-mechanical treatment**, Mater. Sci. Eng. A 528 (2011), pp. 5025-5029.

SADEGHPOUR, S.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; **Influence of Ti microalloying on the formation of nanocrystalline structure in the 201 austenitic stainless steel during martensite thermomechanical treatment**, Mater. Sci. Eng. A 584(2013), pp.177-83.

SAMAEI, H.B.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; BEHJATI, P.; REZAEI, A.; MOALLEMI, M.; **An investigation on microstructure and mechanical properties of a Nb-microalloyed nano/ultrafine grained 201 austenitic stainless steel.**, Mater. Sci. Eng. A (2015), pp.593-599.

SERNA, M. M.; **Estudo comparativo da análise de macrotextura pelas técnicas de difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados**, Seminário de Área – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – Universidade de São Paulo (2002), p.1-32.

SHEN, Y.F.; **Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel**, Mater. Sci. Eng. A 555(2012), pp.514-522.

SHIMADZU. **Dynamic Ultra-micro Hardness Tester DUH-211/ DUH-211S** (2009).

SHIRDEL, M.; MIRZADEH, H.; PARSA, M.H.; **Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite:**

Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect, Materials Characterization 103(2015), pp.150-161.

SCHWARTZ, A.D.; KUMAR, M.; ADAMS, B.L., **Fundamentals of automated EBSD in Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**, Plenum Publishers 55(2000), pp. 51-64.

SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R.; **Aços e Ligas Especiais** (2006), pp.215-220 e 408-409.

SILVA, T.T.V.; **Comportamento Biaxial de Chapas Metálicas: Concepção de Dispositivo Experimental e Análise por Elementos Finitos do Corpo de Prova Cruciforme**, Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda – RJ, 2006.

SOMANI, M.C.; JUNTUNEN, P.; KARJALAINEN, L.P.; MISRA, R.D.K., KYRÖLÄINEN, A.; **Enhanced mechanical properties through reversion in metastable austenitic stainless steels**, Metall. Mater. Trans. A 40(2009), pp. 729–744.

SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K.; **Over of Processing, microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grain**, Mater. Sci. Eng. A 441(2006), pp.1-17.

SOUZA FILHO, I.R.; ZILNYK, K.D.; SANDIM, M.J.R.; BOLMARO, R.E.; SANDIM, H.R.Z.; **Strain partitioning and texture evolution during cold rolling of AISI 201 austenitic stainless steel**, Mater. Sci. Eng. A 702(2017), pp.161-172.

SPENCER, K.; EMBURY, J.D.; CONLON, K.T.; VE'RON, M.; BRE'CHET, Y.; **Strain-induced martensite formation in austenitic stainless steel**, Mat. Sci. Eng. A. (2004), pp.387-389.

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**, Mater. Sci. Eng. A 732(2018), pp.350–358.

TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HÄNNINEN, H.; **Comparison of different methods for measuring strain induced α' -martensite content in austenitic steels**, Materials Science and Technology 20(2004), pp.1506-1511.

TALONEN, J.; **Effect of strain rate on the strain-induced α' -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steel**, Metallurgical and Materials Transactions A 36(2005), pp.421-432.

TALONEN, J.; NENONEN, P.; PAPE, G.; HANNINEN, H.; **Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels**, Metall. Mater. Trans. A 36(2005), pp.421-432.

TAVARES, S.S.M.; **Deformation induced martensitic transformation in a 201 modified austenitic stainless steel**, Materials Characterization 60(2009), pp.907-911.

TAVARES, S.S.M.; PARDAL J.M.; GOMES DA SILVA, M.J.; ABREU, H.F.G.; SILVA, M.R.; Mater. Charact. 60(2009), pp.907-911.

TAYLOR, A. F., FRANCIS, C. S.; **Handbook of Nanophysics** (2010).

TIAMIYU, A.A.; ODESHI, A.G.; SZPUNAR, J.A.; **Austenitic Reversion of Cryo-rolled Ti-Stabilized Austenitic Stainless Steel: High-Resolution EBSD Investigation**, ASM International (2018).

TOURKI, Z.; BARGUI, H.; SIDHOM, H.; **The kinetic of induced martensitic formation and its effect on forming limit curves in the AISI 304 stainless steel**, Journal of Materials Processing Technology 166(2005), pp.330-336.

TREMARIN, R.C.; **Influência da adição de aluminato de cobalto na lama de zirconita do processo de fundição de precisão**, Dissertação, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – RS, 2011.

VIANA; **Texturas cristalográficas e suas aplicações em deformação, recristalização e transformação de fase em metais** (2003).

VITOS, L.; NILSSON, J.O.; JOHANSSON, B.; **Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory**, Acta Mater. 54(2006), pp. 3821-3826.

XU, D.M.; LI, G.Q.; WAN, X.L.; MISRA, R.D.K.; ZHANG, X.G.; XU, G.; WU, K.M.; **The effect of annealing on the microstructural evolution and mechanical properties in phase reversed 316LN austenitic stainless steel**, Mater. Sci. Eng. A 720(2018), pp.36-48.

8 ANEXOS

8.1 NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS

Para melhor compreensão, nas Tabela 8-1 a Tabela 8-4 são mostradas as nomenclaturas adotadas para as amostras CR, laminadas a frio, otimizadas na primeira etapa e otimizadas na segunda etapa, com suas respectivas siglas e descrições.

Tabela 8-1: Descrição das amostras CR e laminadas a frio.

Amostras	Descrição
Amostra CR	Estado como recebido
Amostras laminadas a frio	
1	Laminada a temperatura ambiente com 4 passes
2	Laminada a temperatura ambiente com 4 passes
3	Laminada a temperatura ambiente com 4 passes
R1	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 4 passes
R2	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 4 passes
R3	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 4 passes
4	Laminada a temperatura ambiente com 6 passes
5	Laminada a temperatura ambiente com 6 passes
6	Laminada a temperatura ambiente com 6 passes
R4	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 6 passes
R5	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 6 passes
R6	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 6 passes
7	Laminada a temperatura ambiente com 8 passes
8	Laminada a temperatura ambiente com 8 passes
9	Laminada a temperatura ambiente com 8 passes
R7	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 8 passes
R8	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 8 passes
R9	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 8 passes
4TA	Laminada a temperatura ambiente com 4 passes
4SAL	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 4 passes
6TA	Laminada a temperatura ambiente com 6 passes
6SAL	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 6 passes
8TA	Laminada a temperatura ambiente com 8 passes
8SAL	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 8 passes

Na Tabela 8-2 são apresentadas as nomenclaturas adotadas para as amostras que foram otimizadas na primeira etapa deste estudo.

Tabela 8-2: Descrição das amostras otimizadas na primeira etapa.

Amostras otimizadas na primeira etapa	Descrição
1LFTA	Laminada a temperatura ambiente com 1 sequência de laminação. Similar à amostra 8TA
1LFSA	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 1 sequência de laminação Similar à amostra 8SAL
1TTTA_15	Laminada a temperatura ambiente com 1 sequência de laminação e recozida a 750 °C por 15 min
1TTSA_15	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 1 sequência de laminação e recozida a 750 °C por 15 min
2LFTA	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min
2LFSA	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min
2TTTA_15	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário + 1 recozimento final a 750 °C por 15 min
2TTSA_15	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário + 1 recozimento final a 750 °C por 15 min

Nas Tabela 8-3 e Tabela 8-4 são apresentadas as nomenclaturas adotadas para as amostras que foram otimizadas na segunda etapa.

Tabela 8-3: Descrição das amostras otimizadas na segunda etapa.

Amostras otimizadas na segunda etapa	Descrição
2LFTA_1	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 1 min
2LFSA_1	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 1 min
2LFTA_2	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 2 min
2LFSA_2	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 2 min
2LFTA_3	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 3 min
2LFSA_3	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 3 min
2LFTA_4	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 4 min
2LFSA_4	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 4min

Tabela 8-4: Descrição das amostras otimizadas na segunda etapa.

Amostras otimizadas na segunda etapa	Descrição
2LFTA_5	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 5 min
2LFSA_5	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 5 min
2LFTA_7,5	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 7,5 min
2LFSA_7,5	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 7,5 min
2LFTA_10	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 10 min
2LFSA_10	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 10 min
2LFTA_12,5	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 12,5 min
2LFSA_12,5	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 12,5 min
2TTTA_4	Laminada a temperatura ambiente com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 4 min
2TTSA_4	Laminada e pré-resfriada em salmoura com 2 sequências de laminação e com 1 recozimento intermediário a 750 °C por 15 min + 1 recozimento final a 750 °C por 4 min

8.2 AJUSTE DAS CARGAS DE DUREZA VICKERS

Sabe-se que a indentação aplicada à uma amostra durante o ensaio de Dureza Vickers resulta em uma deformação plástica em um volume de material correspondente a sete vezes o valor da diagonal medida (CRIPPS, 2005), ao redor do ponto onde deu-se a indentação. Portanto ao realizar este ensaio, houve a necessidade de se analisar e criticar as cargas a serem aplicadas nas amostras que foram otimizadas na primeira etapa de processamento (seção 4.4),

CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15, 2TTSA_15, e para as amostras que foram otimizadas na segunda etapa de processamento (seção 4.5), 2LFTA_1; 2LFSA_1; 2LFTA_2; 2LFSA_2; 2LFTA_3; 2LFSA_3; 2LFTA_4; 2LFSA_4; 2LFTA_5; 2LFSA_5; 2LFTA_7,5; 2LFSA_7,5; 2LFTA_10; 2LFSA_10; 2LFTA_12,5; 2LFSA_12,5.

Esta crítica surgiu devido ao fato de após o processo de laminação, as amostras referentes à primeira sequência de laminação possuírem aproximadamente 2 mm de espessura, enquanto que as amostras referentes à segunda sequência, apresentavam aproximadamente 1 mm e a amostra CR, aproximadamente 4,9 mm de espessura, havendo então a necessidade de se avaliar quais cargas seriam adequadas para estas amostras. A partir da consideração de que o aço inoxidável 201LN é um material com elevada Dureza HRC, estimou-se que a carga utilizada para as amostras mais espessas (CR e de uma sequência de laminação) seria de 100 kgf, porém para as amostras da segunda sequência de laminação, foi necessário analisar de forma mais aprofundada qual carga seria mais adequada para se medir a Dureza, uma vez que as amostras muito finas possibilitariam medir a mesa de apoio do durômetro Vickers, caso houvesse a aplicação de uma carga elevada, como por exemplo, 100 kgf. Para isto, foram realizadas medidas em todas as cargas disponíveis no durômetro utilizado (5, 20, 30, 40, 50 e 60 kgf) para as amostras da segunda sequência de laminação, com o intuito de comparar a profundidade de penetração da indentação com a espessura mínima das mesmas, através da relação descrita por (GARCIA, *et al.*, 2000) pela Equação 8-1.

$$h = 0,1945 \sqrt{\frac{P}{HV}} \quad \text{Equação 8-1}$$

Onde:

h = profundidade de penetração da indentação

P = carga aplicada em kgf

HV = Dureza Vickers

No gráfico da Figura 8-1 é mostrada a correlação da espessura mínima (10 x h) para as amostras da segunda sequência de laminação, com as cargas disponíveis no durômetro utilizado.

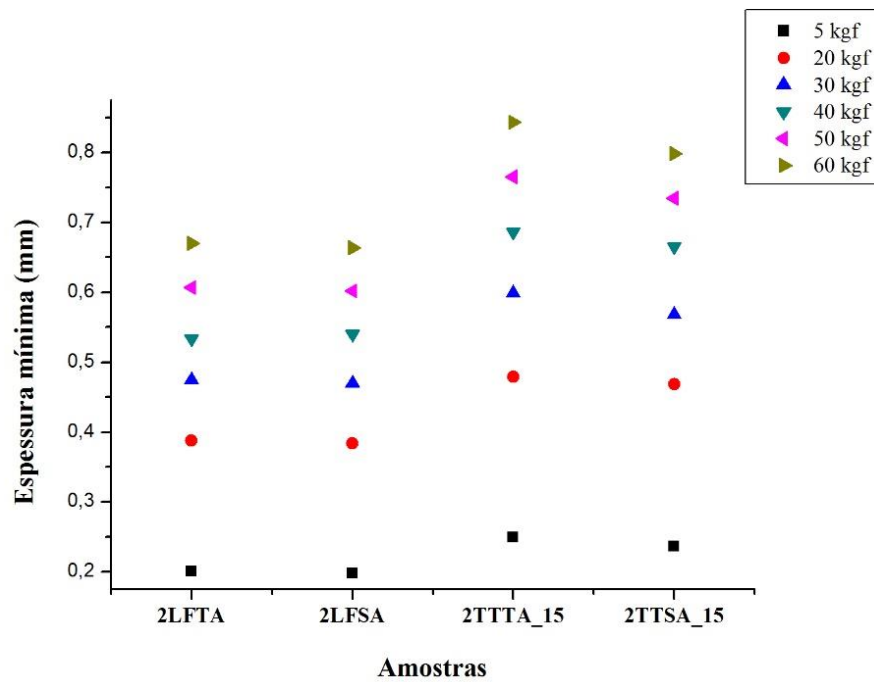


Figura 8-1: Correlação das amostras da segunda sequência de laminação com as cargas disponíveis no durômetro utilizado.

Notou-se que as espessuras mínimas necessárias para a aplicação de cada carga correspondente está abaixo do valor da espessura aproximada (1 mm) destas amostras, sendo a carga de 60 kgf inadequada para aplicação, uma vez que após a preparação metalográfica destas amostras, incluindo os lixamentos aos quais as mesmas foram submetidas, o valor da espessura real diminuiu e, portanto, esta carga seria muito elevada. Ao analisar as cargas de 30 kgf em diante, verificou-se que as diferenças das espessuras mínimas são mais próximas e também se tornam mais elevadas, portanto as cargas de 5 e 20 kgf foram escolhidas para a continuação da crítica, uma vez que estas exigem valores menores de espessura mínima, evitando que a Dureza medida de cada amostra tenha a interferência da mesa de apoio do durômetro.

Foram realizadas 10 medidas de Dureza Vickers nas amostras 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15, para as cargas de 5 e de 20 kgf, sendo calculadas suas médias e seus respectivos desvio padrão e erro experimental. Na Figura 8-2 são apresentados os valores da Dureza Vickers (HV) para estas amostras.

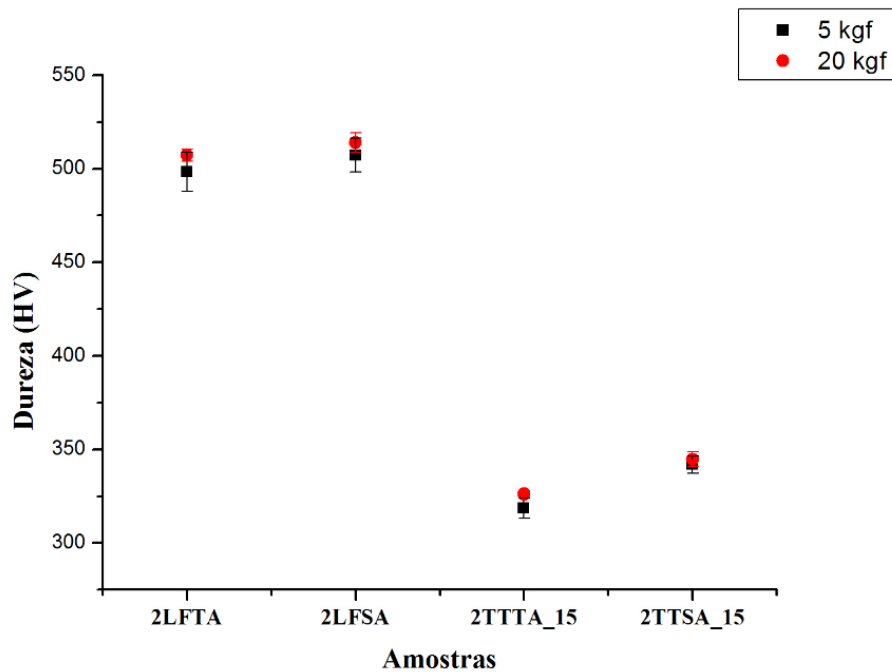


Figura 8-2: Dureza (HV) para as cargas de 5 e 20kgf aplicadas às amostras 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15.

Observou-se que o desvio padrão e o erro experimental foram menores para a carga de 20 kgf, concluindo-se que esta é a carga adequada para a realização das medidas de Dureza Vickers nas amostras submetidas a duas sequências de laminação, com aproximadamente 1 mm de espessura.

Com o objetivo de completar a análise das cargas de dureza aplicadas, foram elaborados gráficos que comparam a espessura mínima calculada para todas as amostras em condições otimizadas ao longo das etapas de processamento (primeira e segunda etapa), ressaltando que: Para as amostras CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15 e 1TTSA_15 a carga aplicada foi de 100 kgf e para as amostras 2LFTA; 2LFSA; 2TTTA_15; 2TTSA_15; 2LFTA_1; 2LFSA_1; 2LFTA_2; 2LFSA_2; 2LFTA_3; 2LFSA_3; 2LFTA_4; 2LFSA_4; 2LFTA_5; 2LFSA_5; 2LFTA_7,5; 2LFSA_7,5; 2LFTA_10; 2LFSA_10; 2LFTA_12,5; 2LFSA_12,5 a carga aplicada foi de 20 kgf.

Na Figura 8-3 são comparados os valores de espessura mínima de cada amostra com sua espessura real, medida através de um paquímetro, para as amostras das condições otimizadas na primeira etapa (CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15).

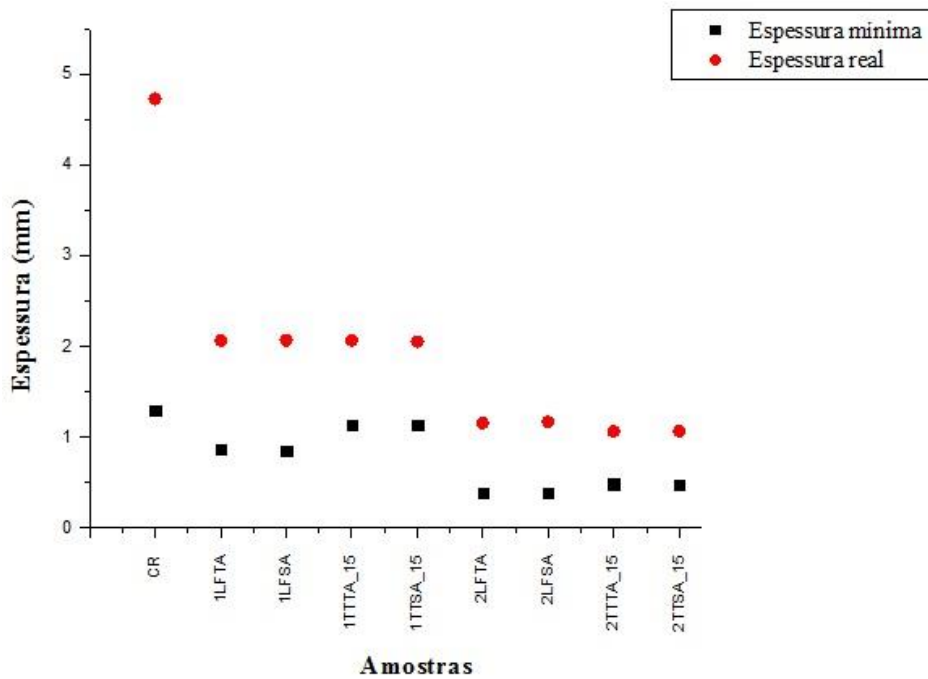


Figura 8-3: Comparação entre a espessura mínima e a espessura real das amostras das condições otimizadas na primeira etapa (CR, 1LFTA, 1LFSA, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2LFTA, 2LFSA, 2TTTA_15 e 2TTSA_15).

Nas Figura 8-4 e Figura 8-5 são comparados os valores da espessura mínima de cada amostra com sua espessura real, para as amostras das condições otimizadas na segunda etapa: 2LFTA_1; 2LFSA_1; 2LFTA_2; 2LFSA_2; 2LFTA_3; 2LFSA_3; 2LFTA_4; 2LFSA_4; 2LFTA_5; 2LFSA_5; 2LFTA_7,5; 2LFSA_7,5; 2LFTA_10; 2LFSA_10; 2LFTA_12,5; 2LFSA_12,5.

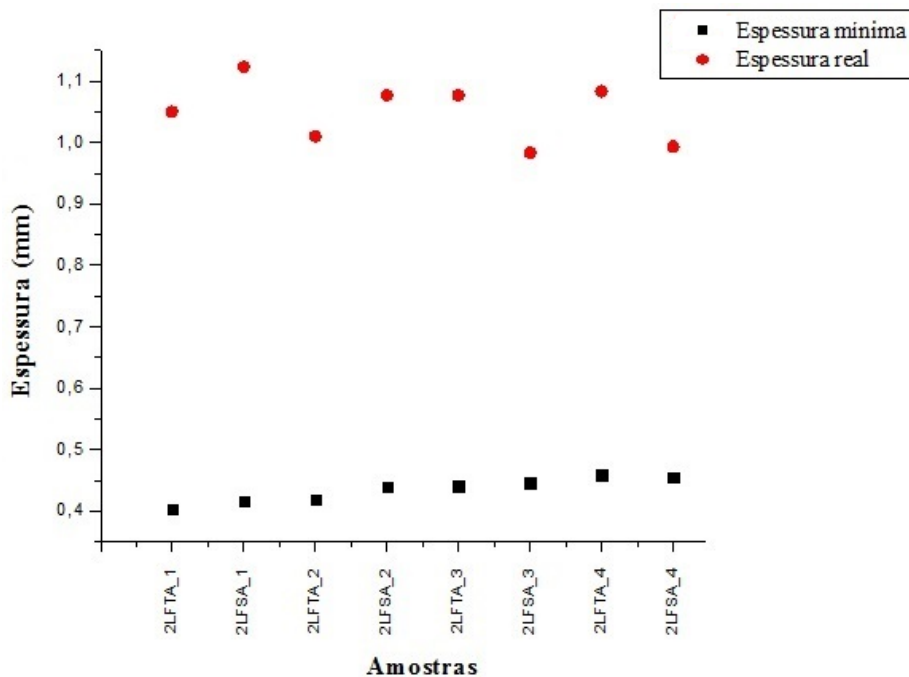


Figura 8-4: Comparação entre a espessura mínima e a espessura real das amostras das condições otimizadas na segunda etapa (2LFTA_1; 2LFSA_1; 2LFTA_2; 2LFSA_2; 2LFTA_3; 2LFSA_3; 2LFTA_4; 2LFSA_4).

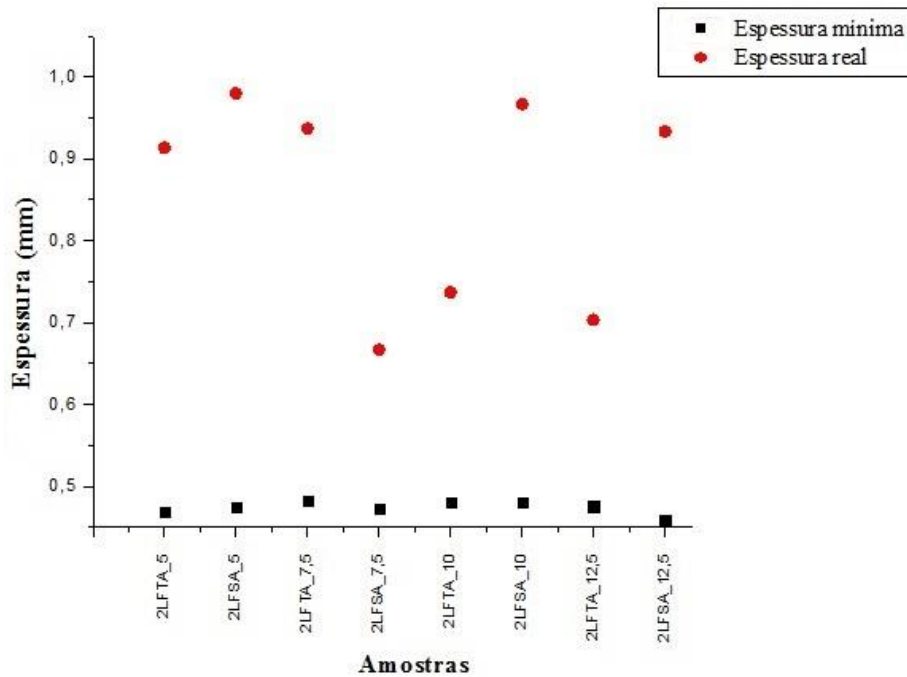


Figura 8-5: Comparação entre a espessura mínima e a espessura real das amostras das condições otimizadas na segunda etapa (2LF TA_5; 2LF SA_5; 2LF TA_7,5; 2LF SA_7,5; 2LF TA_10; 2LF SA_10; 2LF TA_12,5; 2LF SA_12,5).

Observou-se que nas Figura 8-3 a Figura 8-5 as espessuras mínimas calculadas estão bem abaixo dos valores das espessuras reais medidas para todas as amostras, garantindo assim, que as cargas aplicadas foram adequadas e mediram somente a Dureza Vickers de cada amostra, sem a interferência de medida da mesa de apoio do durômetro Vickers.

8.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS VIA ULTRAMICRODUREZA INSTRUMENTADA

Nesta seção são apresentadas as propriedades mecânicas extraídas da técnica de Ultramicrodureza Instrumentada, em $\frac{1}{4}$ de espessura, das amostras CR e das amostras otimizadas e tratadas termicamente (1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4).

As Tabela 8-5 a Tabela 8-7 apresentam estas propriedades para a amostra CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, utilizando a carga de 1 gf.

Tabela 8-5: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para a amostra CR utilizando a carga de 1gf.

Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	208,61	493,65	2561,92	8630,54	133400,00	1,01	0,28
Desvio Padrão	24,32	248,44	2945,34	5935,31	25269,40	0,001	0,08
Erro	15,39	157,24	1864,14	3756,53	15993,29	6,33x10 ⁻⁴	0,05
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	0,18	0,22	0,10	1,23	0,35	0,88	
Desvio Padrão	0,11	0,10	0,03	0,44	0,10	0,52	
Erro	0,07	0,06	0,02	0,28	0,06	0,33	

Tabela 8-6: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15, utilizando a carga de 1gf.

1TTTA_15							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115-1 (mN/μm ²)	DHT115-2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	324,75	350,84	875,56	5.546,52	86.050,00	1,01	0,31
Desvio Padrão	79,87	47,34	280,93	1.033,50	5.612,47	0,00	0,02
Erro	50,55	29,96	177,80	654,12	3552,19	0,00	0,01
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	0,19	0,24	0,12	1,22	0,41	0,81	
Desvio Padrão	0,03	0,02	0,01	0,19	0,03	0,21	
Erro	0,02	0,02	0,01	0,12	0,02	0,14	
1TTSA_15							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115-1 (mN/μm ²)	DHT115-2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	361,65	226,81	599,95	4033,29	44770,00	1,01	0,39
Desvio Padrão	88,93	25,67	127,97	628,38	3368,32	0,00	0,02
Erro	56,28	16,25	81,00	397,71	2131,85	0,00	0,01
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	0,23	0,27	0,15	1,66	0,62	1,03	
Desvio Padrão	0,03	0,03	0,01	0,21	0,04	0,21	
Erro	0,02	0,02	0,01	0,13	0,02	0,13	

Tabela 8-7: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4, utilizando a carga de 1gf.

2TTTA_4							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	335,25	720,58	3375,89	18690,16	163500,00	1,01	0,23
Desvio Padrão	54,57	507,03	4126,99	27558,56	73648,28	0,00	0,06
Erro	34,54	320,91	2612,02	17442,12	46612,84	0,00	0,04
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	0,12	0,17	0,11	0,91	0,36	0,55	
Desvio Padrão	0,09	0,08	0,03	0,28	0,09	0,33	
Erro	0,06	0,05	0,02	0,18	0,06	0,21	
2TTSA_4							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	252,38	384,87	670,56	5133,87	167400,00	1,01	0,30
Desvio Padrão	32,60	84,53	240,65	1322,22	17792,00	0,00	0,04
Erro	20,63	53,50	152,31	836,85	11260,76	0,00	0,02
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	0,23	0,26	0,07	1,27	0,23	1,04	
Desvio Padrão	0,05	0,04	0,01	0,35	0,03	0,37	
Erro	0,03	0,03	0,01	0,22	0,02	0,24	

Nas Tabela 8-8 a Tabela 8-10 são apresentadas as propriedades mecânicas para a amostra CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, utilizando a carga de 20 gf.

Tabela 8-8: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para a amostra CR utilizando a carga de 20 gf.

Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	238,85	124,56	361,77	2.353,57	22.680,00	20,13	2,37
Desvio Padrão	14,18	13,81	63,59	268,83	2.638,90	0,001	0,13
Erro	8,98	8,74	40,25	170,14	1.670,19	6,33x10 ⁻⁴	0,08
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	1,40	1,60	0,97	192,53	79,14	113,39	
Desvio Padrão	0,11	0,09	0,05	14,21	5,05	10,47	
Erro	0,07	0,06	0,03	8,99	3,19	6,62	

Tabela 8-9: Propriedades extraídas da Ultramicrodureza Instrumentada para as amostras 1TTTA_15 e 1TTSA_15 utilizando a carga de 20 gf.

1TTTA_15							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	295,42	152,94	491,18	2755,72	29.600,00	20,14	2,14
Desvio Padrão	24,37	18,93	104,51	384,34	3367,65	0,02	0,15
Erro	15,43	11,98	66,15	243,25	2131,42	0,01	0,10
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	1,21	1,50	0,93	176,07	69,13	106,94	
Desvio Padrão	0,17	0,14	0,07	26,56	4,00	25,94	
Erro	0,11	0,09	0,05	16,81	2,53	16,42	
1TTSA_15							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	298,04	50,58	438,93	1.725,54	6.781,00	20,13	3,72
Desvio Padrão	12,50	3,81	24,15	91,34	538,44	0,02	0,14
Erro	7,91	2,41	15,28	57,81	340,78	0,02	0,09
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	1,26	1,55	2,46	331,54	219,81	111,73	
Desvio Padrão	0,03	0,03	0,13	14,73	11,90	4,29	
Erro	0,02	0,02	0,08	9,32	7,53	2,71	

Tabela 8-10: Propriedades extraídas da Ultramicr dureza Instrumentada para as amostras 2TTTA_4 e 2TTSA_4 utilizando a carga de 20 gf.

2TTTA_4							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	353,12	271,18	777,83	4.628,23	58.450,00	20,13	1,61
Desvio Padrão	9,26	33,08	246,64	711,41	6.808,28	0,005	0,09
Erro	5,86	20,94	156,10	450,26	4.309,04	3,16x10 ⁻³	0,06
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	0,97	1,18	0,64	116,69	45,62	71,07	
Desvio Padrão	0,13	0,09	0,07	13,20	4,12	13,58	
Erro	0,08	0,06	0,04	8,35	2,61	8,60	
2TTSA_4							
Propriedades	HT115 (N/mm ²)	DHT115- 1 (mN/μm ²)	DHT115- 2 (mN/μm ²)	H _{it} (N/mm ²)	E _{it} (N/mm ²)	F _{máx} (gf)	h _{máx} (μm)
Média	324,95	307,23	549,92	4.058,57	134.900,00	20,13	1,51
Desvio Padrão	9,61	22,52	89,30	396,39	13.091,47	0,002	0,05
Erro	6,08	14,25	56,52	250,88	8.285,74	1,26x10 ⁻³	0,03
	h _p (μm)	h _r (μm)	h _{máx} - h _p (μm)	W _t (nJoule)	W _e (nJoule)	W _p (nJoule)	
Média	1,14	1,32	0,37	108,38	21,58	86,80	
Desvio Padrão	0,09	0,07	0,04	6,62	2,05	8,24	
Erro	0,06	0,04	0,03	4,19	1,30	5,21	

As curvas obtidas via Ultramicr dureza Instrumentada referentes às 10 medidas por amostra para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, utilizando a carga de 1 gf, são apresentadas nas Figura 8-6 a Figura 8-10.

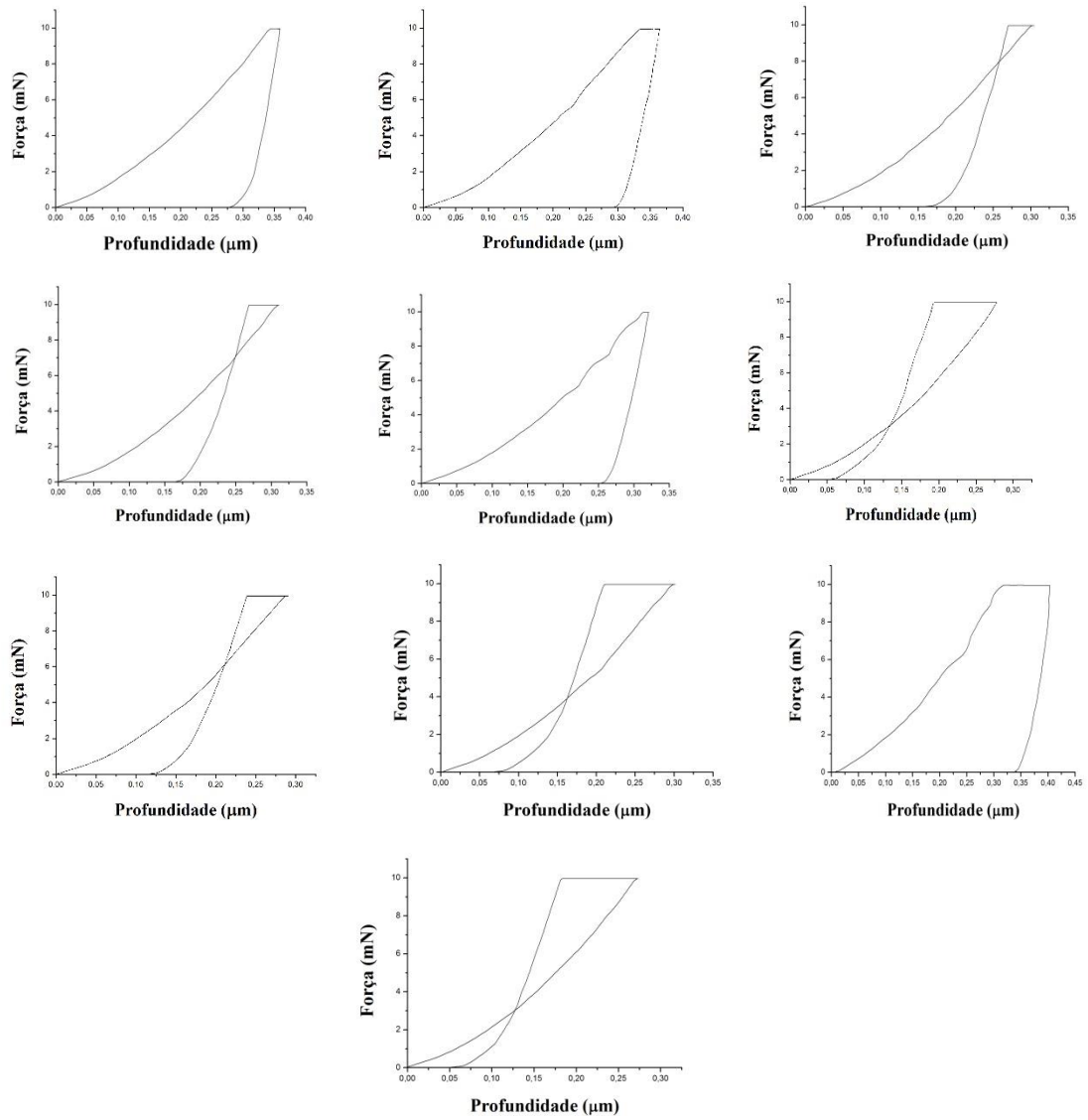


Figura 8-6: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra CR, utilizando a carga de 1 gf.

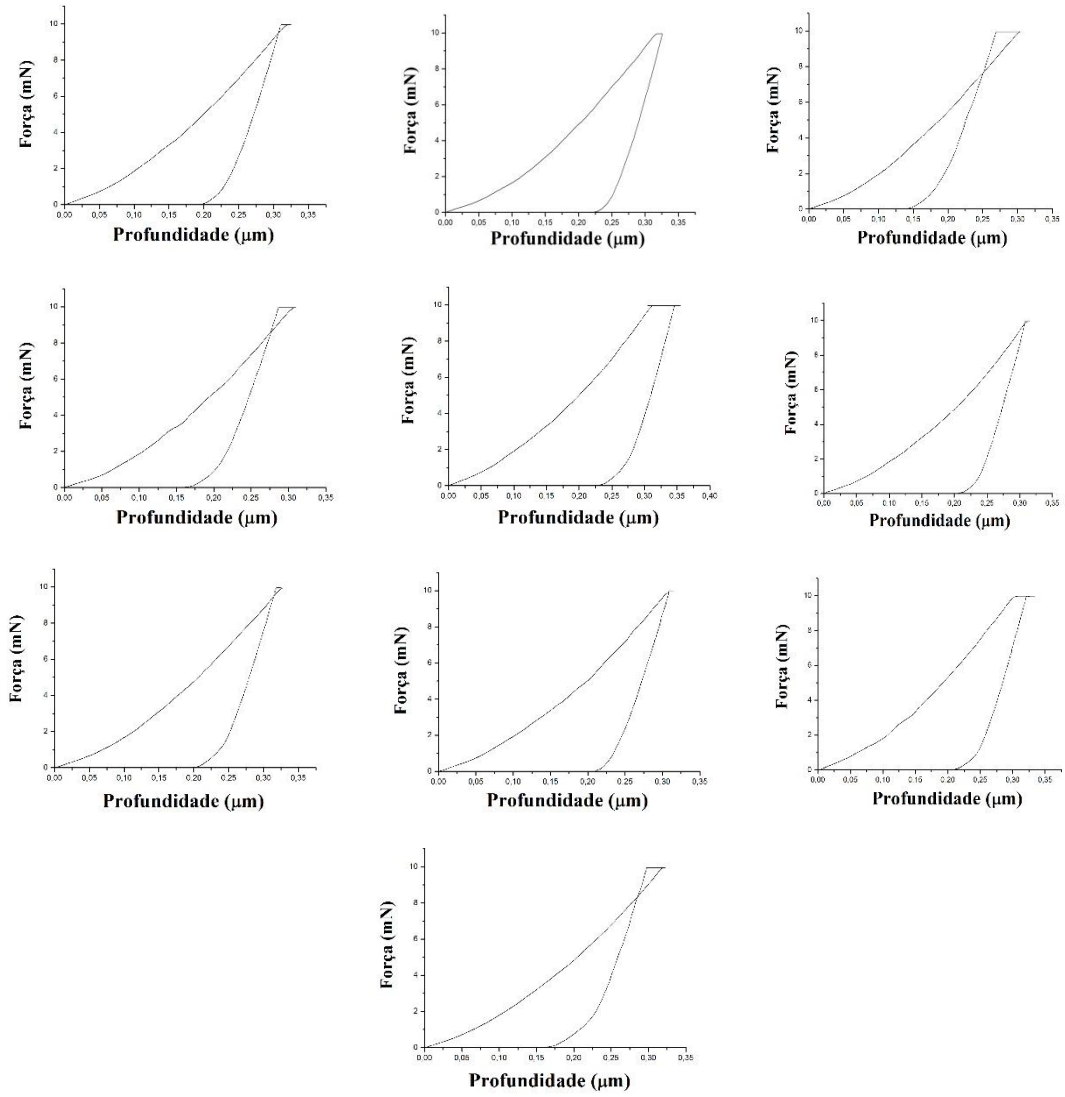


Figura 8-7: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTTA_15, utilizando a carga de 1 gf.

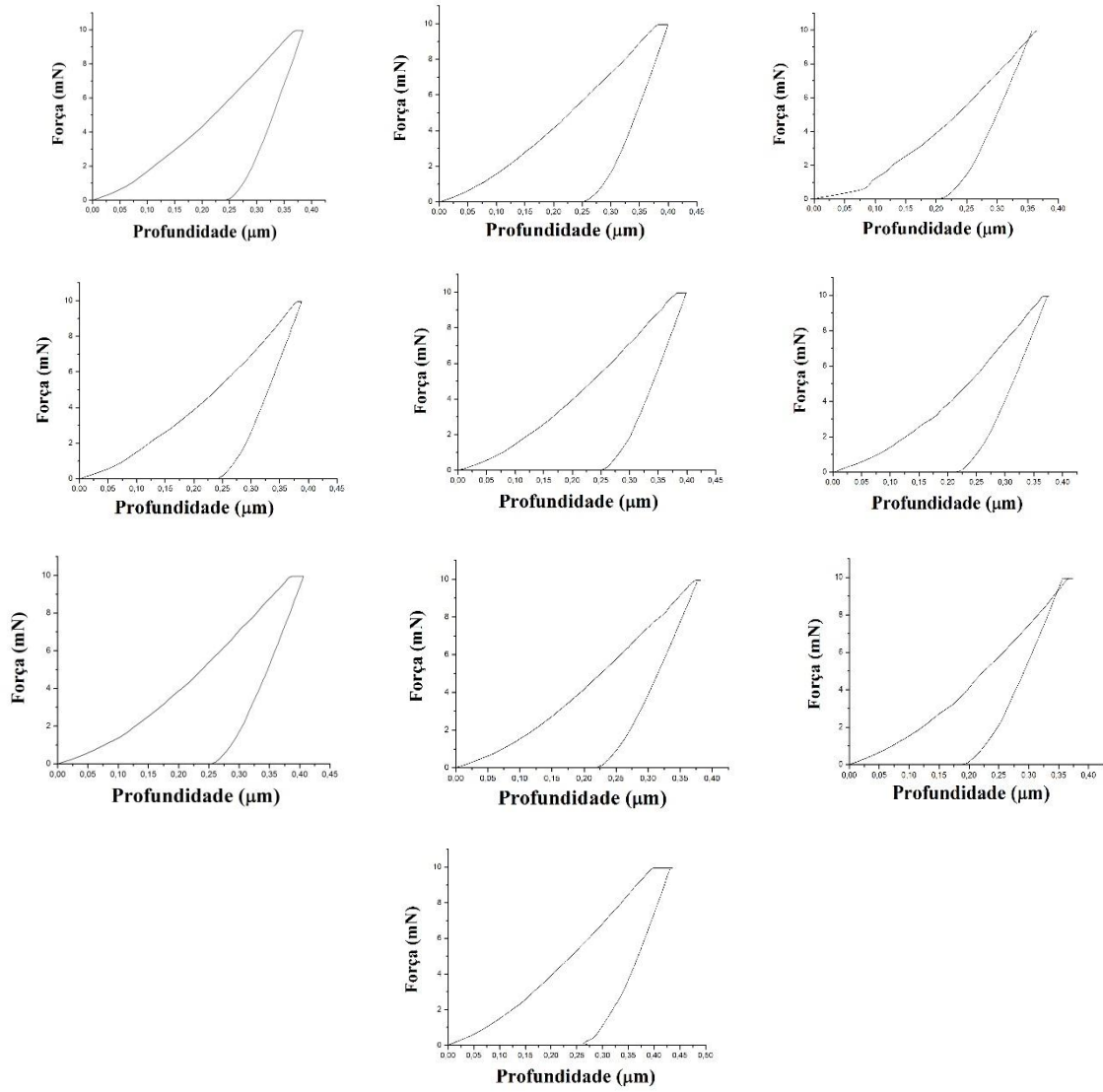


Figura 8-8: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTSA_15, utilizando a carga de 1 gf.

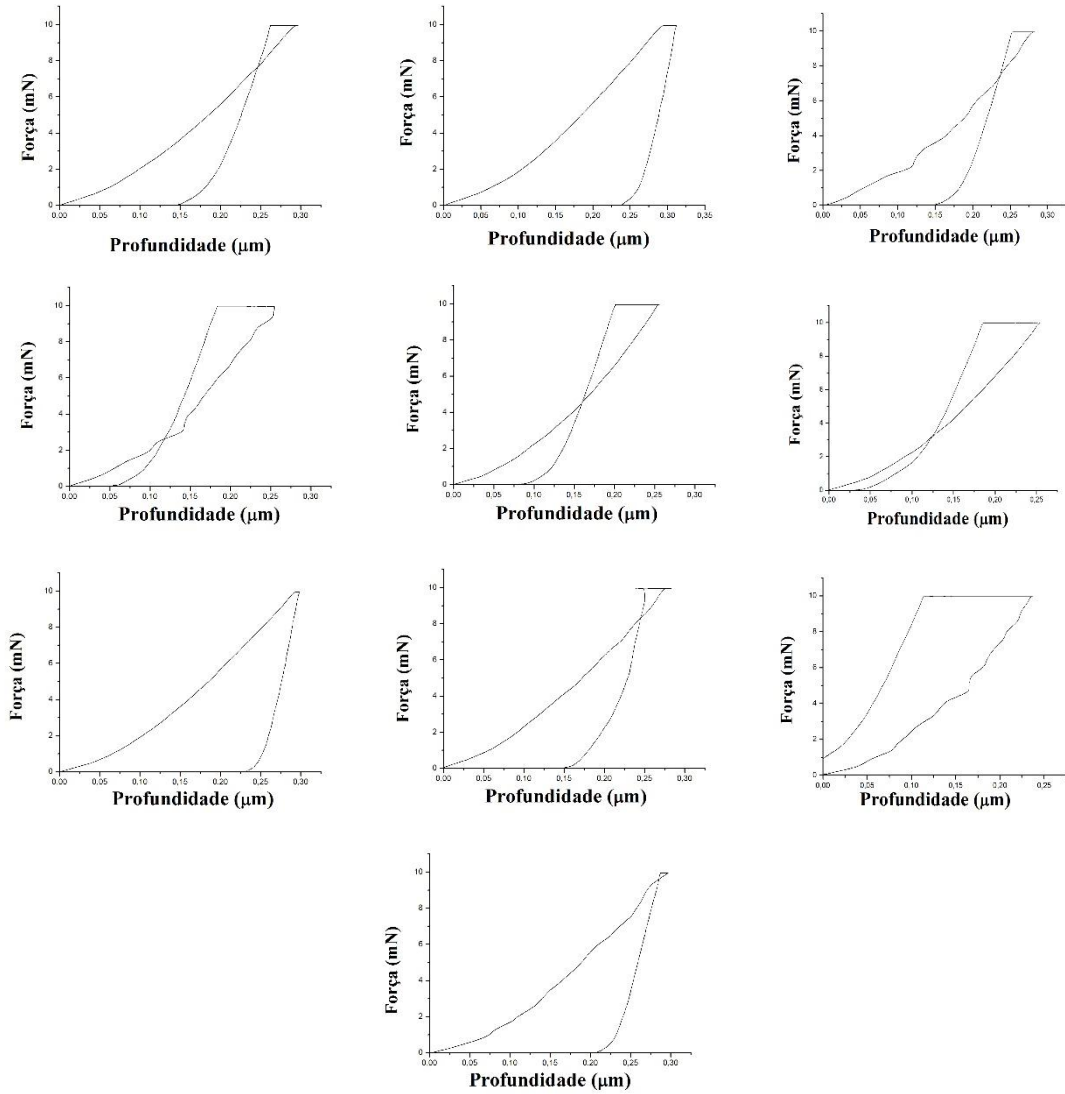


Figura 8-9: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTTA_4, utilizando a carga de 1 gf.

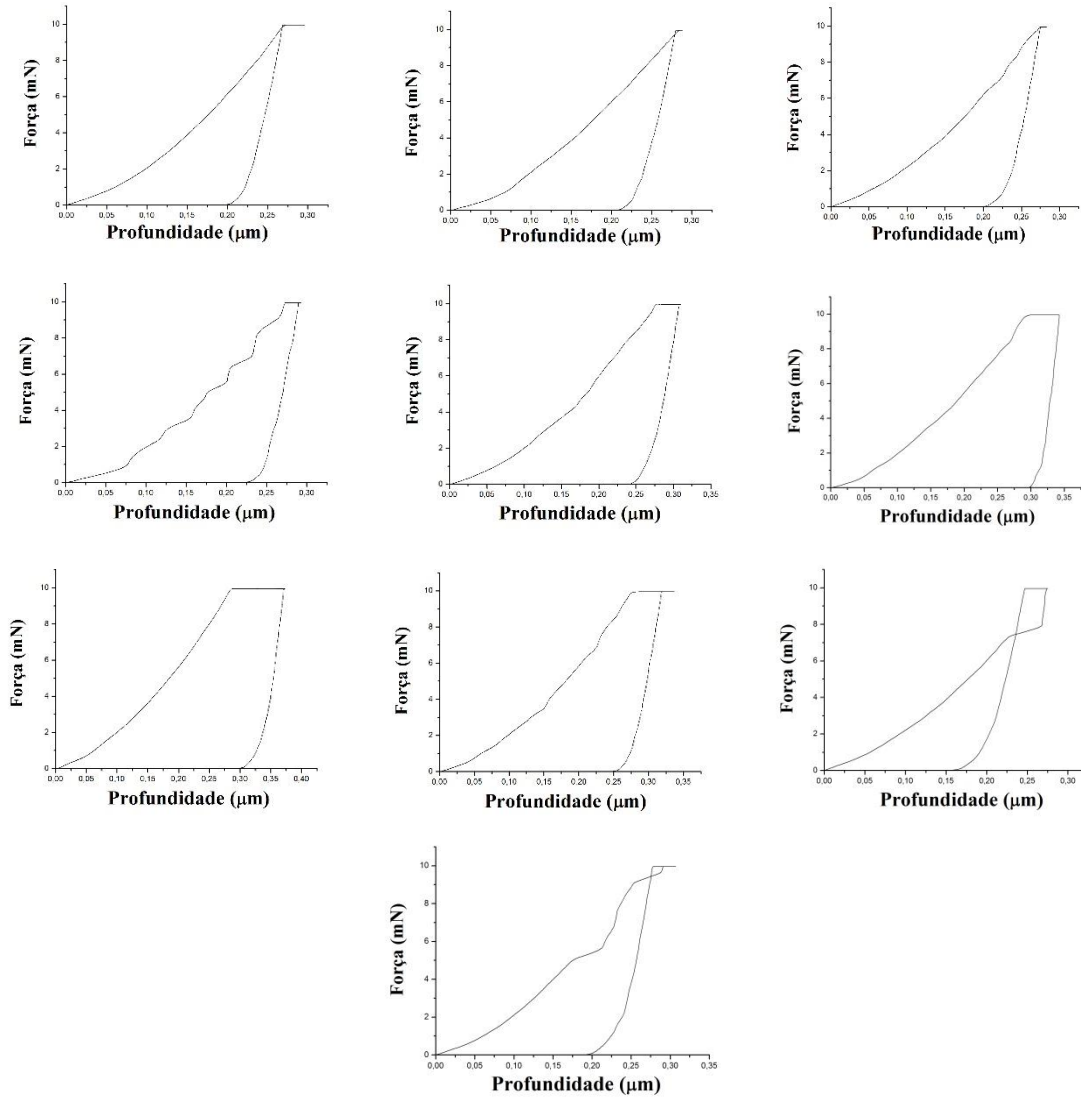


Figura 8-10: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTSA_4, utilizando a carga de 1 gf.

As curvas obtidas via Ultramicrodureza Instrumentada referentes às 10 medidas por amostra para as amostras CR, 1TTTA_15, 1TTSA_15, 2TTTA_4 e 2TTSA_4, utilizando a carga de 20 gf, são apresentadas nas Figura 8-11 a Figura 8-15.

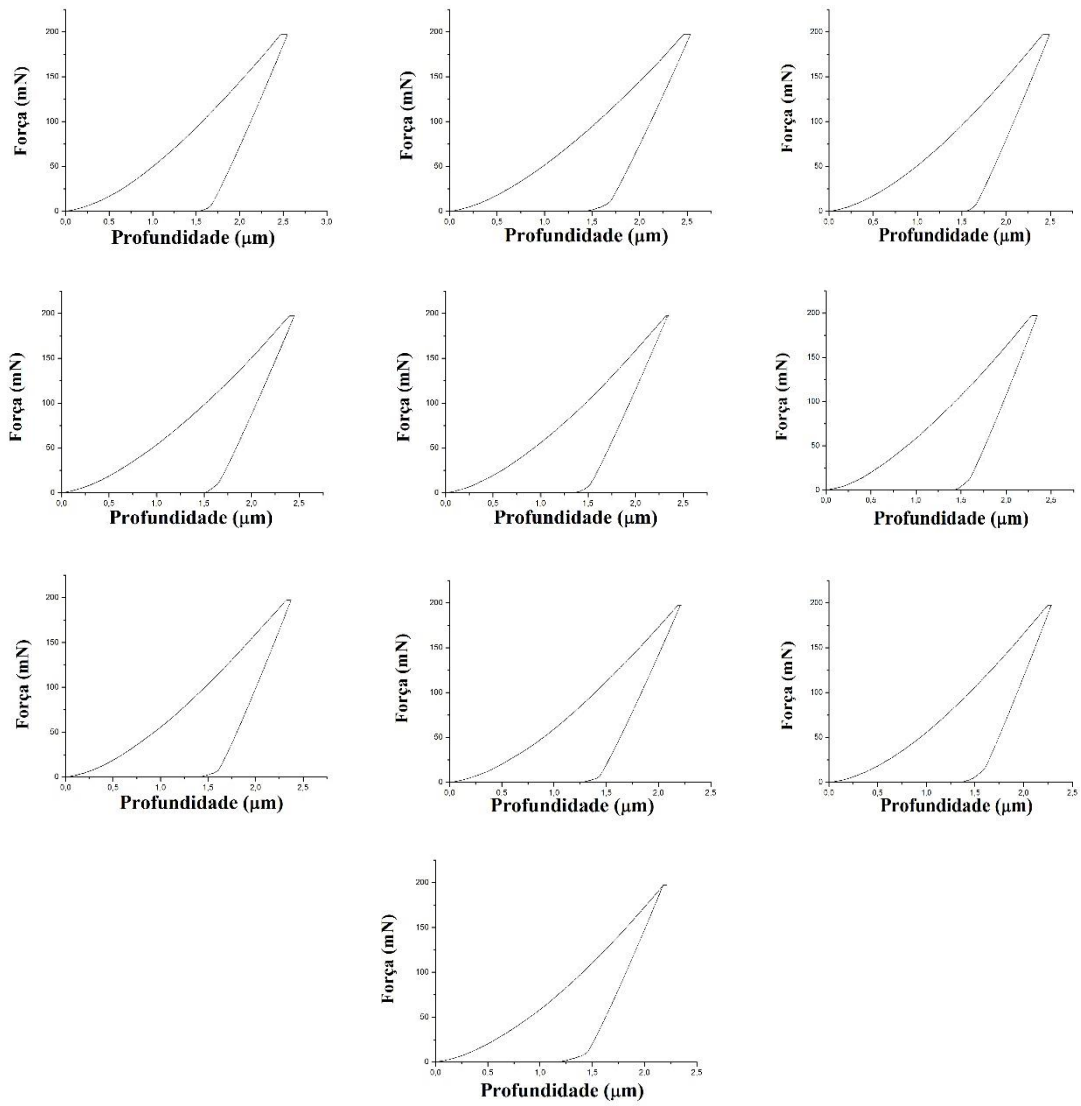


Figura 8-11: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra CR, utilizando a carga de 20 gf.

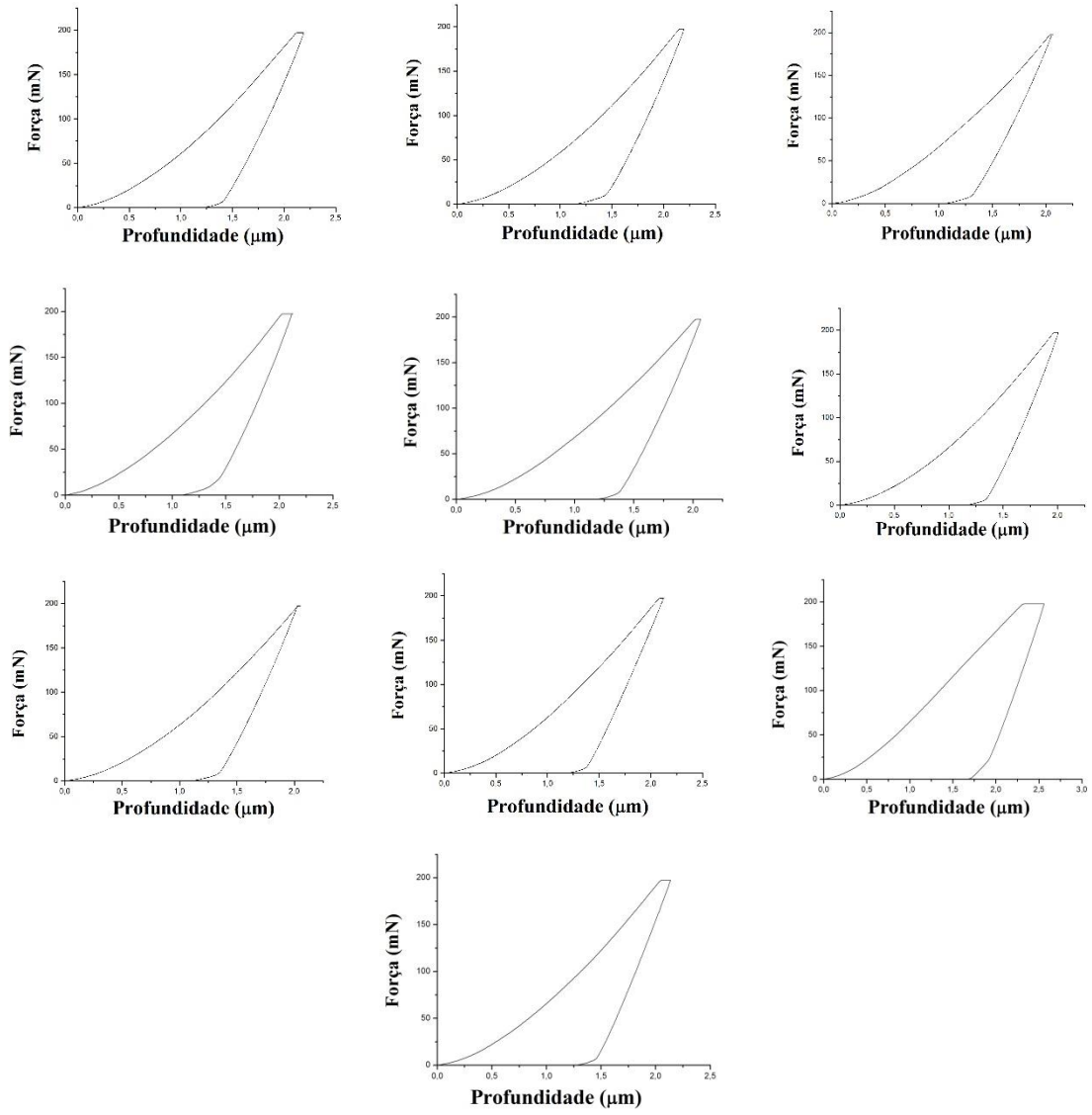


Figura 8-12: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTTA_15, utilizando a carga de 20 gf.

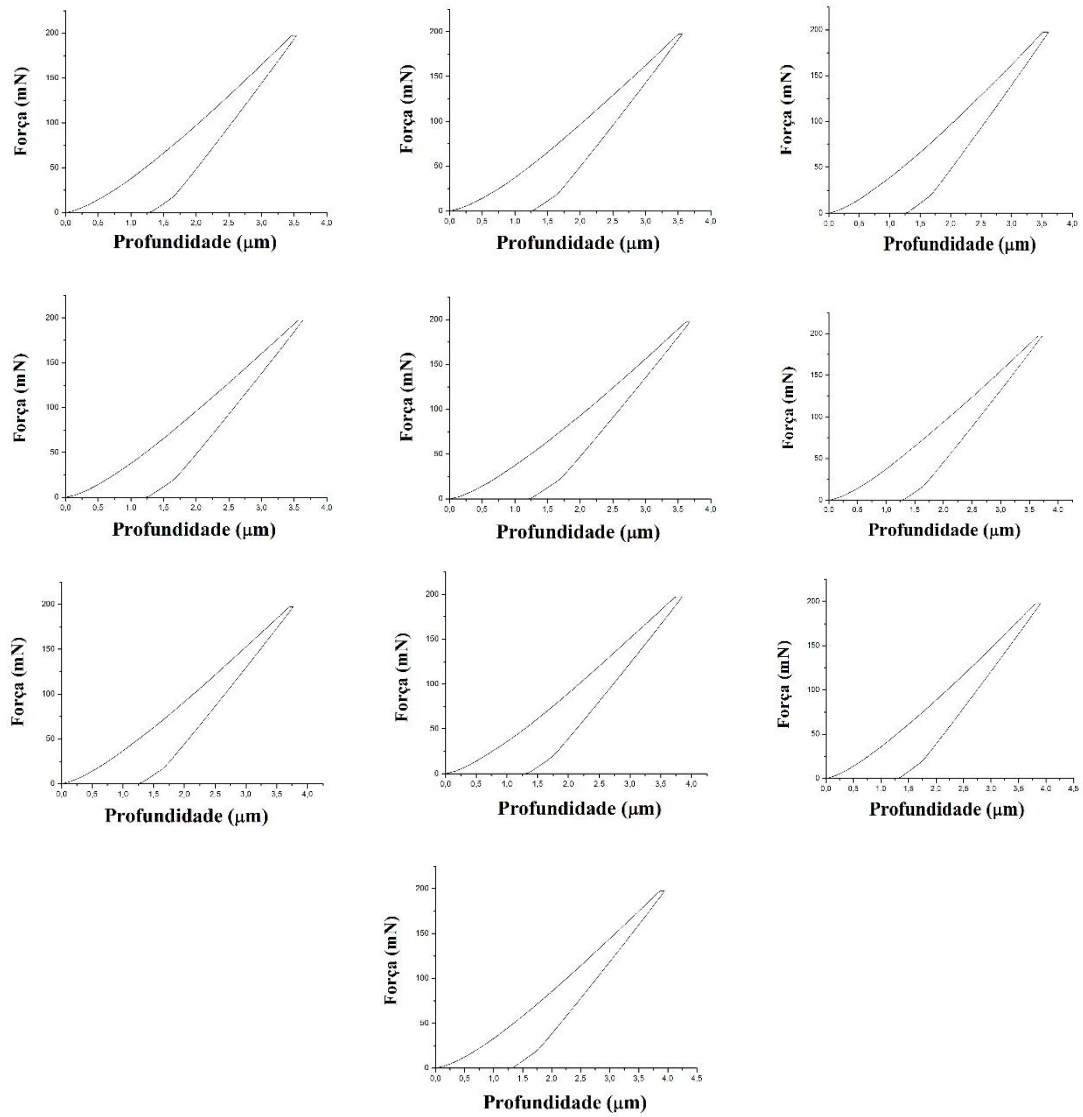


Figura 8-13: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 1TTSA_15, utilizando a carga de 20 gf.

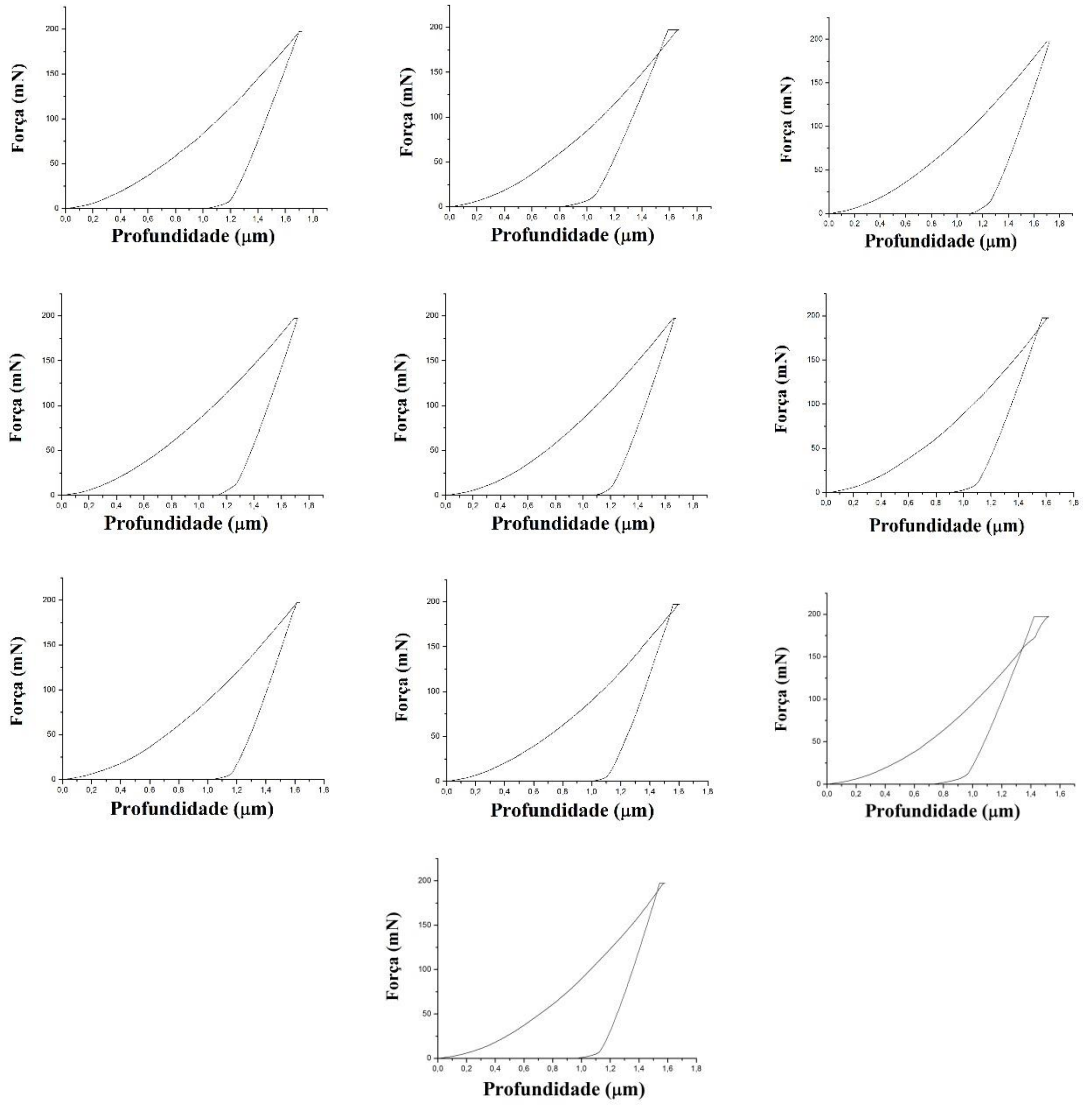


Figura 8-14: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTTA_4, utilizando a carga de 20 gf.

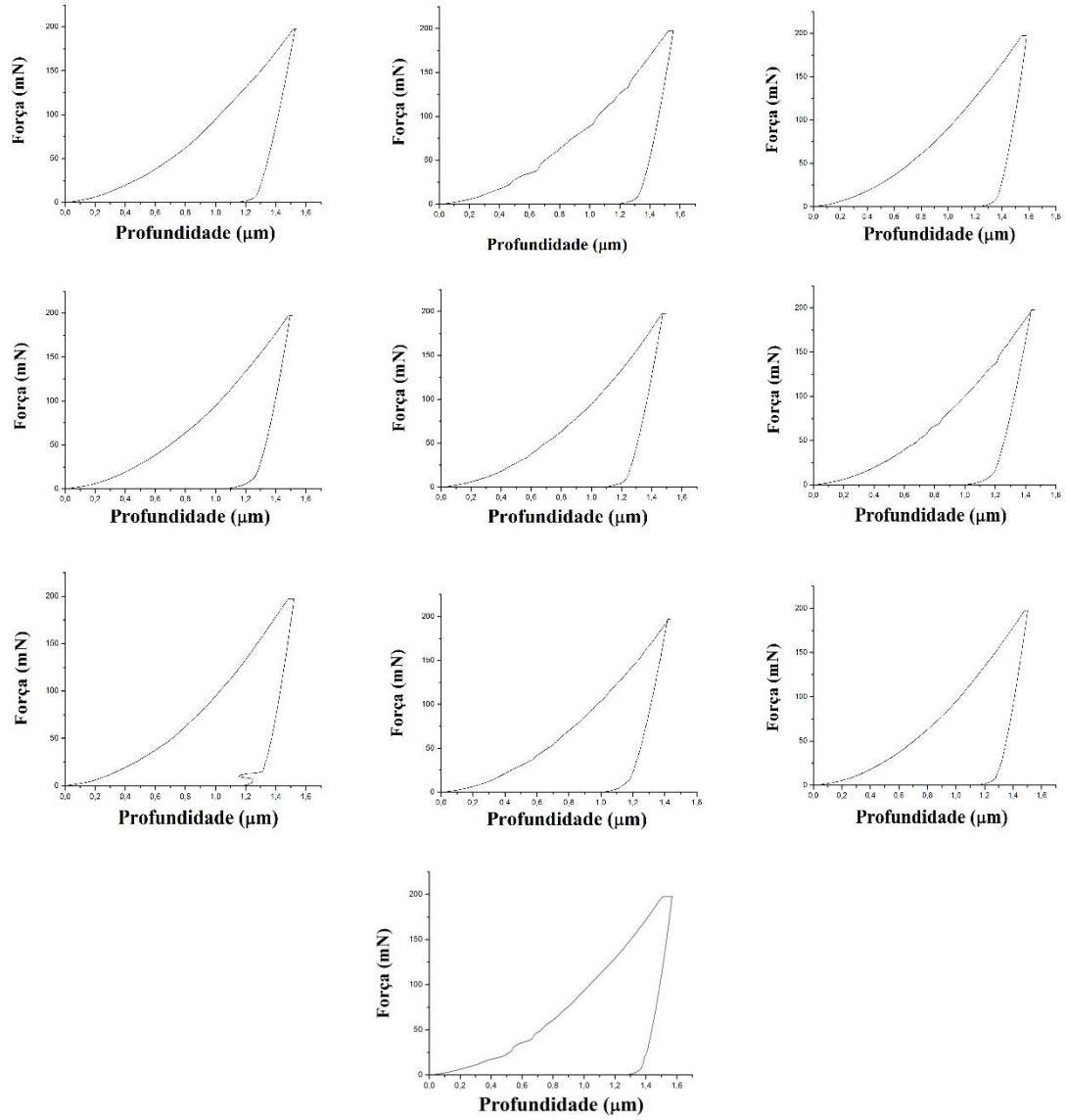


Figura 8-15: Curvas de Ultramicrodureza Instrumentada da amostra 2TTSA_4, utilizando a carga de 20 gf.