

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

**RENATO BATISTA DA CRUZ**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO DE REVERSÃO  
MARTENSÍTICA NAS PROPRIEDADES DE UM AÇO INOXIDÁVEL  
AUSTENÍTICO 201LN DEFORMADO VIA ECAP**

**RIO DE JANEIRO**

**2019**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**RENATO BATISTA DA CRUZ**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO DE REVERSÃO  
MARTENSÍTICA NAS PROPRIEDADES DE UM AÇO INOXIDÁVEL  
AUSTENÍTICO 201LN DEFORMADO VIA ECAP**

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

Orientador: Prof. Luíz Paulo Mendonça Brandão, D.C.

Coorientador: Prof. Vitor Luiz Sordi, D.C.

Coorientadora: Profa. Andersan dos Santos Paula, D.C.

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).

Cruz, Renato Batista Da  
Influência do tratamento termomecânico de  
reversão martensítica nas propriedades de um aço  
inoxidável austenítico 201LN deformado via ECAP /  
Renato Batista Da Cruz. – Rio de Janeiro, 2019.  
166 f.

Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão.

Coorientadores: Vitor Luiz Sordi; Andersan dos  
Santos Paula.

Tese (doutorado) – Instituto Militar de  
Engenharia, Ciência dos Materiais, 2019.

1. Aço inoxidável 201. 2. ECAP. 3. Forjamento  
rotativo. 4. Transformações martensítica. 5.  
Reversão martensítica. I. Brandão, Luiz Paulo  
Mendonça, orient. II. Sordi, Vitor Luiz, coorient.  
III. Paula, Andersan dos Santos, coorient. IV.  
Título

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**RENATO BATISTA DA CRUZ**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO DE REVERSÃO  
MARTENSÍTICA NAS PROPRIEDADES DE UM AÇO INOXIDÁVEL  
AUSTENÍTICO 201LN DEFORMADO VIA ECAP**

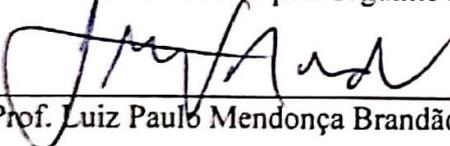
Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

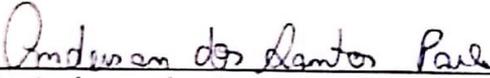
Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão, D.C.

Coorientador: Prof. Vitor Luiz Sordi, D.C.

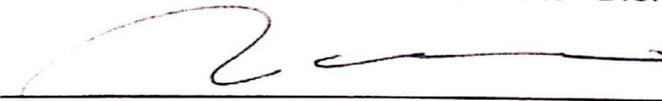
Coorientadora: Profa. Anderson dos Santos Paula, D.C.

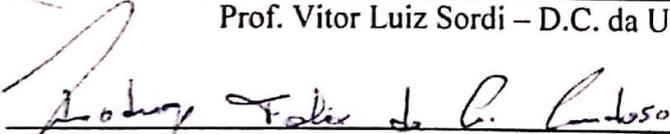
Aprovada em 25 de fevereiro de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C. – Presidente

  
\_\_\_\_\_  
Profa. Anderson dos Santos Paula – D.C. do IME

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

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Vitor Luiz Sordi – D.C. da UFSCar

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Rodrigo Félix de Araujo Cardoso – D.C. da UERJ

Rio de Janeiro

2019

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus por iluminar minha trajetória, pela força concedida para seguir em frente e por ter abençoado todos os dias da minha vida. A Ele o poder, a honra e a glória.

À minha amada e querida esposa, Bruna Madeira Araújo Da Cruz, agradeço a Deus todos os dias por colocar você em minha vida, pelo seu amor, paciência, pela compreensão, companheirismo, não sei transmitir em palavras toda admiração, todo amor que sinto. Você é o grande amor da minha vida. Te Amo!

Aos meus pais, Victor Neto da Cruz e Isabel Batista da Cruz, pelo amor incondicional e por todo suporte nesses anos. A minha irmã, Izabela Batista, por seu carinho e incentivo. Saibam sempre que amo vocês.

À família que Deus me concedeu, meus sogros, Geraldo Delfino e Maria de Lourdes, por todo carinho, apoio e compreensão. Ao meu cunhado, Ewerton Madeira, obrigado pela amizade.

Ao meu orientador Luiz Paulo Mendonça Brandão pela confiança e por todos os ensinamentos transmitidos.

Ao meu coorientador Vitor Luiz Sordi que sempre me acolheu na São Carlos com presteza e solicitude. Por disponibilizar toda ajuda necessária e infraestrutura da universidade, assim como o seu tempo na realização dos ensaios de ECAP.

À minha coorientadora Andersan dos Santos Paula que tanto me ajudou e aconselhou em todos esses anos. Tenho grande admiração pela senhora e todo seu trabalho. Obrigado pela atenção, dedicação e vasto conhecimento nas mais diversas horas.

Aos demais professores do Instituto Militar de Engenharia, obrigado por todos os ensinamentos e a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para pesquisa.

Aos amigos do laboratório DRX e da pós-graduação do IME, Ramon Botelho, Saulo Brinco, Juciane Alves, Talita Gama, Eustáquio Baeta, Camila Sousa, Rogério Itaboraí, Géssica Seara, Marina Saad, Náhrima Chambela, Ângelo Siqueira, Marcelly Quintão, Thiago Ferrão, Gabriel Onofre, Natália Barony, Isabella Jorge, que sabem e compreendem toda a dificuldade dessa trajetória, o meu muito obrigado, pelos incentivos, pelos momentos de descontração e convivência do dia a dia.

Agradeço a Larissa Fernandes, amiga de pós-graduação e laboratório pelo auxílio com os desenhos realizados para esta tese, seu otimismo e palavras de incentivo.

Agradeço as inúmeras horas doadas de operação de MEV/EBSD, dos amigos, Rodolfo Teixeira e Monica Aline, sei o quanto importunei e fui insistente. Mesmo assim, sempre se colocaram a disposição e me ajudaram com muita boa vontade.

Em especial, agradeço aos amigos de todas as horas, Andrey Casanova e Carolline Serafim. Por todo o estímulo, pelas madrugadas no MEV, pelas viagens, pelos inúmeros momentos alegrias, mas, sobretudo pela amizade. Agradeço de coração, por fazerem com que toda essa trajetória ficasse mais compreensível e agradável. São verdadeiros irmãos que vamos levar para toda a vida.

Ao T.C Fábio Lima pela ajuda na confecção dos corpos-de-prova no Arsenal de Guerra do Rio de Janeiro.

Aos colegas de UFSCar, Pedro Henrique, Gustavo Pelissari, Diogo Braga e Elielson Santos, que me receberam muito bem e sempre se colocaram as ordens para me ajudar. Ao José Luiz técnico do Laboratório de Ensaios Mecânicos também desta instituição, pelo respeito e tempo disponibilizado.

À professora Maria Ismênia da EEL/USP por permitir o uso da máquina de forjamento rotativo. Obrigado, Júlio César pela acolhida na instituição e por todo auxílio.

Ao professor Gláucio Soares da EEIMVR por disponibilizar e facilitar o uso do ferritoscópio.

Agradeço o professor Rodrigo Felix e todos da oficina mecânica do CBPF.

Ao professor Luiz Filipe e ao colega Hiron Akira do CEFET – RJ, pela atenção e disponibilidade na realização das medidas microdureza Vickers.

À empresa Aperam South America pelo material fornecido.

À CAPES pelo incentivo financeiro para o desenvolvimento dessa pesquisa.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....</b>	<b>9</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>18</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....</b>	<b>20</b>
<b>LISTA DE SIGLAS.....</b>	<b>22</b>
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>26</b>
1.1 OBJETIVOS.....	28
<b>2. REVISÃO DE CONCEITOS BÁSICOS.....</b>	<b>29</b>
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS .....	29
2.1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS .....	31
2.1.2 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICOS AISI 201 .....	33
2.2 PROCESSOS DE CONFORMAÇÃO MECÂNICA.....	34
2.2.1 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA .....	36
2.2.2 EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR - ECAP.....	36
2.2.3 FORJAMENTO ROTATIVO .....	42
2.3 TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS.....	44
2.3.1 CRISTALOGRAFIA DA MARTENSITA .....	47
2.3.2 FORMAÇÃO DA MARTENSITA .....	49
2.3.3 INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO.....	51
2.4 EFEITO TRIP.....	53
2.5 MECANISMO DE REVERSÃO DA MARTENSITA.....	54
<b>3. ESTADO DA ARTE.....</b>	<b>58</b>
3.1 EFEITO DO ECAP NO REFINO DE GRÃO .....	58
3.2 PROPRIEDADES OBTIDAS PELO ECAP .....	61
3.3 TEMPERATURA DE PROCESSAMENTO.....	65
3.4 TRATAMENTO TERMOMECÂNICO DE REVERSÃO.....	69
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>80</b>

4.1	MATERIAL .....	80
4.2	CORTE E USINAGEM .....	81
4.3	TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO .....	82
4.4	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA VIA ECAP .....	82
4.5	FORJAMENTO ROTATIVO .....	84
4.6	TRATAMENTO TÉRMICO DE REVERSÃO .....	86
4.7	ENSAIOS MECÂNICOS.....	87
4.7.1	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	87
4.7.2	ENSAIO DE TRAÇÃO.....	88
4.8	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA .....	90
4.8.1	POLIMENTO ELETROLÍTICO.....	90
4.8.2	ATAQUE ELETROLÍTICO .....	90
4.9	DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....	90
4.10	DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD).....	92
4.11	FERRITOSCOPIA .....	93
<b>5.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>96</b>
5.1	CÁLCULOS PRELIMINARES.....	96
5.2	CARACTERIZAÇÃO INICIAL.....	97
5.2.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	97
5.2.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	98
5.2.3	EBSD DAS AMOSTRAS NÃO PROCESSADAS .....	99
5.2.3	MICRODUREZA VICKERS.....	103
5.3	ECAP.....	103
5.3.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA APÓS O ECAP .....	104
5.3.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X APÓS O ECAP .....	106
5.3.3	EBSD APÓS O ECAP.....	110
5.3.4	MICRODUREZA VICKERS.....	116
5.4	FORJAMENTO ROTATIVO .....	117
5.4.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) APÓS O FORJAMENTO ROTATIVO .....	118
5.4.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X APÓS O FORJAMENTO ROTATIVO .....	121
5.4.3	MICRODUREZA VICKERS APÓS O FORJAMENTO ROTATIVO.....	129

5.5	TRATAMENTO DE REVERSÃO DA MARTENSITA.....	130
5.5.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) APÓS TRATAMENTO DE REVERSÃO .....	130
5.5.2	FERRITOSCOPIA APÓS TRATAMENTO DE REVERSÃO.....	132
5.5.3	EBSD APÓS TRATAMENTO DE REVERSÃO.....	132
5.5.4	PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	139
<b>6.</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>147</b>
<b>7.</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>149</b>
<b>8.</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>150</b>
<b>9.</b>	<b>ANEXOS .....</b>	<b>162</b>
9.1	NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS.....	162
9.2	RELAÇÃO DE MATRIZES DISPONÍVEIS PARA O FORJAMENTO ROTATIVO.....	163
9.3	PARÂMETROS INSTRUMENTAIS UTILIZADOS NA TÉCNICA DE EBSD APÓS O ECAP.....	164
9.4	PARÂMETROS INSTRUMENTAIS UTILIZADOS NA TÉCNICA DE EBSD APÓS A O TRATAMENTO TÉRMICO DE REVERSÃO .....	165
9.5	DADOS DE RESISTÊNCIA MECÂNICA .....	166

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 1.1: Taxa de crescimento anual composta da produção de aços inoxidáveis de 1950 a 2014 em Mt (adaptado de ISSF, 2015).....	26
FIG. 2.1: Esquema de proteção da camada passiva de um aço inoxidável (Adaptado de CROOKERS, 2004). .....	29
FIG. 2.2: Diagrama de fases de Schaeffler (Adaptado de SUMITA et al., 2004). .....	30
FIG. 2.3: Princípio do ECAP (Adaptado de VALIEV et al, 2006).....	37
FIG. 2.4: Rotas de processamento por ECAP (Adaptado de VALIEV e LANGDON, 2006). 38	
FIG. 2.5: Distorções nos planos X, Y e Z para quatro rotas de processamento diferentes (Adaptado de FURUKAWA et al, 1998). .....	39
FIG. 2.6: Modelo para o refino de grãos via ECAP: (a) subestruturas visíveis no plano X após 1 e 2 passes; (B) subestruturas visíveis no plano Y após 1 e 2 passes e (c) subestruturas visíveis nos planos X e Y, após 4 e 8 passes (Adaptado de XU et al, 2005).....	41
FIG. 2.7: Swager de 4 matrizes (Adaptadao.de FENN-TORIN) .....	43
FIG. 2.8: Gráfico de tensão em função da temperatura relacionado ao efeito TRIP (Adaptado de LEUTENECKER, et al., 1989; KRUPP et al., 2010).....	45
FIG. 2.9: Energia livre da $\gamma$ e $\alpha'$ (Adaptado de NISHIYAMA, 2012). .....	47

FIG. 2.10: Plano de hábito entre a austenita ( $\gamma$ ) e martensita ( $\alpha'$ ) em condições de transformações irrestrita e restrita respectivamente (Adaptado de BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2011). .....	48
FIG. 2.11: O efeito de redução de espessura na fração de volume de MID(adaptado de REZAEE et al., 2011(a)). .....	51
FIG. 2.12: Gráfico da variação da energia livre dividida em seus componentes térmico e mecânico em função da temperatura (adaptado de ANDRADE-CAMPOS, 2010). .....	54
FIG. 2.13: Ilustração esquemática dos dois tipos de mecanismo de reversão e subsequente refinamento de grão (Adaptado de TOMIMURA, et al, 1991).....	55
FIG. 2.14: Ilustração esquemática mostrando refinamento da martensita durante a deformação a frio severa: a) estrutura refinada de e b) estrutura de células de discordâncias martensita (Adaptado de MISRA et al, 2010). .....	56
FIG. 3.1: Esquema de evolução microestrutural em um aço austenítico 304 SS processado por ECAP a 500 ° (Adaptado de ZHENG et al. 2015). .....	59
FIG. 3.2: Perfis de DR-X para a amostra inicial e com passes de ECAP; e (b) volume de fração de $\gamma$ e $\alpha$ vs passes de ECAP (Adaptado de ZHENG et al. 2015). .....	60
FIG. 3.3: Curva de tensão vs. deformação (Adaptado de DE VINCENTIS et al., 2015).....	62
FIG. 3.4: Curvas de tensão deformação para o aço inoxidável 316L após ECAP a 150 °C (Adaptado de UENO et al., 2011). .....	63
FIG. 3.5: Curvas de tensão x deformação verdadeiras para o aço 201 para várias temperaturas. (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (Adaptado de HAMADA et al., 2013). .....	65

FIG. 3.6: Curvas de tensão x deformação verdadeiras para o aço 201L para várias temperaturas. (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (Adaptado de HAMADA et al., 2013).....	65
FIG. 3.7: Microestruturas ópticas das amostras processadas a: (a e b) $500 \text{ }^\circ\text{C}$ , (c) $600 \text{ }^\circ\text{C}$ , (d) $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , (e) e $800 \text{ }^\circ\text{C}$ (f e g) $900 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. As setas em (b) indicam maclas lamelares (Adaptado de HUANG et al., 2008). ....	67
FIG. 3.8: Curva de tensão x deformação de engenharia para amostras processadas por ECAP em (a) e amostras como recebido em (b) (Adaptado de TIMOKHINA, MEDVEDEV e LAPOVOK, 2014). ....	68
FIG. 3.9: Micrografias das amostras (a) 40ZCD, (b) 10LND, (c) 20LND and (d) 20PS-30LNQ (Adaptado de MALLICK et al, 2017).....	70
FIG. 3.10: Micrografias das amostras (a) 40ZCD, (b) 10LND e (c) 20LND submetidas ao tratamento $300 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1h (Adaptado de MALLICK et al, 2017). ....	71
FIG. 3.11: Micrografias das amostras (a) 40ZCD, (b) 10LND, (c) 20LND and (d) 20PS-30LNQ submetidas ao tratamento $725 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1h (Adaptado de MALLICK et al, 2017).....	72
FIG. 3.12: Microestrutura óptica de amostras laminadas a frio, com reduções de (a) 0%, (b) 10%, (c) 25%, e (d) 50% (Adaptado de REZAEI et al., 2013).....	73
FIG. 3.13: As imagens das amostras tratadas termicamente a $1123 \text{ K}$ para: (a) 15 s, (B) 30 s e (c) 1200 s (Adaptado de MOALLEMI et al., 2011).....	74
FIG. 3.14: Curvas de tensão x deformação das amostras: (a) solução tratada, (b) após primeiro estágio do tratamento termomecânico repetitivo, (c) após o segundo estágio do	

tratamento termomecânico repetitivo e (d) após o único estágio do tratamento termomecânico (Adaptado de MOALLEMI et al., 2012). .....	76
FIG. 3.15: Curvas tensão de engenharia de tensão-deformação da: (a) amostra recozida, (b) amostra laminada a frio com 95% de redução e, amostras tratadas termicamente em 850 °C por: (c) 30 s, (d) 180 s, (e) 600 s e por fim (f) 1800 s (Adaptado de REZAEE et al., 2011(a)). .....	77
FIG. 3.16: Microestruturas obtidas após o tratamento de reversão: Mapas SEM-EBSD: (a) 800 °C/1s, (b) 800 °C/10s, imagens de microscopia óptica: (c) 900 ° C/1s, e (d) 1000 °C/1s. (Adaptado de HAMADA et al., 2015). .....	78
FIG. 3.17: Gráfico de ductilidade x resistência mecânica. A comparação das propriedades mecânicas (resistência à tração e alongamento) entre aços do tipo 201 recozido, após tratamento térmico de reversão e alguns outros tipos de aço atuais (Adaptado de HAMADA et al., 2015). .....	79
FIG. 4.1: Fluxograma dos procedimentos experimentais. ....	80
FIG. 4.2: Amostras cilíndricas. ....	81
FIG. 4.3: Matriz de ECAP em A) fechada, B) bipartida e em C) seção transversal utilizada. ....	83
FIG. 4.4: Aparato montado para o processo de deformação plástica severa via ECAP. ....	84
FIG. 4.5: A) Máquina de forjamento rotativo e em B) um jogo de matriz. ....	85
FIG. 4.6: Amostras processadas via forjamento rotativo: a) 0P-FR-35%; b) 1P-FR-35%; c) 2P-FR-35% e; d) 3P-FR-35%. .....	86

FIG. 4.7: Durômetro Model 422 MVD. ....	88
FIG. 4.8: Ilustração esquemática da extração do CP de tração: A) amostra processada, B) retirada de dois CP's por amostra e C) desenho do CP cilíndrico (dimensões em milímetros). ....	89
FIG. 4.9: Corpo de prova de seção cilíndrica reduzido para ensaio de tração. ....	89
FIG. 4.10: Ábacos notação Bunge .....	92
FIG. 4.11: Arranjo experimental para análises de EBSD (adaptado de PINTO E LOPES, 2003).....	93
FIG. 4.12: Ferritoscópio. ....	94
FIG. 4.13: Gráfico do fator de correção para curvaturas convexas (Adaptado de OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008 e Alves, 2018) .....	95
FIG. 5.1: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal das amostras CR e 0P. ....	97
FIG. 5.2: Espectros de difração das amostras CR e 0P. ....	98
FIG. 5.3: Imagens de EBSD para amostra CR: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) mapa de orientação e e) figura de polo inversa.....	101
FIG. 5.4: Imagens de EBSD para amostra 0P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) mapa de orientação e e) figura de polo inversa. ....	102
FIG. 5.5: Gráfico de carga x deslocamento obtido no ensaio de ECAP a 300 °C. ....	104

FIG. 5.6: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal das amostras submetidas ao ECAP a) 1P, b) 2P e c) 3P.....	105
FIG. 5.7: Espectros de difração das amostras 1P, 2P e 3P.....	106
FIG. 5.8: FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra 0P.....	108
FIG. 5.9: FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra 1P submetida ao ECAP. ....	108
FIG. 5.10: FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra 2P submetida ao ECAP. ....	109
FIG. 5.11: FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra 3P submetida ao ECAP. ....	109
FIG. 5.12: Imagens de EBSD para amostra 1P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa. ....	112
FIG. 5.13: Imagens de EBSD para amostra 2P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.....	113
FIG. 5.14: Imagens de EBSD para amostra 3P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.....	114
FIG. 5.15: Gráfico de distribuição dos tamanhos de grão das amostras processadas via ECAP. ....	115
FIG. 5.16: Gráfico de microdureza Vickers por densidade de discordâncias.....	116
FIG. 5.17: Trinca e descamação na 3P-FR-35%.....	118
FIG. 5.18: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 0P -FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.....	119

FIG. 5.19: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 1P-FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.....	119
FIG. 5.20: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 2P-FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.....	120
FIG. 5.21: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 3P-FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.....	120
FIG. 5.22: Espectros de difração das amostras, a) 0P-FR-20%, b) 1P-FR-20%, c) 2P-FR-20% e d) 3P-FR-20%, submetidas a 20% de deformação via forjamento rotativo. ....	121
FIG. 5.23: Espectros de difração das amostras, a) 0P-FR-35%, b) 1P-FR-35%, c) 2P-FR-35% e d) 3P-FR-35%, submetidas a 35% de deformação via forjamento rotativo. ....	122
FIG. 5.24: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 0P-FR-35% para planos austeníticos. ....	123
FIG. 5.25: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 1P-FR-35% para planos austeníticos. ....	123
FIG. 5.26: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 2P-FR-35% para planos austeníticos. ....	124
FIG. 5.27: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 3P-FR-35% para planos austeníticos. ....	124
FIG. 5.28: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 0P-FR-35% para planos martensíticos.....	125
FIG. 5.29: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 1P-FR-35% para planos martensíticos.....	125

FIG. 5.30: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 2P-FR-35% para planos martensíticos.....	126
FIG. 5.31: FDOC para (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra 3P-FR-35% para planos martensíticos.....	126
FIG. 5.32: Gráfico com relacionando a microdureza e dados de ferritoscopia.....	130
FIG. 5.33: MEV (detector secundário) das amostras submetidas ao tratamento de reversão da martensita a) 0P-FR-R-35%, b) 1P-FR-R-35%, c) 2P-FR-R-35% e d) 3P-FR-R-35%.....	131
FIG. 5.34: Imagens de EBSD para amostra 0P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa. ....	134
FIG. 5.35: Imagens de EBSD para amostra 1P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa. ....	135
FIG. 5.36: Imagens de EBSD para amostra 2P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa. ....	136
FIG. 5.37: Imagens de EBSD para amostra 3P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa. ....	137
FIG. 5.38: Gráfico de distribuição dos tamanhos de grão das amostras processadas após o tratamento térmico de reversão. ....	138
FIG. 5.39: Curvas tensão versus deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 0P-FR-R-35% .....	139
FIG. 5.40: Curvas tensão versus deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 1P-FR-R-35% .....	140

FIG. 5.41: Curvas tensão versus deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 2P-FR-R-35% .....	141
FIG. 5.42: Curvas tensão versus deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 3P-FR-R-35% .....	142
FIG. 5.43: A) curva do coeficiente de encruamento para 1P-FR-R-35% -3 e B) dois regimes de encruamento.....	144
FIG. 5.44: Imagem representativa das direções que foram realizadas o perfil de dureza.....	145

## LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1: Composição química dos aços 201 e 201LN (OUTOKUMPU, 2013; ASM INTERNATONAL, 2008).....	33
TAB. 2.2: Propriedades mecânicas dos aços inox 201 e 304 (adaptado de OSHIMA, 2007). .....	34
TAB. 2.3: Valores de EFE dos AIA's 201 e 201L (Adaptado de HAMADA, et al., 2013)..	53
TAB. 3.1: Dureza e propriedades mecânicas das amostras do F138 (Adaptado de DE VINCENTIS et al., 2015).....	61
TAB. 3.2: Propriedades mecânicas para o aço inoxidável 316L após ECAP a 150 °C (Adaptado de Ueno et al., 2011).....	63
TAB. 3.3: Propriedades mecânicas do aço inoxidável 301 com grãos ultrafinos a TA (Adaptado de HUANG et al. 2011).....	64
TAB. 3.4: Tamanho de grão, fração de volume de austenita e limite de escoamento das amostras tratadas termicamente em condições diferentes (Adaptado de MOALLEMI et al., 2011). ....	75
TAB. 4.1: Composição química (% em peso) do AIA 201LN. ....	81
TAB. 5.1: Tabela de deformação equivalente. ....	96
TAB. 5.2: Valores de EFE calculados para o aço inoxidável austenítico 201 LN.....	96
TAB. 5.3: Média dos resultados de ferritoscopia das amostras CR e 0P. ....	99
TAB. 5.4: Tabela de dureza e tamanho de grãos das amostras CR e 0P.....	103

TAB. 5.5: Resultados de ferritoscopia das amostras 1P, 2P e 3P. ....	107
TAB. 5.6: Valores das intensidades máximas alcançadas pelas componentes de textura em relação ao aço com textura aleatória. ....	127
TAB. 5.7: Resultados de ferritoscopia das amostras com 20% e 35% de deformação. ....	127
TAB. 5.8: Microdurezas Vickers das amostras com 20% e 35% de deformação via FR. ...	129
TAB. 5.9: Resultados de ferritoscopia das amostras submetidas ao tratamento reversão. ..	132
TAB. 5.10: Valores médios de limite de escoamento, tensão máxima, deformação total, microdureza Vickers e tamanho de grão. ....	143
TAB. 5.11: Perfil de dureza da amostra CP's de tração da amostra 0P-FR-R-35%. ....	145
TAB. 9.1: Nomenclatura das amostras. ....	162
TAB. 9.2: Relação de matrizes para o forjamento rotativo a frio. ....	163
TAB. 9.3: Condições instrumentais utilizadas nas análises de EBSD para amostras CR, 0P, 1P, 2P e 3P. ....	164
TAB. 9.4: Condições instrumentais utilizadas nas análises de EBSD para amostras 0P-FR-R-35%, 1P-FR-R-35%, 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35%. ....	165
TAB. 9.5: Valores de limite de escoamento, tensão máxima, deformação total, microdureza Vickers e tamanho de grão. ....	166

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### ABREVIATURAS

gf	Gramma força
$\mu\text{m}$	Micrômetro
K	Kelvin
kV	Kilovolts
mA	Miliampere
h	Hora
min	Minuto
mm	Milímetro
d	Diâmetro médio do grão
R	Raio externo da matriz de ECAP
r	Raio interno da matriz de ECAP
T	Temperatura
s	segundo
nm	Nanômetro

### SÍMBOLOS

$\sigma$	Energia interfacial por unidade de área
$\delta_{0,2\%}$	Limite de escoamento
$\alpha'$	Fase martensita de estrutura CCC
$\varepsilon$	Fase martensita de estrutura HC
$\gamma$	Fase austenita de estrutura CFC
$\varepsilon_{\text{eq}}$	Deformação do ECAP
$\phi$	Ângulos dos dois canais da matriz de ECAP
%	Porcentagem
$\theta$	Theta

$\psi$	Arco de curvatura da matriz de ECAP
$\Delta G$	Energia Livre
$\Delta G_{\alpha \rightarrow \gamma}$	Força motriz necessária para a reversão de martensita em austenita
$\Delta GM$	Contribuição mecânica à energia livre química
$\Delta G_q$	Variação de energia livre química
$\Delta GT$	Contribuição térmica à energia livre química
$^{\circ}C$	Grau Celsius
$M_S$	Temperatura de início da transformação martensítica induzida termicamente
$M_S^{\sigma}$	Temperatura acima da qual ocorre formação de martensita por deformação plástica e abaixo desta induzida por tensão
$M_d$	Temperatura limítrofe para formação de martensita por deformação plástica
$M_f$	Temperatura de fim da transformação martensítica induzida termicamente
$MoS_2$	Bissulfeto de molibdênio.
$\sim$	aproximadamente
$^{\circ}$	Graus
$T_0$	Temperatura de equilíbrio

## LISTA DE SIGLAS

AI	Aços inoxidáveis
AIA	Aços inoxidáveis austeníticos
AISI	American Iron and Steel Institute
ARB	União Por Laminação Acumulativa (“Acumulative Roll Bonding”)
ASM	American Society for Metals
ASTM	American Society for Testing and Materials”
CAGBs	Contornos de grãos curvos
CCC	Cúbica de Corpo centrado
CFC	Cúbica de face centrada
cDRX	Recristalização dinâmica contínua
CEFET	Centro Federal de Educação Tecnológica
CMWP	Convolutional Multiple Whole Profile
CNC	Controle numérico computadorizado (Computer Numeric Control)
CSGBs	grãos equiaxiais com contornos suaves
DPS	Deformação plástica severa
DR-X	Difração de raios-X
DRX	Recristalização dinâmica
EBSD	Difração de elétrons retro-espalhados (electron backscattered diffraction)
ECA/ECAP	Prensagem por canais iguais e angulados ou Extrusão angular por canais iguais
EFE	Energia de Falha de empilhamento
FMCE	Fábrica de Material de Comunicações e Eletrônica
FDOC’s	Funções de distribuição de orientação cristalográficas
gDRX	Recristalização dinâmica geométrica
GUF	Grãos ultrafinos
GN	Grãos nanométricos
HB	Dureza Brinell
HC	Hexagonal compacto
HPT	Torção Sob Elevada Pressão (“High Pressure Torsion”)

HV	Dureza Vickers
IME	Instituto Militar de Engenharia
LN	Low Nickel (Baixo Níquel)
LRT	Limite de resistência à tração
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MID	Martensita induzida por deformação
MO	Microscopia Óptica
OIM	Mapa de orientação dos grãos
P.A	Pró-análise
TA	Temperatura ambiente
TRIP	Transformation Induced Plasticity
TWIP	Plasticidade induzida por maclação (“Twinning Induced Plasticity”)
UFF	Universidade Federal Fluminense
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
EEL/USP	Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo

## RESUMO

Nos últimos anos, várias técnicas de deformação plástica severa (DPS) têm sido desenvolvidas e aperfeiçoadas. Esses processos são conhecidos por melhorar a resistência mecânica de metais e ligas através de refinamento microestrutural. É relatada na literatura a importância da combinação de técnicas de conformação, porém não foram encontradas pesquisas que envolvem a aplicação do aço inoxidável 201 LN em processos de DPS seguida de forjamento rotativo. Essa lacuna foi o gatilho para motivar o estudo de processamentos de DPS no desenvolvimento de uma estrutura de grãos refinados, seguido do processo de forjamento rotativo, com a finalidade de obter uma boa combinação de resistência e ductilidade deste aço na forma de arame. As amostras foram submetidas à deformação por extrusão em canal angular (ECAP) a 300 °C via rota BC, por três passes. Após a DPS via ECAP, observou-se um aumento significativo na dureza do material. Para análise de fases foram utilizadas as técnicas de difração de raios X, de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e a ferritoscopia, como resultado não foi evidenciada nenhuma transformação de fases nesta etapa do trabalho. Com intuito de estimar o tamanho de grão, novamente foi utilizada a técnica de EBSD. Logo foi confirmada a fragmentação dos grãos e o refinamento da microestrutura. Adicionalmente, algumas amostras foram submetidas ao forjamento rotativo e novamente foram caracterizadas. Na análise de fases (ferritoscopia + difração de raios X) verificou a formação de martensita  $\alpha'$ . A presença da martensita propiciou um significativo incremento na dureza do material. Em seguida, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico (750 °C por 15 minutos) que promoveu a reversão completa da martensita em austenita ( $\alpha' \rightarrow \gamma$ ). O tratamento térmico proporcionou a homogeneização da microestrutura na forma de grãos médios com diâmetro próximo a 5,8  $\mu\text{m}$ . Finalmente a partir dos resultados de tração e dureza foi possível alcançar melhoras nas propriedades mecânicas do material, no sentido de incremento da resistência mecânica, menor diferença entre o limite de encruamento e resistência, com manutenção de significativa ductilidade.

## ABSTRACT

In recent years, several severe plastic deformation (DPS) techniques have been developed and perfected. Such processes are known to improve the mechanical strength of metals and alloys through microstructural refinement. It is reported in the literature the importance of the combination of forming techniques, but no research was found that involve the application of the 201 LN stainless steel in DPS processes followed by rotary forging. This gap was the trigger to motivate the study of DPS processing in the development of a refined grain structure, followed by the rotary forging process, in order to obtain a good combination of strength and ductility of this steel in the form of wire. The samples were submitted to angular channel extrusion deformation (ECAP) at 300 ° C via B<sub>C</sub> route, for three passes. After DPS via ECAP, a significant increase in material hardness was observed. For phase analysis, X-ray diffraction, backscattered electron diffraction (EBSD) and ferrhoscopy techniques were used, as a result no phase transformation was evidenced at this stage of the work. In order to estimate grain size, the EBSD technique was again used. Soon the grain fragmentation and the microstructure refinement were confirmed. In addition, some samples were submitted to rotary forging and again were characterized. In phase analysis (ferrhoscopy + X-ray diffraction) the formation of  $\alpha'$  martensite was verified. The presence of martensite gave a significant increase in the hardness of the material. The samples were then subjected to the heat treatment (750 ° C for 15 minutes), which promoted the complete reversal of martensite in austenite ( $\alpha' \rightarrow \gamma$ ). The heat treatment provided the homogenization of the microstructure in the form of medium grains with a diameter close to 5.8  $\mu\text{m}$ . Finally, from the results of tension test and microhardness it was possible to achieve improvements in the mechanical properties of the material, in the sense of increase of the mechanical resistance, smaller difference between the limit of hardening and resistance, with maintenance of significant ductility.

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis são sinônimos de qualidade, durabilidade e resistência. São ligas versáteis, permitindo diferentes tipos de aplicações. Isso credencia a eles um papel no mundo moderno muito importante, como materiais de engenharia (PADILHA e RIOS, 2002; MIRSA et al, 2008) .

Os aços inoxidáveis são ligas de ferro e carbono contendo no mínimo 10,5% de cromo (% em peso), de acordo com a norma europeia EN 10088-1:2005 (NICKEL INSTITUT, 2010). O cromo tem como objetivo principal proteger contra a corrosão e a ferrugem. Outros elementos importantes são adicionados à composição do aço para ajudar a controlar a microestrutura e melhorar algumas propriedades específicas, como por exemplo: molibdênio, titânio, manganês, silício, nióbio, dentre outros (BADDOO, 2008; COMINS e CLARK, 1983; LO et al, 2009, OUTOKUMPU, 2013).

Como é possível perceber na FIG. 1.1, os números mostram um grande crescimento da produção mundial dos aços inoxidáveis ao longo dos anos. Esse aumento é em virtude da grande aplicabilidade dos aços inoxidáveis e sua importância como material de engenharia.

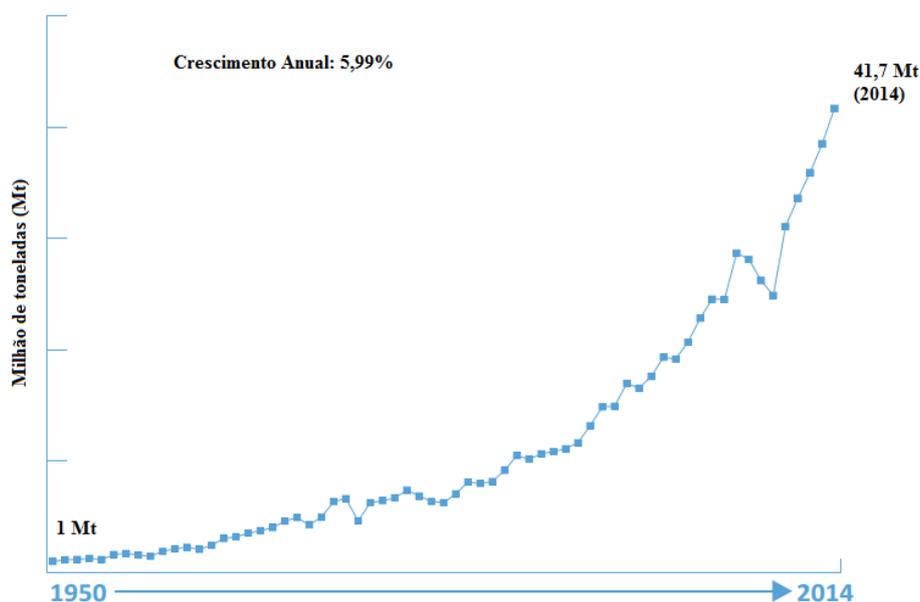


FIG. 1.1: Taxa de crescimento anual composta da produção de aços inoxidáveis de 1950 a 2014 em Mt (adaptado de ISSF, 2015).

Os aços inoxidáveis têm várias características desejáveis no meio industrial, uma vez que possuem elevada resistência à corrosão, grande capacidade de conformação, são recicláveis, duráveis e têm elevadas propriedades mecânicas. Com isso podem ser empregados nos mais diversos campos, como: utensílios de cozinha, instrumentos cirúrgicos, indústria aeroespacial, automobilística, moveleira, naval, refinarias de petróleo, indústria de papel e celulose, entre outros. Na verdade, a utilidade dos aços inoxidáveis é tão grande que se torna impossível citar todas as suas aplicações (BADDOO, 2008; LO et al, 2009, OUTOKUMPU, 2013).

O níquel é um elemento muito precioso e com elevado preço comercial, a redução deste elemento de liga na composição dos aços inoxidáveis, além de diminuir o custo de produção, contribui para a proteção ambiental. Em alguns aços, parte do níquel pode ser substituído por outros elementos de liga, utilizados para estabilizar a austenita, como manganês (Mn) e nitrogênio (N). Nesse contexto, os aços inoxidáveis austeníticos (AIA) da serie 200, também conhecida como sistema Cr-Mn-N, é caracterizada por possuir teores elevados de Mn e N. Além disso, possuem excelentes propriedades mecânicas, são menos suscetíveis ao efeito TRIP, porém menos resistentes à corrosão quando expostos a meios mais agressivos. Também são menos tenazes quando comparados aos AIAs da série 300 (GAVRILJUK, 1996; GAVRILJUK, V. G. et al, 2006, LO et al, 2009).

Existem diferentes mecanismos para fortalecimento das propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis, o refinamento dos grãos é apontado como uma abordagem viável para aumentar a resistência sem que ocorram perdas significativas na ductilidade. Por isso, o desenvolvimento de uma estrutura de grãos austeníticos ultrafinos tem-se tornado muito importante. Nos últimos anos, várias técnicas de deformação plástica severa (DPS) têm sido desenvolvidas e aperfeiçoadas para a produção de grãos na escala submicrométrica (100 nm – 1,0 µm) e/ou nanométrica (<100 nm), como por exemplo, extrusão em canal angular (ECAP). O processo DPS têm refinado, com sucesso, materiais com granulometrias grosseiras (LEE et al, 2009; FOROUZAN, 2010; REZAEI et al, 2011 (a); MISRA et al, 2008, FIGUEIREDO e LANGDON, 2012; MOALLEMI, 2012).

Segundo SORDI e coautores (2012) técnicas de DPS podem ser combinadas com processos de conformação convencionais, como por exemplo, laminação a frio, com a finalidade de desenvolver materiais com propriedades e dimensões adequadas para várias aplicações tecnológicas (AZUSHIMA et al, 2008).

Neste contexto, este trabalho busca investigar os parâmetros de processamentos da DPS no desenvolvimento de uma estrutura de grãos finos, seguido do processo de forjamento

rotativo a frio, utilizada para induzir a formação da martensita, com posterior tratamento térmico de recozimento para que ocorra a reversão da martensita em austenita, do aço inoxidável austenítico 201LN cedido pela Aperam South America. Com a finalidade de obter uma boa combinação de resistência e ductilidade, uma vez que são propriedades mecânicas importantes para os aços inoxidáveis.

## 1.1 OBJETIVOS

Este estudo busca investigar a formação da microestrutura de grãos nano e/ou ultrafinos após processo de deformação plástica severa, por ECAP a morno via rota B<sub>C</sub>, com posterior tratamento termomecânico convencional para formação e de reversão da martensita induzida por deformação do aço inoxidável austenítico 201 LN. Objetiva ainda, analisar os efeitos dos mecanismos de deformação a morno na microestrutura, do forjamento rotativo a temperatura ambiente na formação da martensita induzida por deformação e a influência do tratamento térmico de recozimento no processo de reversão da martensita.

Para isso, propõe-se:

1. Estudar o efeito dos mecanismos de deformação a morno no refinamento de grão austenítico obtidos via processo de deformação plástica severa por ECAP;
2. Quantificar a fração volumétrica de martensita induzida por deformação via forjamento rotativo a temperatura ambiente;
3. Analisar a eficiência do tratamento termomecânico de reversão da martensita;
4. Caracterizar a microestrutura formada tanto após a DPS como depois do tratamento termomecânico convencional (forjamento rotativo seguido recozimento para reversão) e;
5. Por fim, avaliar os ganhos obtidos nas propriedades mecânicas (ensaios de dureza e tração) em função da evolução das propriedades avaliadas ao longo da rota de processamento termomecânico proposta.

## 2. REVISÃO DE CONCEITOS BÁSICOS

### 2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis modernos têm como base Fe-Cr, entretanto além do cromo, outros elementos de ligas são adicionados com a finalidade de conferir melhoras em propriedades específicas. O cromo é o principal elemento desses aços e tem a capacidade de formar na presença de oxigênio um filme de óxido, com excelente resistência a agentes químicos. Este filme de óxido forma-se pela absorção do gás oxigênio por átomos de cromo, esta película é mantida na superfície através de forças atômicas, sendo assim, extremamente estável. Nesta condição, o aço adquire então, um estado passivo (COMINS e CLARK, 1983; LO et al., 2009; OLSSON e LANDOLT, 2003).

À medida que a superfície do material sofre danos químicos ou mecânicos, a camada passiva tem capacidade de reconstituir ou repassar, uma vez que o cromo presente na composição do aço continua a reagir com o oxigênio do meio (FIG. 2.1). Os constituintes e as propriedades da camada passiva dependem da composição do aço. Logo, outros elementos são de extrema importância no combate à corrosão nos aços inoxidáveis, tais como: o níquel que é utilizado para obtenção e estabilização da austenita e; o molibdênio que aumenta resistência a corrosão por *pitting* (OLSSON e LANDOLT, 2003).

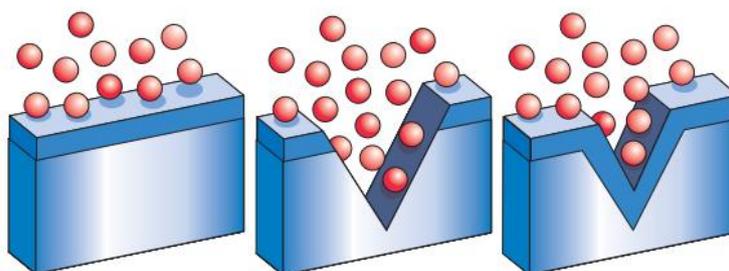


FIG. 2.1: Esquema de proteção da camada passiva de um aço inoxidável (Adaptado de CROOKERS, 2004).

A adição de elementos de ligas substitucionais ou intersticiais na composição química desses aços lhes proporcionam características estruturais e mecânicas únicas, que ao serem combinadas com a excelente resistência a corrosão, os tornam aplicáveis nos mais diversos

meios, como por exemplo: indústria automotiva, de alimentos, aeroespacial, na área da construção civil, dentre outras.

Em virtude da adição de diferentes elementos de liga podem-se obter diversas microestruturas e propriedades nos aços. Alguns elementos são adicionados ao aço inoxidável com intuito de estabilizar a ferrita e outros a austenita, esses elementos são chamados de alfa-gênicos e gama-gênicos, respectivamente. Através das equações empíricas do níquel (EQ. 1) e do cromo equivalente (EQ. 2) desenvolvidas por Schaeffler na década de 50 é possível avaliar a influência dos elementos de liga (PADILHA, 1994; SUMITA et al., 2004).

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0,3(\%Mn) + 22(\%C) + 14,2(\%N) + \%Cu \quad \text{EQ. 1}$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + 1,37(\%Mo) + 1,5(\%Si) + 2(\%Nb) + 3(\%Ti) \quad \text{EQ. 2}$$

O diagrama de Schaeffler (FIG. 2.2) descreve em termos gerais as fases oriundas das diversas configurações da composição química e com isso ajuda no prenúncio da microestrutura formada após a solidificação.

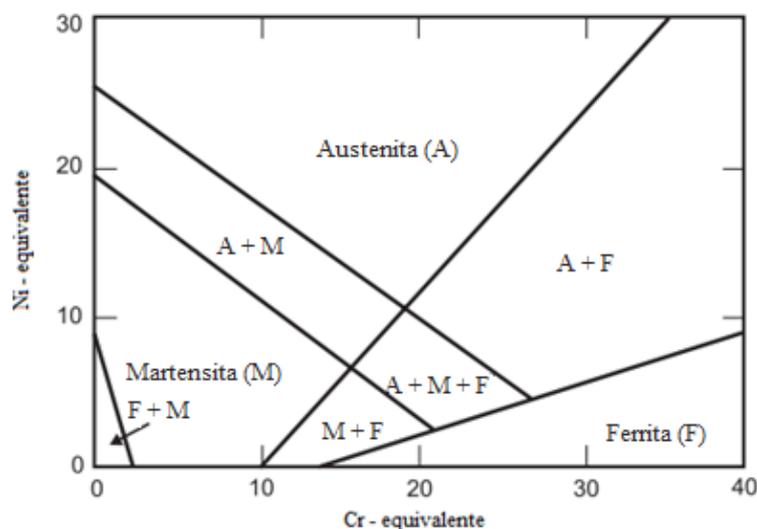


FIG. 2.2: Diagrama de fases de Schaeffler (Adaptado de SUMITA et al., 2004).

Tendo em vista que a microestrutura tem grande influência nas propriedades, os aços inoxidáveis geralmente são classificados conforme sua microestrutura à temperatura ambiente e são distribuídos em quatro principais grupos: os austeníticos, ferríticos, martensíticos e os duplex. Essas características microestruturais podem ser obtidas fazendo ajustes na composição química e em virtude de diferentes tratamentos termomecânicos (COMINS e

CLARK, 1983; OSHIMA et al., 2007; LO, 2009; OLSSON e LANDOLT, 2003; SILVA e MEI, 1988).

### 2.1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) em termos de ligas e aplicações é a maior família de aços inoxidáveis. O teor de cromo utilizados nos aços austeníticos varia entre 16% e 26%, o teor de níquel e manganês podem atingir até 35% e 15%, respectivamente. Esta classe tem por característica estrutura cúbica de face centrada (CFC), a qual é obtida através do uso de alguns elementos estabilizantes da fase austenítica, tal como níquel, manganês e nitrogênio. Os AIAs possuem excelente resistência à corrosão, boa ductilidade e soldabilidade (MAKI, 1997; OSHIMA et al., 2007; OUTOKUMPU, 2013).

Geralmente, estes aços possuem boas propriedades mecânicas a elevadas e a baixíssimas temperaturas, uma vez que, sua resistência ao impacto em temperaturas criogênicas é bastante explorada, por não sofrerem transição dúctil-frágil. Os austeníticos são aços paramagnéticos ou não-magnéticos na condição solubilizada. Além disso, podem ser endurecidos através de deformação a frio e, nesta condição, podem ser ligeiramente magnéticos devido a presença de martensita (OUTOKUMPU, 2013).

Os AIA's podem ser divididos e classificados em categorias ou séries em função dos elementos de liga adicionados na composição do aço, como por exemplo:

- Cr-Ni
  - Sistema base é Cr-Ni sem adição de molibdênio (Mo);
  - Referenciada como série 300 ou pela categoria mais comum 18Cr-8Ni;
  - Existem outros graus, onde são adicionados nitrogênio e enxofre com a finalidade de melhorar a resistência mecânica e a usinabilidade, respectivamente.
- Cr-Mn
  - Referenciada como série 200;
  - Parte do níquel é substituído por outros elementos austenitizantes como Mn e N;
  - Em geral são mais resistentes mecanicamente do que a série 300, porém são inferiores na conformabilidade, resistência à corrosão e soldabilidade.
- Cr-Ni-Mo

- Com resistência a corrosão superior a outros AIA's, e as vezes chamado de “a prova de ácidos”;
- Sistema base 17Cr e 10-13Ni;
- Nitrogênio e enxofre podem ser adicionados com a finalidade de melhorar a resistência mecânica e a usinabilidade, respectivamente.
- Superausteníticos
  - Conhecidos como AIA de alto rendimento;
  - Desenvolvidos para serem usados em ambientes muito exigentes;
  - Teores típicos de: 17-25Cr; 14-25Ni; 3-7Mo;
  - Às vezes nitrogênio é adicionado para aumentar a resistência à corrosão.
- AIA para altas temperaturas
  - Desenvolvidos para uso em temperaturas superiores a 550°C, onde a resistência à fluência é necessária;
  - Sistema base: 17-25Cr; 8-20Ni;
  - Sem adição de Mo;
  - Adição de silício e cério com o intuito de elevar a resistência à oxidação;
  - Adição de níquel para melhorar a resistência à fluência.

A série de AIA 300 é a mais conhecida desta classe e o aço mais popular é o 304 (18% Cr - 8% Ni). Por efeito de ser um material muito versátil, com aplicações desde o uso doméstico, quanto ao uso industrial e em aplicações de grandes responsabilidades. O elevado custo de fabrico devido as constantes variações de preço do níquel, que representa cerca de 40% a 45% do preço final deste aço, fez com que outros elementos fossem utilizados para estabilizar a austenita e com isso baixar o custo final do aço inoxidável (GAVRILJUK, 1996; OSHIMA, 2007; MOALLEMI, 2011).

Com a crescente demanda dos AIA's e com a necessidade de redução de custos de fabricação pelas empresas siderúrgicas, foram desenvolvidos e aperfeiçoados nas últimas décadas os aços da série 200. Esta série é caracterizada por possuir baixos teores de níquel em sua composição e, geralmente, é referida como sistema Cr-Mn-N ou Cr-Mn. Esta classe vem ganhando espaço no mercado, onde aços da série 300 são mais populares (OSHIMA, 2007; MOALLEMI, 2011).

### 2.1.2 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICOS AISI 201

A série 200 é uma alternativa de baixo custo aos aços inoxidáveis austeníticos convencionais, tais como 301/304. Eles possuem uma microestrutura austenítica, boa resistência ao impacto mesmo a temperaturas criogênicas, normalmente são mais duros e mais resistentes quando comparados com os aços da série 300, fato que ocorre pelo maior teor de nitrogênio, que age como um endurecedor (OSHIMA et al., 2007).

Ao restringir o teor de níquel do material, consequentemente, o teor de cromo é limitado e em virtude disso a resistência à corrosão. Na TAB. 2.1 são apresentadas algumas composições químicas para os aços 201 e 201 LN (OUTOKUMPU, 2013; ASM INTERNATONAL, 2008).

TAB. 2.1: Composição química dos aços 201 e 201LN (OUTOKUMPU, 2013; ASM INTERNATONAL, 2008).

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

Os aços inox austeníticos 201 são geralmente conhecidos como “Cr-Mn ou 4%Ni”. Estes aços podem apresentar limite de escoamento até 30% maior que o aço inox 304, tornando-o apto para aplicações estruturais leves (HAMADA et al., 2013). Na TAB. 2.2 são listadas algumas propriedades dos AIA’s 201 em comparação com o 304 (OSHIMA et al., 2007). Segundo o catálogo da Aperam que contém os resumos técnicos dos aços inoxidáveis, o aço 201LN possui valores típicos de limite de resistência de 700 MPa, limite de escoamento 500 MPa e alongamento (50 mm) de 45 (Aperam Serviços, 2019).

TAB. 2.2: Propriedades mecânicas dos aços inox 201 e 304 (adaptado de OSHIMA, 2007).

Propriedade	Tipo 304	Tipo 201
LE (MPa)	314	377
LRT (MPa)	618	805
Alongamento (%)	59	56
Dureza (HV)	170	185

Alguns elementos podem ser usados em substituição do níquel para estabilizar a austenita sem comprometer as propriedades do aço e com um custo menor. Alguns AIA's com base no sistema Cr-Mn-N foram desenvolvidos com ou sem a adição de níquel. O nitrogênio é utilizado para estabilizar a austenita. Além disso, ele é um poderoso fortalecedor de solução sólida, melhora a corrosão por *pitting*, a resistência à fratura, resistência à fadiga e a deformação. A solubilidade do N em aço inoxidável é baixa, mas a adição de manganês torna esse elemento mais solúvel e ainda diminui a precipitação de nitretos desfavoráveis. O manganês é cerca de 5 a 10 vezes mais barato que o níquel e quando combinado com o nitrogênio é um excelente estabilizante da austenita (OSHIMA et al., 2007; YAMAMOTO et al., 2009; HAMADA et al., 2015).

Os aços da série 200 são suscetíveis ao efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), ou seja, são metaestáveis e isso possibilita alta capacidade de encruamento e resistência mecânica, em virtude da sollicitação mecânica e da temperatura. Esta série possui excelente capacidade de absorção de energia, característica essencial para aplicações automobilísticas (SHIRDEL et al., 2015).

## 2.2 PROCESSOS DE CONFORMAÇÃO MECÂNICA

Inúmeros aspectos podem influenciar as propriedades mecânicas e físicas de materiais cristalinos, o tamanho de grão, geralmente, desempenha um papel fundamental e talvez dominante no que diz respeito à resistência. Através do refinamento de grãos é possível obter melhoras relevantes da resistência mecânica e da tenacidade de muitas ligas. Ao analisar a equação de *Hall-Petch* (EQ. 3) pode-se observar que à medida que a raiz quadrada do diâmetro médio do grão ( $d$ ) diminui, ocorre um aumento no limite de escoamento ( $\sigma_e$ ) do

material ( $\sigma_0$  e  $k$  são constantes proporcionais) (AZUSHIMA, et al, 2008; VALIEV e LANGDON, 2006).

$$\sigma_e = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad \text{EQ. 3}$$

Com métodos de conformação mecânica convencionais, como laminação, trefilação, extrusão, forjamento é muito difícil obter grãos menores que 1  $\mu\text{m}$ , uma vez que as dimensões finais do produto limitam a quantidade de deformação que pode ser introduzida. Nestes processos, as deformações plásticas são inferiores a 2,0. Uma característica do processo de fortalecimento por laminação a frio é a introdução de anisotropia nas propriedades mecânicas. Por isso, métodos que proporcionem propriedades mecânicas isotrópicas são mais procurados (HAMADA et al., 2015).

Uma técnica bastante promissora, a deformação plástica severa, consegue aliar grandes deformações plásticas, que levam a uma granulometria refinada sem que haja redução na seção transversal das amostras processadas (VALIEV e LANGDON, 2006; VALIEV et al, 2006; ESTRIN e VINOGRADOV, 2013).

Os processos de deformação plástica severa promovem grandes deformações nos materiais e podem alcançar tamanhos de grãos na escala submicrométrica ou nanométrica. Dependendo do método de deformação severa e da estrutura do cristal, é possível alcançar tamanhos de grão da na ordem de 100 a 1000 nm (AZUSHIMA, et al, 2008; VALIEV e LANGDON, 2006; VALIEV et al, 2006; ESTRIN e VINOGRADOV, 2013).

Segundo HUANG et al., 2011, a baixa ductilidade em tração de materiais com granulometria ultrafina (GUF) é atribuída a capacidade reduzida de encruamento. Durante a deformação elástica, o início da instabilidade plástica (ou estrição) pode ser expresso pelos critérios Considère (EQ. 4) bem conhecidos:

$$\left(\frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon}\right)_{\varepsilon} \leq \sigma \quad \text{EQ. 4}$$

Onde:

$\sigma \rightarrow$  tensão de escoamento verdadeira e;

$\varepsilon \rightarrow$  deformação verdadeira.

O refinamento de grão na escala GUF pode aumentar de forma significativa a tensão de escoamento. Entretanto, a capacidade de endurecimento por deformação é diminuída, em virtude do restrito movimento das discordâncias e também pela baixa eficiência de armazenamento de discordâncias nos grãos pequenos. A capacidade de encruamento reduzida desses materiais não pode ultrapassar o amolecimento geométrico das amostras sob tensão de tração e, portanto, na fase inicial da deformação plástica o estiramento ocorre facilmente, ocasionando um reduzido alongamento uniforme (HUANG et al, 2011).

### 2.2.1 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA

Os processos de deformação plástica severa (DPS) constituem-se em técnicas onde é possível promover mudanças profundas na microestrutura e nas propriedades de metais e ligas. O efeito mais importante dessa técnica é uma redução acentuada no tamanho de grão de metais, até atingir granulometrias ultrafinas, o que proporciona um aumento substancial da resistência. Os métodos mais difundidos podem ser citados: a Torção Sob Elevada Pressão (*High Pressure Torsion – HPT*); o Forjamento Múltiplo (*Multiple Forging*); a União Por Laminação Acumulativa (*Accumulative Roll Bonding – ARB*); laminação assimétrica (*Asymmetric roll bonding*), e a Extrusão em canal angular (*Equal Channel Angular Pressing – ECAP*) (VALIEV E LANGDON, 2006; AZUSHIMA, et al, 2008; MENDES FILHO et al., 2011; ESTRIN, E VINOGRADOV, 2013;).

### 2.2.2 EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR - ECAP

Extrusão em canal Angular (*Channel Angular Extrusion – ECA* ou *Equal Channel Angular Pressing – ECAP*) é um processo desenvolvido por V.M. Segal em Minsk na Ucrânia, entre as décadas de 70 e 80. A técnica de ECAP é muito utilizada com intuito de refinar de grãos, até atingir granulometria ultrafinas e/ou nanométricas. O refinamento da microestrutura proporciona melhora nas propriedades mecânicas, óticas, elétricas e magnéticas. Além disso, o método favorece o surgimento de uma estrutura mais homogênea,

ocasionado em parte pela transformação gradativa dos contornos de baixo para contornos de alto ângulo. A presença maior dos contornos de alto ângulo é fundamental para obter propriedades únicas e avançadas (KIM et al, 2002; VALIEV e LANGDON, 2006; BAGHERPOUR et al, 2018; KAPPOR, R, 2017).

Nesta técnica, o material metálico é prensado em uma matriz contendo dois canais de seções transversais idênticas, ligados por um ângulo  $\phi$ . Este ângulo pode variar conforme a matriz ou em virtude da dificuldade de deformação dos materiais. Outro ângulo adicional  $\psi$  constitui o arco de curvatura (FIG. 2.3). Uma deformação de natureza cisalhante é transmitida quando a amostra passa pela interseção dos canais da matriz (VALIEV, e LANGDON, 2006; AZUSHIMA, et al, 2008; ESTRIN e VINOGRADOV, 2013).

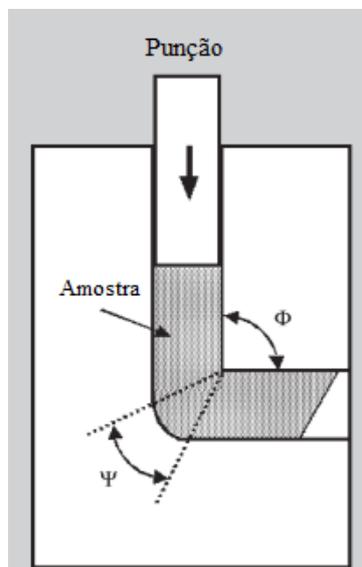


FIG. 2.3: Princípio do ECAP (Adaptado de VALIEV et al, 2006).

Como reportado, a amostra ao cruzar todo o molde mantém a mesma seção transversal, mesmo submetida a uma acentuada deformação. Este aspecto diferencia o processo de deformação severa dos demais tipos de processos convencionais. À medida que a peça mantém as mesmas dimensões iniciais, possibilita a realização de vários passes. Como consequência, diferentes sistemas de deslizamentos podem ser acionados, rotacionando-se a amostra antes de cada passe. Este processo favorece uma alta densidade de discordâncias nos contornos de grãos (VALIEV, 2004).

Algumas rotas de processamentos podem ser desenvolvidas, uma vez que basta rotacionar a amostra em torno do seu eixo longitudinal e assim realizar outros passes. Essas

formas distintas de reinserção do material na matriz propiciam resultados diferentes em termos de microestrutura e da textura no material final. Quatro rotas de processamento são muito debatidas na literatura (FIG. 2.4) (VALIEV, 2004; VALIEV e LANGDON, 2006; ESTRIN, e VINOGRADOV, 2013):

- A rota A é o estágio inicial onde a amostra é simplesmente pressionada a passar na matriz;
- A rota B<sub>A</sub> a amostra é girada 90° em sentido oposto a cada passe;
- A rota B<sub>C</sub> a amostra é rotacionada por 90° sempre no mesmo sentido a cada passe e;
- A rota C a amostra é rotacionada 180° por passe.

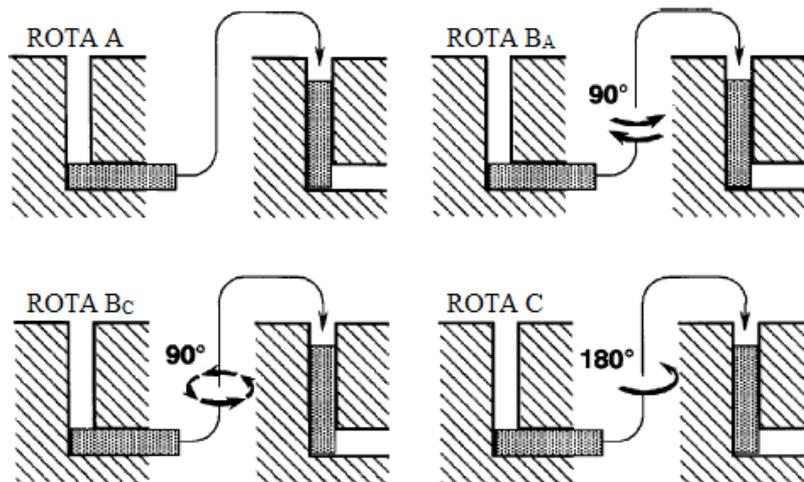


FIG. 2.4: Rotas de processamento por ECAP (Adaptado de VALIEV e LANGDON, 2006).

Segundo FURUKAWA et al., 1998, a FIG. 2.5, mostra as distorções macroscópicas introduzidas em elementos cúbicos, nos planos X, Y e Z após cada passe. Na imagem é possível perceber a influência da rota de processamento e do número de passes na microestrutura do material. O processo de deformação da rota C é considerado de restauração, pois a tensão é reestabelecida após cada par de passes e o plano Z permanece inalterado em todos eles. A rota B<sub>C</sub> também é considerada um processo redundante, pois o deslizamento que ocorre no primeiro passe é restaurado no terceiro passe, assim, o deslizamento que ocorre no segundo passe, é restituído no quarto passe. Com relação às rotas A e B<sub>A</sub>, elas não se enquadram como processos redundantes, pois a rota A existem dois planos de cortes distintos que se interceptam com um ângulo de 90° e a rota B<sub>A</sub> são quatros planos de cortes diferentes

que se cruzam em ângulos de 180°. Assim como na rota C, na rota A o plano Z também permanece inalterado em todos os passes (VALIEV, 2004; VALIEV E LANGDON, 2006; FURUKAWA et al., 1998)

Rota	Planos	Número de prensagens								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	□	□	□	□	□	□	□	□
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□
B <sub>A</sub>	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
B <sub>C</sub>	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
C	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱

FIG. 2.5: Distorções nos planos X, Y e Z para quatro rotas de processamento diferentes (Adaptado de FURUKAWA et al, 1998).

O material processado por ECAP via rota B<sub>C</sub>, se comporta de forma mais isotrópica durante os ensaios mecânicos. Visto que, essa rota apresenta maior homogeneidade na morfologia dos grãos, as amostras processadas por essa passagem apresentam grãos relativamente equiaxiais e menor orientação preferencial (VALIEV, 2004; VALIEV E LANGDON, 2006).

Como já mencionado, o ECAP proporciona uma deformação abrupta no material em cada passe. Essa deformação,  $\epsilon_{eq}$ , é definida através da relação entre os ângulos das duas partes do canal,  $\phi$ , e o arco de curvatura  $\psi$ , conforme EQ. 5.

$$\epsilon_{eq} = \frac{n}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right\} \quad \text{EQ. 5}$$

Após  $n$  passes,  $n \times \epsilon_{eq}$ . Ao longo de sucessivos passes, a deformação acumulada na amostra conduz a formação da estrutura de grãos ultrafinos (AZUSHIMA, et al, 2008; ESTRIN e VINOGRADOV, 2013).

Matrizes com ângulos  $\phi$  menores impõem o material a uma deformação muito severa, o que pode acarretar a formação de microestruturas de grãos menores. Por outro lado, maiores valores referente ao ângulo  $\phi$  promovem menores graus de deformação e podem levar a formação de estruturas de grãos maiores. A homogeneidade da deformação pode ser relacionada com o ângulo  $\psi$ , isto é, ocorre uma redução da homogeneidade com o aumento do raio de curvatura (VALIEV E LANGDON, 2006; MENDES FILHO et al., 2011).

Durante o processo de ECAP muitos parâmetros de processamento precisam ser levados em considerações, pois podem afetar de forma significativa as estruturas de deformação no decorrer do ensaio. Podem ser citados: o ângulo da matriz, que implica na tensão aplicada em cada passe; número de passes, que representa deformação acumulada total aplicada no material; a rota de processamento, que envolve a rotação da amostra; a velocidade de extrusão e; a temperatura de ensaio (VALIEV, 2000; HUANG, 2008).

Materiais relativamente macios como, cobre, ligas de alumínio, ferro e aços de baixo carbono, podem ser processados a temperatura ambiente. De forma oposta, materiais muito duros como, os aços inoxidáveis austeníticos 201LN e/ou 316, ligas de titânio (Ti), ligas de níquel/titânio (NiTi) com memória de forma, ligas de tungstênio (W), dentre outros matérias, são processados a temperaturas mais altas, em virtude de sua alta resistência. Com isso a temperatura de processamento torna-se um importante parâmetro que pode afetar a microestrutura e as propriedades mecânicas finais destes materiais (VALIEV, 2000; HUANG, 2008).

XU e coautores (2005) desenvolveram um modelo de refinamento de grão obtido através de múltiplos passes via rota  $B_C$  pelo ECAP com canais com ângulo  $\phi$  de  $90^\circ$  (FIG. 2.6). Essa ilustração refere-se à porção central do lingote para metais típicos CFC, como por exemplo, alumínio. Nota-se que o tamanho dos grãos equiaxiais é estabelecido pela largura das bandas de subgrãos introduzidas no material já no primeiro passe.

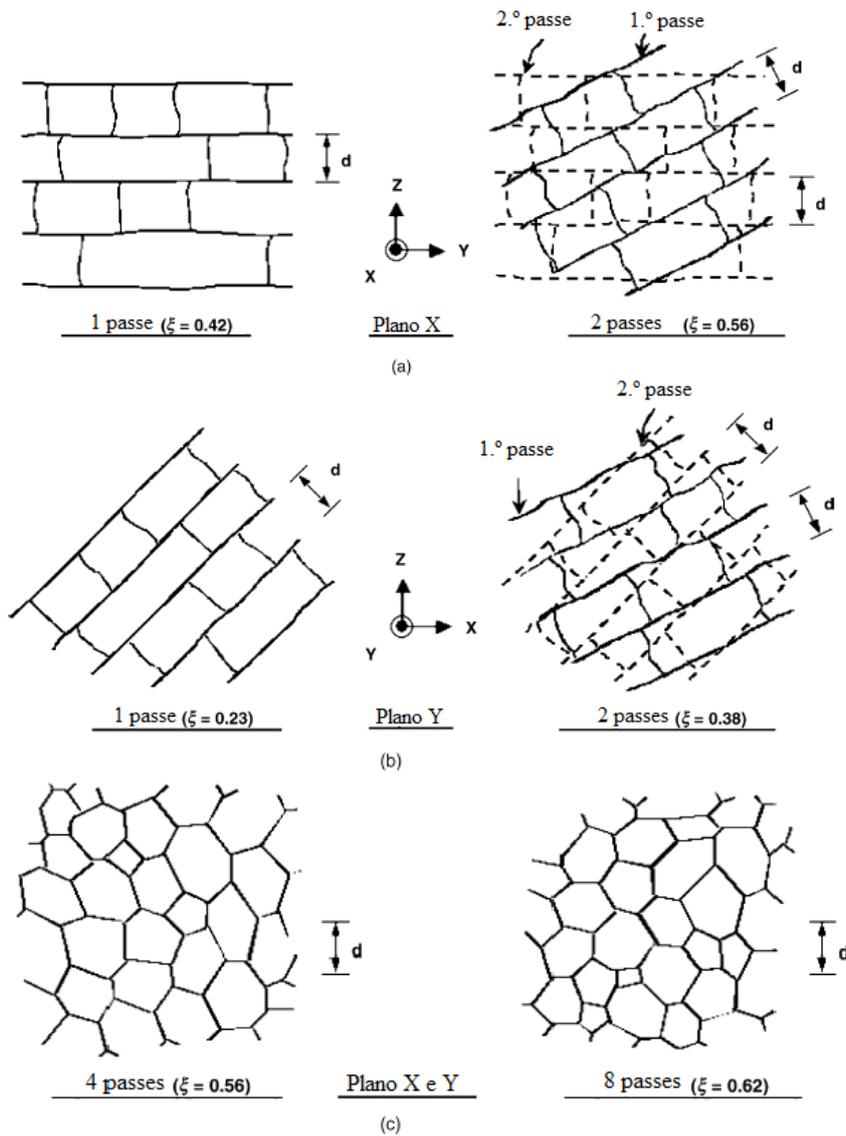


FIG. 2.6: Modelo para o refinamento de grãos via ECAP: (a) subestruturas visíveis no plano X após 1 e 2 passes; (B) subestruturas visíveis no plano Y após 1 e 2 passes e (c) subestruturas visíveis nos planos X e Y, após 4 e 8 passes (Adaptado de XU et al, 2005).

Um problema relacionado ao refinamento de grão obtido por DPS é a sua instabilidade térmica e mecânica, causada pela formação em excesso de discordâncias, pelas tensões internas e a limitação na capacidade de endurecimento. Várias formas são propostas para estabilizar essas estruturas deformadas. Estas incluem, ativação de transformações de fase seja na forma de precipitado ou na forma de martensita induzida por deformação, intensificação da maclagem e formação de uma estrutura bimodal (UENO et al., 2011). Os mecanismos de deformação e a transformação de fase são de interesse desse estudo, já que, a associação

destes fenômenos pode melhorar a capacidade de endurecimento por deformação, prevenção de estiramento, conservando assim a alta capacidade de deformação.

Alguns estudos encontrados na literatura mostram o efeito da deformação plástica severa via ECAP no refinamento de grão. Materiais com grãos ultrafinos (GUF - 100 nm a 1000 nm) ou na escala nanométrica (GN - inferior a 100 nm) apresentam propriedades físicas e mecânicas únicas quando comparados com materiais homólogos de grãos grosseiros. Os processos de DPS são métodos eficazes para produzir estruturas com GUF ou GN sem que ocorra a inserção de porosidade ou impurezas. Vários estudos já foram realizados e relataram a eficiência no refino da granulometria do material assim como as melhoras significativas das propriedades (MENDES FILHO et al., 2011, SORDI et al., 2012).

Por outro lado, nem sempre grãos ultrafinos (escala nanométrica) são desejáveis quando o intuito é estabelecer uma boa relação entre resistência e ductilidade. Geralmente, em metais e ligas com tamanho médio de grãos inferior a 20 nm, é observado um decréscimo na ductilidade e em certos casos na resistência (ZHU, LOWE, e LANGDON, 2004)

### 2.2.3 FORJAMENTO ROTATIVO

O forjamento rotativo (em inglês *swager rotary*) é um processo de deformação plástica severa, utilizado para reduzir a seção transversal de sólidos, tubos, cilindros, hastes e fios. A técnica constitui-se de submeter o material a uma compressão longitudinal, por meio da passagem das amostras por sequencias de martelos com tamanhos normalizados até alcançar o diâmetro almejado. Essa técnica foi desenvolvida com intuito de produzir componentes de alto desempenho, sendo também economicamente viável para indústria, uma vez que possui um baixo custo de fabricação quando comparado com os processos convencionais. (LIM, 2009; KUHFUSS, 2008). Essa tecnologia é muito utilizada na fabricação de hastes de metal e tubos para indústrias automobilísticas, aeroespacial, aeronáutica, dentre outros (ZHANG, 2014).

O equipamento de forjamento rotativo (FR) geralmente utiliza três, quatro ou até oito matrizes dispostas uniformemente na circunferência da amostra, conforme pode ser visto na FIG. 2.7. As ferramentas de conformação giram em alta frequência em torno da peça de trabalho executando movimentos radiais. Durante o ciclo de rotação, o movimento simultâneo

das matrizes para cima (abre) e para baixo (fecha) reduz a seção transversal a cada passagem e conseqüentemente acarreta no aumento do comprimento. Isso proporciona a produção de peças simétricas com excelente acabamento superficial (ZHANG, 2014).

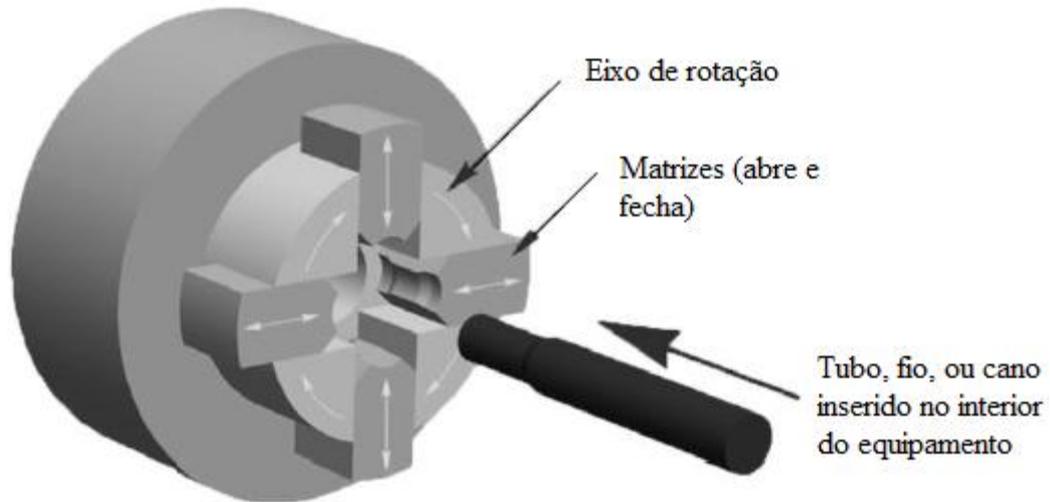


FIG. 2.7: Swager de 4 matrizes (Adaptado de FENN-TORIN)

A utilização dessa técnica propicia algumas vantagens, como por exemplo (RAUSCHNABEL, 1992):

- Refino da granulometria do material;
- Maior limite elástico e resistência à tração;
- Excelente acabamento superficial, proporcionando economia de material;
- Tempo de processamento curto.

Mediante da redução da seção transversal é possível estimar a deformação de natureza compressiva, através das equações 6 e 7.

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{A_0}{A}\right) \quad \text{EQ. 6}$$

$$\varepsilon = -\ln(1 - R) \quad \text{EQ. 7}$$

Na equação 7,  $A_0$  corresponde a seção transversal inicial e  $A$  a seção transversal final aplicado a temperatura ambiente. Já para equação 8,  $R$  equivale a redução de área total (ABDULSTAAR, et al, 2013; CHEN, et al, 2015).

Segundo CHEN e coautores (2015), a técnica de forjamento rotativo difere de outras técnicas de deformação, como o ECAP, pois no processamento são inseridas pequenas deformações consecutivas no material. Por consequência, pode-se alcançar uma acentuada deformação através da deformação incremental.

### 2.3 TRANSFORMAÇÕES MARTENSÍTICAS

O termo, transformação martensítica, é utilizado na metalurgia física para descrever uma mudança de fase no estado sólido, sem que ocorra difusão, posto que não existe alteração na composição durante toda a transformação. Nesta transformação desde o início até o seu término os movimentos atômicos são menores que o espaçamento interatômico de estrutura cristalinas do material. (SHEWMON, 1969; PORTER, 1992; CHRISTIAN, 2002; PAULA, 2006; RIOS E PADILHA, 2007).

As transformações martensíticas se caracterizam por serem atérmicas, ou seja, iniciado o processo de resfriamento e quando este é interrompido e a temperatura permanece constante, paralisa o processo de formação da martensita. Além disso, em virtude do movimento coordenado dos átomos da fase matriz através de um mecanismo de cisalhamento, essa transformação recebe a denominação de transformação militar (PORTER, 1992; CHRISTIAN, 2002; PAULA, 2006; SHEWMON, 1969).

Outra característica é que as fases mãe e produto exibem uma relação de orientação entre elas. Ademais, a transformação promove um aumento substancial da densidade de defeitos cristalinos, produzindo uma microestrutura com elevada resistência mecânica (SHEWMON, 1969; PORTER, 1992; CHRISTIAN, 2002; PAULA, 2006; RIOS E PADILHA, 2007).

A transformação espontânea da austenita em martensita metaestável pode ser caracterizada pelo resfriamento rápido (têmpera), quando a temperatura ultrapassa a temperatura  $M_S$  (que representa o início da formação da martensita) e através da temperatura  $M_d$  (temperatura abaixo da qual ocorre transformação martensítica induzida por deformação), quando a formação da martensita é induzida por deformação plástica. Geralmente, utilizam-se expressões empíricas para se calcular a temperatura  $M_S$ . Por exemplo, a EQ. 8, desenvolvida por Eichelman e Hull (1953), fornece uma estimativa dessa temperatura, através da

composição química do material (PAULA, 2006; RIOS E PADILHA, 2007; ABREU, 2007; SOLOMON e SOLOMON, 2010; BAGHBADORANI et al., 2015).

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 1302 - 1667(\%C + \%N) - 28(\%Si) - 33(\%Mn) - 42(\%Cr) - 61(\%Ni) \text{ EQ. 8}$$

Através da EQ. 8 é possível perceber que a influência dos solutos intersticiais, tais como, carbono e nitrogênio, na  $M_s$  é bem maior do que a de solutos substitucionais, como cromo e níquel.

Em virtude da imposição de uma tensão externa a martensita pode ser formada acima da temperatura  $M_s$ . Isso ocorre porque esse estímulo externo funciona como força motriz mecânica e ajuda a complementar a força motriz química que não teria capacidade suficiente para impulsionar a transformação. Com isso, a transformação martensítica pode ocorrer de duas formas: assistida por tensão e/ou induzida por deformação (FIG. 2.8) (PORTER, 1992; KISKO et al., 2013; ANTUNES et al., 2014).

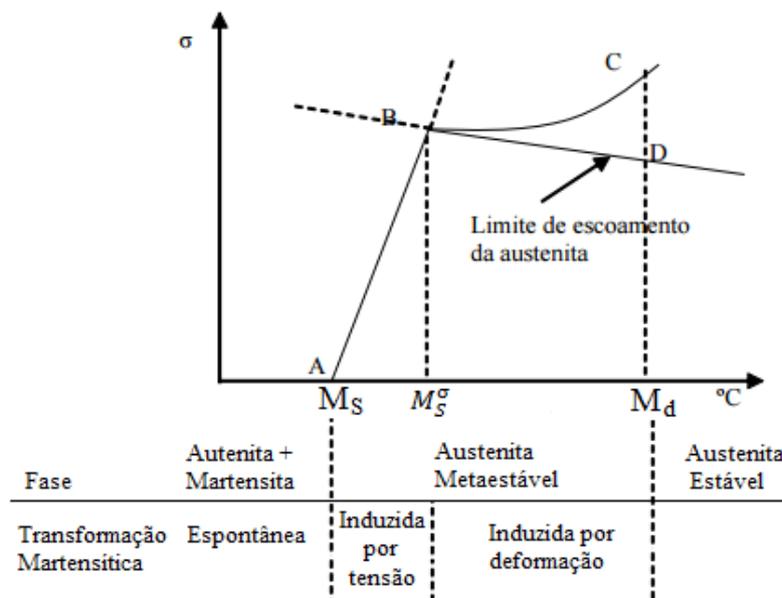


FIG. 2.8: Gráfico de tensão em função da temperatura relacionado ao efeito TRIP (Adaptado de LEUTENECKER, et al., 1989; KRUPP et al., 2010).

A reação martensítica induzida por deformação plástica é um processo complexo e dinamicamente associado às discordâncias, maclas e à fase martensítica intermediária  $\epsilon$ , quando a estrutura austenítica apresenta baixa energia de falha de empilhamento (Antunes et al., 2014).

Acima da temperatura  $M_S$  (nucleação assistida por tensão) a martensita nucleia quando a tensão aplicada ocorre na região de deformação elástica da austenita (linha AB). Nesse estágio, essa fase pode ser formada desde que a força motriz química para a transformação seja complementada por uma força auxiliar, ou seja, uma força motriz (tensão) mecânica externa. Na linha AB da FIG. 2.8, vê-se que a martensita pode ser formada pela aplicação de uma tensão elástica, que também gera uma deformação elástica. Essa transformação da martensita ocorre até o escoamento da austenita, a uma temperatura designada por  $M_S^{\sigma}$  (COHEN & WAYMAN, 1981).

Quanto à temperatura supera  $M_S^{\sigma}$ , a martensita é nucleada a partir do limite de escoamento da austenita. Na faixa de temperatura da linha BC, ocorre a deformação da austenita. A nucleação da martensita  $\alpha'$  é induzida por deformação plástica, cuja força aplicada correspondente permanece aproximadamente constante (início da linha BC). Diante disso, a nucleação da martensita fica dependente da nucleação de novos sítios, os quais aparecem como produto das interações entre as discordâncias. Ao ultrapassar a temperatura  $M_d$  a austenita se torna mais estável e não irá mais ocorrer transformação por efeitos de deformação plástica (COHEN & WAYMAN, 1981).

Segundo NISHIYAMA (2012), na FIG. 2.9 são ilustradas as energias livres ( $\Delta G$ ) das fases mãe e produto em função da temperatura. A condição necessária para que ocorra a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha'$  é que a energia de  $\alpha'$  seja menor que a  $\gamma$ , isto é, que ela seja energeticamente favorável. A temperatura  $M_S$  resulta da quantidade de energia necessária para a nucleação e para o movimento cisalhante. Na faixa da austenita metaestável, a transformação martensítica pode ser iniciada pelo efeito do esforço mecânico abaixo da temperatura ambiente crítica  $M_d$  (COHEN & WAYMAN, 1981).

Para temperaturas mais altas ( $T > T_0$ ) a energia livre da fase mãe é menor do que a da fase produto e conseqüentemente é mais estável nessas condições. Com a redução da temperatura, o  $\Delta G$  da fase produto diminui enquanto que o da fase mãe aumenta. Isso ocorre até a igualdade das duas energias livres. Neste momento, as duas fases estão em equilíbrio termodinâmico em uma dada temperatura  $T_0$ . Com o contínuo decréscimo da temperatura, o  $\Delta G$  da fase produto se torna cada vez menor, porém a transformação não inicia de forma espontânea. Para que isso ocorra, é necessário que a força motriz química supere as barreiras que impedem a transformação, tais como, energia superficial e energia de distorção da rede. A transformação só acontecerá quando o material for resfriado a uma temperatura menor que  $T_0$ , conhecida como  $M_S$  (NISHIYAMA, 2012, PORTER, 1992, SHEWMON, 1969).

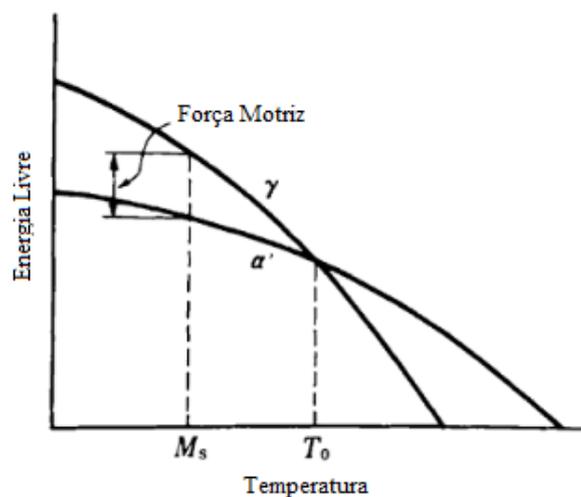


FIG. 2.9: Energia livre da  $\gamma$  e  $\alpha'$  (Adaptado de NISHIYAMA, 2012).

### 2.3.1 CRISTALOGRAFIA DA MARTENSITA

A transformação martensítica está intrinsecamente ligada à cristalografia das fases. Duas características cristalográficas da martensita são: o plano de hábito e a relação de orientação cristalina entre as fases. A martensita possui uma interface, que não sofre deformação nem rotação durante a transformação, conhecido como plano invariável. Esse plano da interface é coerente ou semicoerente e possui uma orientação cristalográfica bem definida para todas as placas de martensita (PORTER, 1992; RIOS E PADILHA, 2007; BHADSHIA e HONEYCOMBE, 2011).

A interface entre a fase mãe e a martensita é comumente chamada de plano de hábito. Segundo BHADSHIA (2011), FIG. 2.10, quando a transformação é feita sem qualquer restrição, o plano de hábito é macroscopicamente plano, entretanto, quando existe um ambiente que de alguma forma limita o desenvolvimento da martensita, o plano de hábito é macroscopicamente curvado. Aços com composições químicas diferentes podem ter o mesmo plano de hábito e até mesmo outras características cristalográficas (PORTER, 1992; BHADSHIA, 2001; PAULA, 2006; BHADSHIA e HONEYCOMBE, 2011).

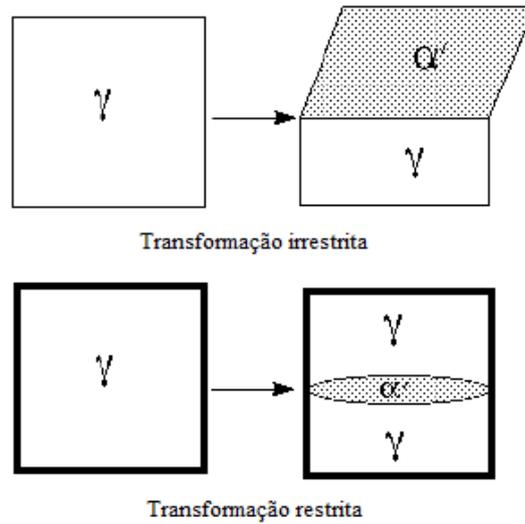


FIG. 2.10: Plano de hábito entre a austenita ( $\gamma$ ) e martensita ( $\alpha'$ ) em condições de transformações irrestrita e restrita respectivamente (Adaptado de BHADSHIA e HONEYCOMBE, 2011).

Como reportado, a formação da martensita envolve o movimento coordenado dos átomos e todos se movem a uma distância menor que a interatômica. Desta forma, existe uma relação de orientação cristalográfica bem definida entre a fase mãe e a produto. Esta relação é tão intensa que os planos e as direções compactas da austenita,  $\{1\ 1\ 1\} \langle 0\ \bar{1}\ 1 \rangle$ , são paralelos aos planos mais densos e direções compactas da martensita  $\{1\ 1\ 0\} \langle \bar{1}\ 1\ 1 \rangle$  (RIOS E PADILHA, 2007; BHADSHIA, 2001; BHADSHIA e HONEYCOMBE, 2011).

Se os planos e direções são aproximadamente paralelos, a relação é denominada de Kurdjumov–Sachs (RIOS E PADILHA, 2007):

$$\begin{aligned} \{111\}_{\gamma} \parallel \{011\}_{\alpha'} \\ \langle 10\bar{1} \rangle_{\gamma} \parallel \langle 11\bar{1} \rangle_{\alpha'} \end{aligned}$$

Esta relação de orientação se dá quando o plano de hábito é  $\{1\ 1\ 1\}_{\gamma}$  e persisti quando muda para  $\{2\ 2\ 5\}_{\gamma}$ . Porém se o plano de hábito é  $\{2\ 5\ 9\}_{\gamma}$ , a relação é denominada Greninger–Troiano e Nishiyama–Wasserman (RIOS E PADILHA, 2007):

$$\begin{aligned} \{111\}_{\gamma} \parallel \{011\}_{\alpha'} \\ \langle 10\bar{1} \rangle_{\gamma} \text{ sobre } 5,3^{\circ} \text{ de } \langle \bar{1}11 \rangle_{\alpha'} \text{ em direção } \langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle_{\alpha'} \text{ Nishiyama–Wasserman} \\ \{111\}_{\gamma} \text{ sobre } 0,2^{\circ} \text{ de } \{011\}_{\alpha'} , \\ \langle 10\bar{1} \rangle_{\gamma} \text{ sobre } 2,7^{\circ} \text{ de } \langle 11\bar{1} \rangle_{\alpha'} \text{ em direção } \langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle_{\alpha'} \text{ Greninger–Troiano.} \end{aligned}$$

### 2.3.2 FORMAÇÃO DA MARTENSITA

Nos aços inoxidáveis austeníticos (AIA's), a austenita é facilmente transformada em martensita através do processo de deformação plástica, esse fenômeno é conhecido como martensita induzida por deformação (MID). A transformação da austenita em martensita está relacionada com a instabilidade da austenita em temperaturas próximas ou abaixo da temperatura ambiente. A determinação do grau de transformação de austenita em martensita na microestrutura final é dependente da composição química, da temperatura de deformação plástica, da taxa de deformação, do estado de tensão e do tamanho de grão inicial da fase austenítica (REZAEI et al., 2011; REZAEI et al., 2013; HAMADA et al., 2013).

Como os AIAs possuem a austenita termodinamicamente metaestável a temperatura ambiente, a sua transformação se dá abaixo do  $M_{d30}$ , que é a temperatura onde ocorre a formação de 50% de martensita, com 30% de deformação verdadeira. A fração de volume de martensita transformada aumenta com aumento da deformação imposta, até atingir a saturação. Dois fatores são importantes para controlar a quantidade de martensita  $\alpha'$  e  $\epsilon$ : temperatura  $M_{d30}$  e energia de falha de empilhamento (PADILHA et al., 2003; HEDAYATI et al., 2010; REZAEI et al., 2011; REZAEI et al., 2013; BEHJATI et al., 2013).

Geralmente é mais comum determinar à temperatura  $M_{d30}$  já que a temperatura  $M_d$  é muito difícil de ser estimada. Uma fórmula empírica (EQ. 9) foi proposta por Angel com o intuito de descrever a tendência da transformação da austenita em martensita induzida por deformação. Posteriormente, considerando a contribuição do tamanho de grão, essa equação foi modificada por NOHARA que propôs a EQ. 10 (PADILHA et al., 2003; SOLOMON e SOLOMON, 2010; BEHJATI et al., 2013).

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

$$M_{d30}(^{\circ}\text{C}) = 551 - 452(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 29(\%Ni + \%Cu) - 18,5(\%Mo) - 68(\%Nb) - 1,42(\%TG - 8) \quad \text{EQ. 10}$$

A martensita induzida por deformação pode ocorrer em duas fases distintas: fase Épsilon ( $\epsilon$ ) e fase alfa ( $\alpha'$ ). A martensita  $\alpha'$  é cúbica de corpo centrado (CCC) e ferromagnética,

enquanto que a martensita  $\varepsilon$  é hexagonal e não é ferromagnética. A transformação pode acontecer de duas formas: de forma indireta  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ , onde  $\varepsilon$  é gerado a partir da austenita e então forma-se a martensita  $\alpha'$ , esta transformação ocasiona uma redução de volume em cerca de 0,81% e, de forma direta é  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , que é obtida através de reações de discordâncias, esta proporciona um aumento de cerca de 2,57% no volume. Nos estágios iniciais de deformação os feixes de falhas de empilhamento são observados nas bandas de cisalhamentos e ocorre o desenvolvimento das maclas de deformação. A formação da martensita se dá pela sobreposição das falhas de empilhamentos (PADILHA e RIOS 2002; PADILHA et al., 2003; KUMAR et al., 2011; HAMADA et al., 2013; BAGHBADORANI et al., 2015).

A nucleação ocorre em sítios gerados pela própria deformação plástica como mencionado, nas maclas de deformação, falhas de empilhamentos e bandas. Os locais de nucleação são geralmente agrupados nas bandas de cisalhamentos e acredita-se que ocorra nas interseções destas bandas. Quando deformada a MID fica comprimida e com isso aumenta a densidade de defeitos consideravelmente, o que proporciona inúmeros locais para a nucleação de novos grãos de austenita (PADILHA et al., 2003; HAMADA et al., 2013; BAGHBADORANI et al., 2015).

Segundo um estudo que avaliou a produção de grãos nano/ultrafinos do aço AISI 201L via tratamento termomecânico de reversão realizado por REZAEI et al., 2011(a), a martensita induzida por deformação aumenta com uma tendência quase linear até reduções de 25% de espessura e fica saturada para reduções de espessura superiores a 40%. FIG. 2.11 é possível perceber que a curva tem forma sigmodal, isso implica que nos estágios iniciais de laminação a frio, em vez de aumentar o teor de martensita  $\alpha'$ , novos sítios para MID são criados. Os autores citam também que as interseções das bandas de cisalhamento podem ser excelentes locais para nucleação. Tais locais estão na forma de maclas de deformação, ou feixes densos de falhas de empilhamento.

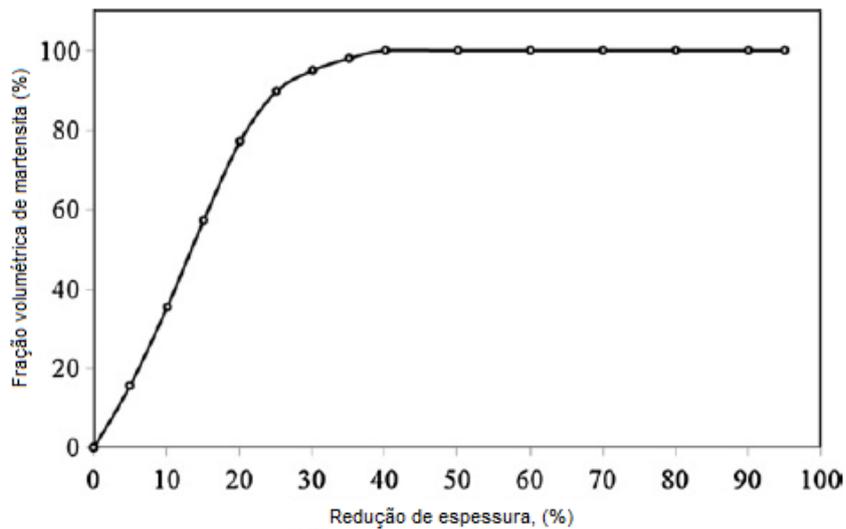


FIG. 2.11: O efeito de redução de espessura na fração de volume de MID(adaptado de REZAEI et al., 2011(a)).

### 2.3.3 INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO

A deformação plástica proporciona a atuação de diversos mecanismos de deformação, tais como, maclação, multiplicação de discordâncias, falhas de empilhamento, entre outros. A energia de falha de empilhamento é a energia associada à falha de empilhamento do material, que são imperfeições cristalinas introduzidas pelas movimentações das discordâncias parciais de Schockley (DIETER, 1988; LEE et al., 2010).

A EFE é um parâmetro fortemente influenciado pela temperatura e composição química e tem extrema importância na estabilidade da austenita. Ela influencia de forma significativa nas transformações martensíticas dos AIA's, uma vez que, pode interferir no tipo de mecanismo de deformação dominante, assim como, nas propriedades dos metais CFC. Materiais com baixa EFE, o mecanismo de deformação plástica pode mudar de deslizamento de discordâncias para maclas de deformação. Metais com energias abaixo dos 18 mJ/m<sup>2</sup> são caracterizados pelo aparecimento da martensita  $\epsilon$  durante a transformação, enquanto que a deformação por maclagem mecânica a faixa energética fica em torno de 18 a 45 mJ/m<sup>2</sup>, já para energias superiores a 45 mJ/m<sup>2</sup> o mecanismo de dominante é o movimento de discordâncias (ALLAIN et al. 2004; TALONEN e HANNINEN, 2007; TAVARES et al., 2009; GLAGE et al, 2010 ;SHEN et al., 2012; KISKO et al., 2013; ROA et al., 2015).

A energia de falha de empilhamento desempenha um papel fundamental na formação de subestruturas de deformação, assim como, na distribuição, na densidade de defeitos introduzidos na rede e na formação de martensita. Materiais com EFE baixa, como o aço 201 LN, dificultam o deslizamento cruzado de discordâncias, resultando em baixas movimentações destes defeitos, o que possibilita uma distribuição mais homogênea e com menor tendência a formação de células de discordâncias (YAN et al, 2012; ZHENG et al, 2015).

LIU e HANSEN (1998) e BAY et al. 1992 apresentaram um modelo descrevendo a evolução microestrutural de metais e ligas submetidos a DPS. Eles discorrem que subdivisão dos grãos de materiais com EFE alta a moderada, ocorre pela formação de blocos celulares separados por arranjos de discordâncias geometricamente necessários. No interior destas células existem regiões livres de discordâncias cercadas por contornos de baixo ângulo. À medida que se intensifica a deformação, mais comprimidos ficam os blocos celulares e maior será a densidade de discordância. Assim, ocorre o deslocamento destes defeitos de linhas para os limites das células que são transformados em contornos de alto ângulo. Esta sucessão de fatores tem sido frequentemente observada em materiais processados por ECAP e parece explicar o surgimento de grãos ultrafinos (PRADOS, SORDI e FERRANTE, 2013).

Através de algumas equações empíricas pode-se estimar a EFE, em função de elementos de ligas, oriundos da composição química dos principais aços inoxidáveis austeníticos. Contudo, estas equações são limitadas, em virtude do grande número de interações causadas pelas ações individuais dos diferentes elementos de ligas. As equações empíricas mostram a relação entre a composição química e a EFE, como por exemplo, a EQ. 11 proposta por Schramm e Reed, e a EQ. 12. sugerida por Brofman e Ansell, (TAVARES et al., 2009; HEDAYATI et al., 2010, HAMADA et al., 2013).

$$\text{EFE} = -53 + 6,2(\%Ni) + 0,7(\%Cr) + 3,2(\%Mn) + 9,3(\%Mo) \quad \text{EQ. 11}$$

$$\text{EFE} = 16,7 + 2,1(\%Ni) - 0,9(\%Cr) + 26(\%C) \quad \text{EQ. 12}$$

Segundo HAMADA et al., 2013, o baixo teor de carbono presente no aço 201 L resulta em um menor valor de EFE. A TAB. 2.3 relaciona EFE de dois aços AIA da série 200. Segundo alguns autores, a energia de falha de empilhamento dos aços inoxidáveis austeníticos é considerada baixa (LEE et al., 2010; KISKO et al., 2013).

TAB. 2.3: Valores de EFE dos AIA's 201 e 201L (Adaptado de HAMADA, et al., 2013).

Aço	Brofman e Ansell (J/mm <sup>2</sup> )	Pickering (J/mm <sup>2</sup> )
201	10,0	8,6
201L	9,95	3,7

## 2.4 EFEITO TRIP

A transformação induzida por plasticidade (efeito TRIP) é um fenômeno que ocorre quando a austenita metaestável transforma-se em martensita durante a deformação plástica. Esse fenômeno produz endurecimento por deformação o que impede surgimento de deformações localizadas, aumentando o alongamento uniforme e a taxa de encruamento (BHADESHIA, 2001).

O efeito TRIP é responsável pelo aumento significativo do alongamento total e, conseqüentemente, da ductilidade dos aços. A ductilidade uniforme acentuada dos aços TRIP é atribuída ao processo de acomodação plástica da vizinhança das placas de martensita (BHADESHIA, 2001).

Quando um aço austenítico é submetido a um trabalho a frio, pode ocorrer a transformação de fase induzida por deformação. Quando a diferença da energia livre não é suficiente para que ocorra a transformação espontânea da austenita, a martensita  $\alpha'$  pode ser formada com o aumento do  $\Delta G$  através da energia de deformação mecânica ( $\Delta G$  Mecânico). Também se torna claro que a força motriz para transformação diminui com o aumento da temperatura. FIG. 2.12 apresenta o gráfico de energia livre versus temperatura, com curvas de energia livre da austenita ( $\gamma$ ) e da martensita ( $\alpha'$ ) (ANDRADE-CAMPOS, 2010; KRUPP et al., 2010).

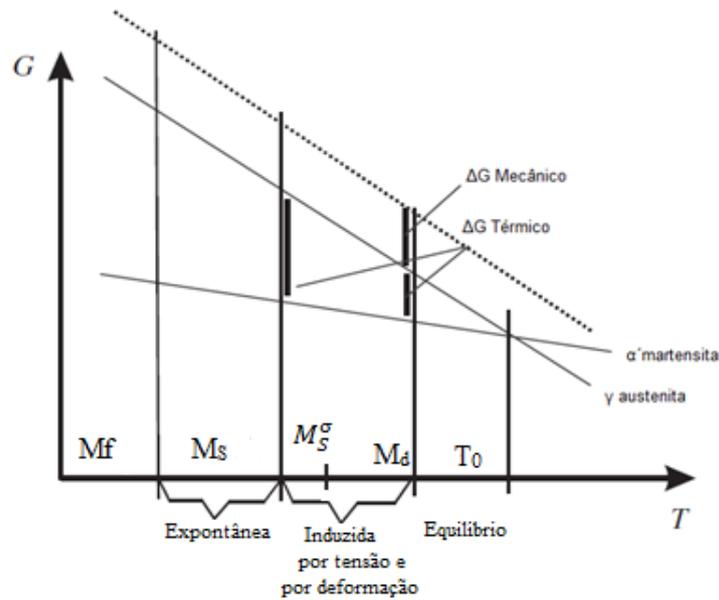


FIG. 2.12: Gráfico da variação da energia livre dividida em seus componentes térmico e mecânico em função da temperatura (adaptado de ANDRADE-CAMPOS, 2010).

O efeito TRIP leva à transformação da austenita (CFC – cúbica de face centrada) em martensita (CCC – cúbica de corpo centrado) a temperaturas próximas ou inferiores a ambiente. A transformação martensítica  $\gamma \rightarrow \alpha'$  é espontânea quando a temperatura é inferior a  $M_S$ , porém, quando o material é submetido a uma força mecânica externa, este poderá atingir a temperatura  $M_d$ . Características mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos são afetadas diretamente pelas transformações martensíticas induzidas por tensão e/ou por deformação na faixa de temperaturas entre  $M_S$  e  $M_d$  (ANDRADE-CAMPOS, 2010; KRUPP et al., 2010)

## 2.5 MECANISMO DE REVERSÃO DA MARTENSITA

O processo de reversão ocorre em temperaturas mais baixas e em tempos mais curtos do que o necessário para que ocorra a recristalização do material deformado, entretanto a temperatura para reverter completamente a martensita pode sobrepor-se a de recristalização. No entanto, a cinética de reversão é muito mais rápida e em apenas 5 minutos a  $750^\circ\text{C}$ , em um AIA a martensita  $\alpha'$  pode ser totalmente transformada em austenita (HAEBNER, et al., 2003). A faixa de temperatura para transformação reversa da martensita ( $\epsilon$ )  $\rightarrow$  austenita ( $\gamma$ )

corresponde de 150 ° a 400 °C, já para  $\alpha' \rightarrow \gamma$  corresponde de 400 °C a 850 °C (GUY et al., 1983; CIOS et al., 2017).

Durante o processo de recozimento a martensita induzida por deformação é revertida em austenita através do mecanismo de cisalhamento ou difusional em função da temperatura de tratamento térmico como pode ser observado na FIG. 2.13 (TOMIMURA, 1991; BAGHBADORANI et al., 2015).

O mecanismo de difusão é caracterizado por: grande faixa de temperatura para reversão da martensita em austenita; formação de grãos austeníticos livres de defeitos e distribuição de tamanho de grão grande. Já para o mecanismo de cisalhamento, os diferentes estágios são: transformação da MID em ripas de austenita; formação de estrutura de células de discordâncias e transformação para recuperar a estrutura da austenita com subgrãos livres de defeitos e coalescência de subgrãos para formar grãos nano (GN) concomitante com grãos ultrafinos (GUF) com uma estrutura completamente recristalizada (TOMIMURA, et al, 1991; BAGHBADORANI, 2015).

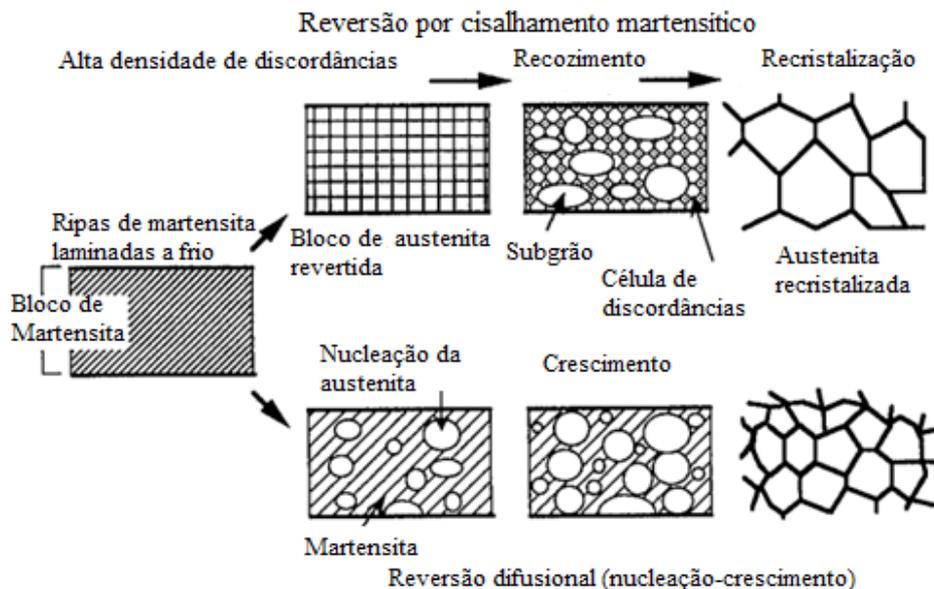


FIG. 2.13: Ilustração esquemática dos dois tipos de mecanismo de reversão e subsequente refinamento de grão (Adaptado de TOMIMURA, et al, 1991).

A cinética de transformação de reversão por cisalhamento depende da força motriz química (composição) e da temperatura de recozimento. Enquanto que, a cinética de transformação da reversão difusional é fortemente dependente do grau de deformação,

consequentemente da força motriz mecânica (TOMIMURA, et al, 1991, BEHJATI, et al, 2016).

A laminação, por exemplo, proporciona grande influência na microestrutura do material, uma vez que, a austenita nucleia formando martensita nas fronteiras de grãos e o tamanho de grão aumenta quando aquecido por períodos longos de recozimento. A morfologia final da austenita será dependente da forma inicial dos grãos da martensita. Caso a estrutura da martensita laminada a frio é do tipo ripas, a fase de austenita nucleia nos limites e interseções das ripas e cresce a partir destes sítios na forma de placas finas, resultando na formação de ripas e blocos de austenita. Entretanto, se a estrutura da martensita é formada por célula de discordâncias, grãos de austenita equiaxiais nucleiam nos contornos de grãos da martensita, o que resulta na formação de grãos finos de austenita (TOMIMURA, et al, 1991; RAJASEKHARA e FERREIRA, 2011; BEHJATI, P. et al, 2016).

Outra ilustração esquemática de MISRA e colaboradores (2010), oriunda de um estudo em um aço 301LN com reversão por processos difusionais, na FIG. 2.14 é mostrado que um pacote de ripas com orientação diferente é referido como bloco de martensita. Ao aumentar o grau de deformação a frio, a largura das ripas de martensita e o tamanho dos blocos diminuem, em virtude da fragmentação das estruturas das ripas refinadas, antes disso são formadas células de discordâncias. Isto é um pré-requisito para obter uma estrutura de grãos nano ou ultrafinos, através do recozimento de reversão.

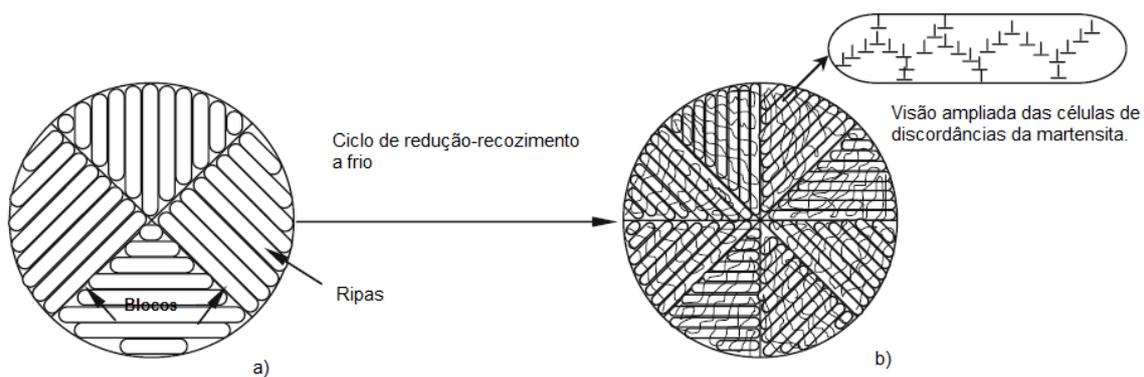


FIG. 2.14: Ilustração esquemática mostrando refinamento da martensita durante a deformação a frio severa: a) estrutura refinada de e b) estrutura de células de discordâncias martensita (Adaptado de MISRA et al, 2010).

O aumento do percentual de deformação a frio provoca mudanças na morfologia da martensita, o que sugere que as distorções cristalográficas que ocorre durante a deformação

devem ser facilitadas pelas bandas de deslizamentos que são estimuladas pelo percentual de redução e que conduz a transformação da morfologia da martensita de ripas para células de discordâncias (MIRSA et al. 2010; TAKAKI et al., 1994).

Segundo alguns autores, com cerca de 50% de redução a frio a estrutura da martensita formada são blocos de ripas. Com aumento da deformação ocorre à transformação da martensita na forma de ripas para células de discordâncias e com, aproximadamente, 90% de redução a frio ocorre à mudança completa da estrutura. Como mencionado, isso é facilitado pela formação de bandas de deslizamentos. A fração em volume da martensita na forma de células de discordância dependerá da quantidade de deformação imposta no material. A presença de uma estrutura martensítica celular de discordâncias favorece a obtenção de uma estrutura austenítica revertida ultrafina e, conseqüentemente, uma ótima combinação de resistência mecânica e alta ductilidade (MIRSA et al. 2010. TAKAKI et al., 1994).

### **3. ESTADO DA ARTE**

#### **3.1 EFEITO DO ECAP NO REFINO DE GRÃO**

Materiais com grãos ultrafinos (GUF - 100 nm a 1000 nm) ou na escala nanométrica (GN - inferior a 100 nm) apresentam propriedades físicas e mecânicas únicas quando comparados com materiais homólogos de grãos grosseiros. Os processos de DPS são métodos eficazes para produzir estruturas com GUF ou GN sem que ocorra a inserção de porosidade ou impurezas. Vários estudos já foram realizados e relataram a eficiência no refino da granulometria do material assim como as melhoras significativas das propriedades (MENDES FILHO et al., 2011, SORDI et al., 2012).

Um trabalho desenvolvido por ZHENG et al. 2015, descreveu através de um método híbrido de refino da microestrutura composto pelo mecanismo de subdivisão de discordâncias, bem como o mecanismo de fragmentação de maclas em um aço 304 SS submetido a DPS por ECAP, como mostrado na FIG. 3.1.

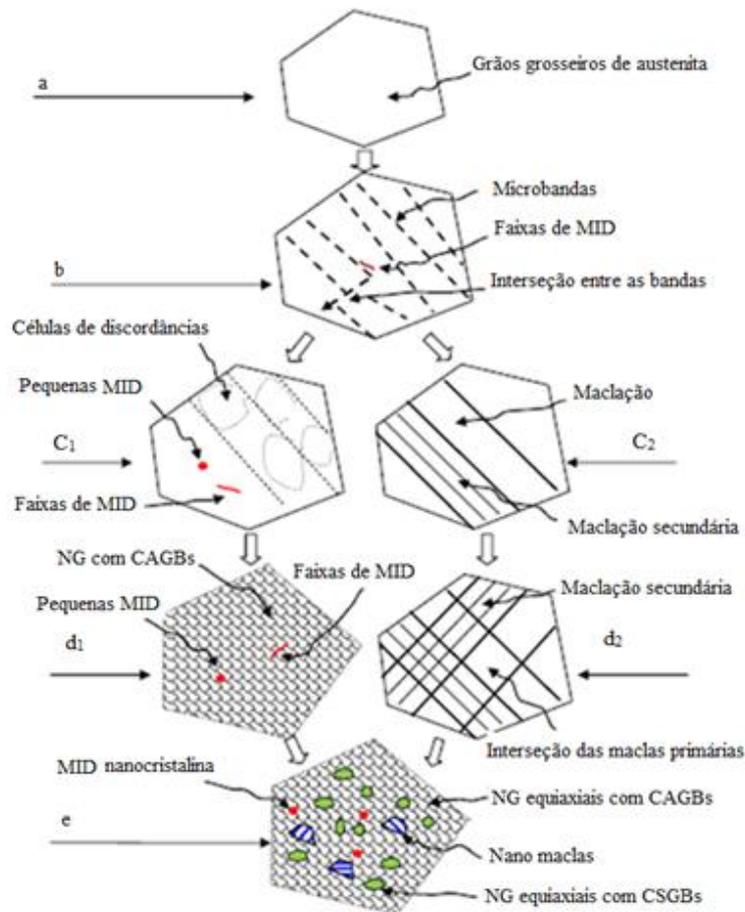


FIG. 3.1: Esquema de evolução microestrutural em um aço austenítico 304 SS processado por ECAP a 500 ° (Adaptado de ZHENG et al. 2015).

Na FIG. 3.1(a) sugere-se o material como recebido, longe de qualquer deformação. Já em (b) o material foi submetido a um passe no ECAP, os grãos foram subdivididos em várias lamelas com dimensões entre 80 e 500 nm e largura de 10 a 80  $\mu\text{m}$ . Maclas de deformação não foram observadas durante esse primeiro passe uma vez que para que ocorra a formação das mesmas, se faz necessário existir uma densidade de discordâncias crítica, e acredita-se que após o primeiro passe em ECAP a densidade de discordância foi inferior ao valor crítico. Isso pode ter ocorrido devido a elevada temperatura de processamento 500°C.

Após o segundo passe, as bandas alongadas produzidas no primeiro passe foram cortadas no comprimento enquanto que a largura das bandas não muda. A FIG. 3.1 (C<sub>1</sub>) ocorre após 3 passes, onde é possível notar a formação de uma estrutura de células de discordâncias. Essas células tiveram dimensões variando de 80 a 400 nm foram formadas. Concomitantemente, as maclas de deformação e as secundárias foram amplamente observadas na matriz austenítica tanto nas amostras com 2 e 3 passes. A FIG. 3.1 (C<sub>2</sub>) é caracterizada por fragmentos finos de

maclas lamelares. Ao atingir cerca de 4 a 6 passes, subgrãos de baixo ângulo foram evoluindo para nano grãos de alto ângulo. Com isso dois tipos de nano grãos são formados; formado a partir de células de discordâncias (FIG. 3.1 (d<sub>1</sub>)); e pelas intersecções das maclas primárias (FIG. 3.1 (d<sub>2</sub>)).

Finalmente, depois do oitavo passe, a microestrutura apresenta-se uniforme (FIG. 3.1 (e)) composta de nano grãos equiaxiais com contornos de grãos curvos (CAGBs, indicado pelos polígonos pretos) que evoluiu a partir do modelo de discordâncias e os nano grãos equiaxiais com contornos suaves (CSGBs, indicado pelos polígonos verdes) produzidos a partir das intersecções das maclas primárias. Além disso, ocorre a formação de algumas lamelas de nano maclas, evoluíram do entrelaçamento de maclas secundárias no interior das primárias (indicado pelas linhas paralelas azuis).

Os autores observaram ainda que o volume de martensita induzida por deformação entre o primeiro e o oitavo passe, praticamente se manteve constante em 10% (V/V), volume muito menor quando comparado com outros trabalhos citados na literatura. Isso foi evidenciado, através do ensaio de difração de raios-X (DRX). Ao analisar os difratogramas da amostra como recebida e com 1, 4 e 8 passes no ECAP (FIG. 3.2), é possível perceber o desenvolvimento da martensita durante o processo. Segundo os autores, o baixo teor de MID pode ser atribuído à elevada temperatura de prensagem (500°C) e/ou em virtude da usinagem das amostras após cada passe. Outro fato importante citado pelos autores foi que a transformação ocorreu de forma direta, ou seja,  $\gamma \rightarrow \alpha'$ .

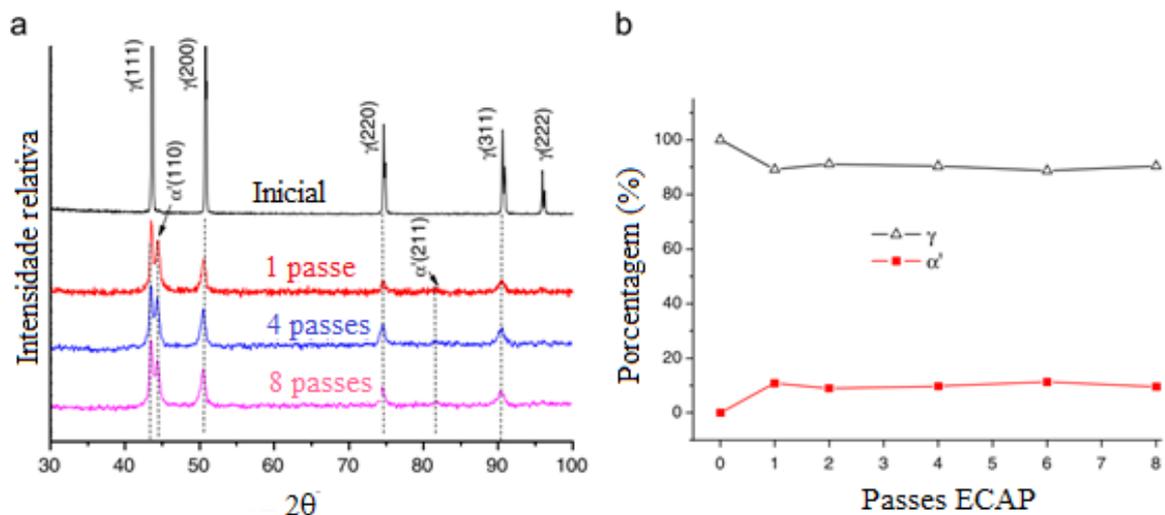


FIG. 3.2: Perfis de DR-X para a amostra inicial e com passes de ECAP; e (b) volume de fração de  $\gamma$  e  $\alpha'$  vs passes de ECAP (Adaptado de ZHENG et al. 2015).

Segundo ZHENG e coautores (2015), nos materiais com baixa energia de falha de empilhamento, o principal mecanismo de refino de grão é a maclação, já que as interações e movimentação das discordâncias são bloqueadas. Já para materiais como EFE média, as interações das células de discordâncias são dificultadas, assim o mecanismo de refino de grão acontece na forma de deslizamento cruzado de discordâncias e em algum momento do processo é acompanhado pelo mecanismo de maclação mecânica. Para materiais com alta EFE, as atividades das discordâncias dominam totalmente o refinamento de grão durante o processo e, portanto, o mecanismo se dá pela interação das discordâncias.

### 3.2 PROPRIEDADES OBTIDAS PELO ECAP

DE VINCENTIS e colaboradores (2015) publicaram um artigo sobre caracterização da microestrutura de um aço austenítico F138 com baixa EFE, que foi submetido à DPS via ECAP. Foram realizados 4 passes, a temperatura ambiente (TA) e a 300°C. Após os ensaios, os autores obtiveram melhoras nas propriedades mecânicas, conforme pode ser observado na TAB. 3.1 e FIG. 3.3.

TAB. 3.1: Dureza e propriedades mecânicas das amostras do F138 (Adaptado de DE VINCENTIS et al., 2015).

Deformação	$\sigma_e$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_t$ (%)	$\epsilon_u$ (%)	HV
Como recebida	374	640	60	23	130
1 passe	889	907	36	2,8	321
2 passes	1055	1108	28	2,8	339
4 passes	1140	1340	26	3,5	473
1 passe a 300 °C	620	740	60	3,0	270
4 passes a 300 °C	915	1020	40	2,4	330

Onde:  $\sigma_e$ : limite de escoamento;  $\sigma_u$ : tensão de ruptura;  $\epsilon_t$ : Alongamento total;

$\epsilon_u$ : Alongamento uniforme; HV: Dureza Vickers.

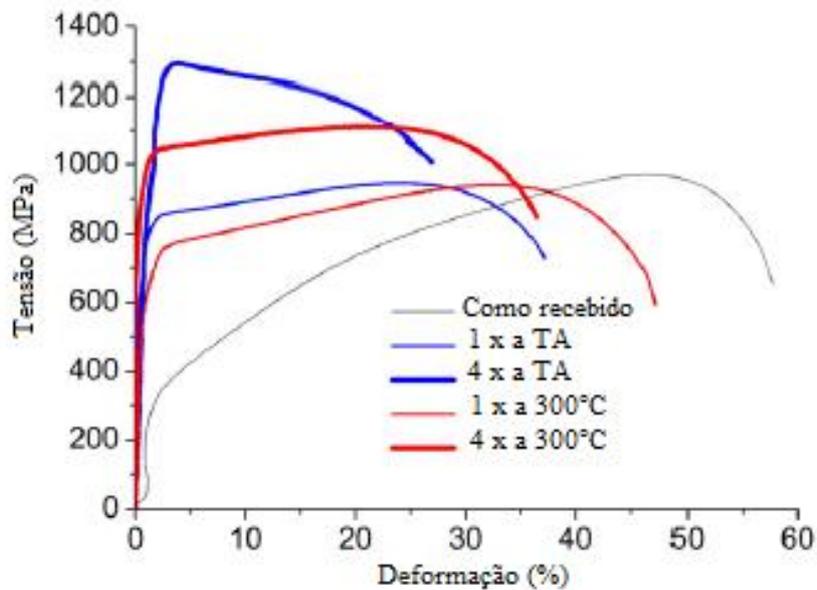


FIG. 3.3: Curva de tensão vs. deformação (Adaptado de DE VINCENTIS et al., 2015).

Como é possível perceber após cada passe a TA tanto o limite de escoamento quanto a dureza do material aumentaram, porém ambos os parâmetros diminuíram com o aumento da temperatura. Com relação ao alongamento total ocorre uma diminuição gradativa a cada passe a TA. Já para 300°C com 1 passe, o alongamento se mantém igual ao recebido, já com 4 passes cai para 40%.

Os aços austeníticos da série 300 são bem conhecidos por sua excelente ductilidade e por possuir pequeno alongamento até a estrição. O endurecimento significativo após o ECAP está emparelhado por uma perda significativa da ductilidade como é comumente observado em metais processados por DPS. Ueno e colaboradores (2011) processaram o aço inox 316L por ECAP em diferentes temperaturas (250, 150, 80, 50, e 0 °C) via rota Bc com o objetivo de estudar a combinação "resistência-ductilidade" através da nano-estruturação desse aço. As curvas de tensão-deformação a 150 °C estão apresentadas na FIG. 3.4. Na TAB. 3.2 são mostradas as propriedades mecânicas alcançadas na mesma temperatura de processo.

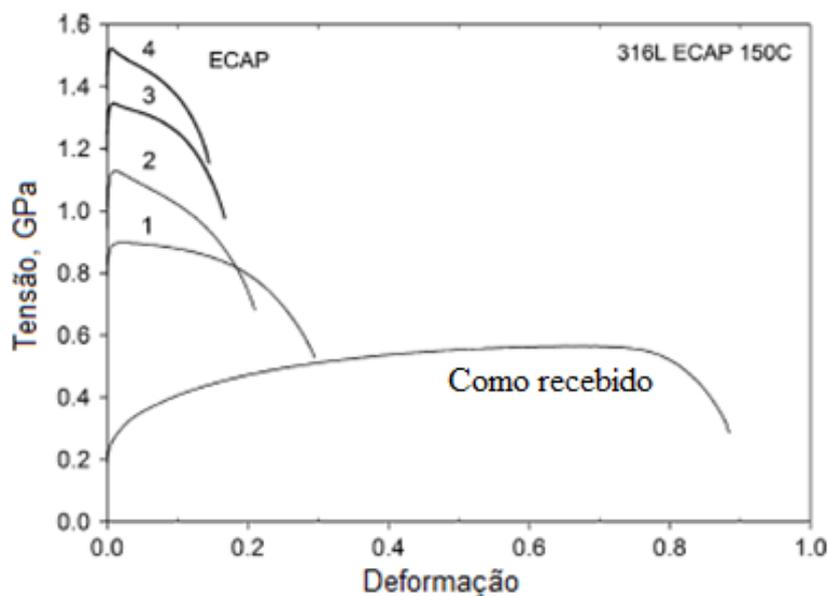


FIG. 3.4: Curvas de tensão deformação para o aço inoxidável 316L após ECAP a 150 °C (Adaptado de UENO et al., 2011).

Através da FIG. 3.4 pode ser observado que, ocorre um endurecimento significativo após o ECAP, porém ele é acompanhado por uma perda relevante na ductilidade. O alongamento até a ruptura reduz de aproximadamente 90%, para a amostra como recebida, para 30% após o primeiro passe e para 17% após o quarto.

TAB. 3.2: Propriedades mecânicas para o aço inoxidável 316L após ECAP a 150 °C (Adaptado de Ueno et al., 2011).

Amostra	$\sigma_{e 02}$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	$\epsilon_u$	$\epsilon_b$
Como recebida	220	560	0,75	0,88
1 passe ECAP	850	900	0,05	0,30
2 passes ECAP	1040	1120	0,05	0,20
3 passes ECAP	1300	1440	0,05	0,18
4 passes ECAP	1480	1560	0,05	0,17

$\sigma_{02}$ , tensão de escoamento –  $\sigma_{UTS}$ , resistência a tração –  $\epsilon_u$ , alongamento uniforme –  $\epsilon_b$ , alongamento na ruptura

Segundo UENO et al., 2011 as propriedades mecânicas, tais como resistência e alongamento uniforme, podem ser melhoradas consideravelmente na pós DPS através do

tratamento termomecânico. O efeito positivo do recozimento está associado com o relaxamento das tensões internas, a otimização da estrutura dos contornos de grão e recuperação parcial de discordâncias introduzidas durante a DPS.

HUANG et al. 2011 utilizaram a técnica de deformação plástica severa (ECAP) para refinar a microestrutura de um aço inox austenítico AISI 301, através de quatro passes via rota B<sub>C</sub> a 230 °C, com posterior tratamento térmico de recozimento na faixa de 580 °C a 620 °C por 60 minutos. As propriedades encontradas nesse trabalho estão listadas na TAB. 3.3.

TAB. 3.3: Propriedades mecânicas do aço inoxidável 301 com grãos ultrafinos a TA  
(Adaptado de HUANG et al. 2011).

T (°C)	d (µm)	$\sigma_{Lys}$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	$\epsilon_{unif}$ (pct)	$\epsilon_{Tot}$ (pct)	$f_{\alpha'}$ (pct)
580	0,212	1137	1227	25	33,5	73,7
600	0,268	1068	1180	26,5	36	67,4
620	0,310	1006	1175	28,5	39	68,8
Inicial	84		710	56,0	70,5	38,5

T, temperatura de recozimento; d, tamanho médio de grão;  $\sigma_{Lys}$ : menor tensão de escoamento;  $\sigma_{UTS}$ , deformação à tração;  $\epsilon_{unif}$ , alongamento uniforme;  $\epsilon_{Tot}$ , alongamento à ruptura;  $f_{\alpha'}$ , fração de volume de MID.

A microestrutura foi refinada com sucesso, através do ECAP, pela ativação dos mecanismos de deformação como maclagem, fragmentação das maclas lamelares e formação de martensita induzida por deformação. Após o tratamento de recozimento foram obtidas microestruturas totalmente austeníticas com tamanho de grão de 210 a 310 nm e as amostras exibiram excelentes combinações de limite de escoamento (> 1 GPa) e alongamento total (>30%). Eles verificaram também que a relação entre o limite de escoamento e tamanho de grão segue Hall-Petch, que produziu uma inclinação de cerca de 452 MPa/µm<sup>1/2</sup>.

### 3.3 TEMPERATURA DE PROCESSAMENTO

O efeito da temperatura foi investigado por HAMADA e coautores (2013) com intuito de analisar os diferentes mecanismos de deformação que controlam as propriedades mecânicas dos AIA's 201 (FIG. 3.5) e 201L (FIG. 3.6). Neste trabalho foram realizados ensaios de tração a quente e análise da microestrutura. Os testes de tração foram realizados em duas taxas de deformação diferentes,  $5 \times 10^{-4}$  e  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , na faixa de temperaturas de  $-80 \text{ }^\circ\text{C}$  a  $200 \text{ }^\circ\text{C}$

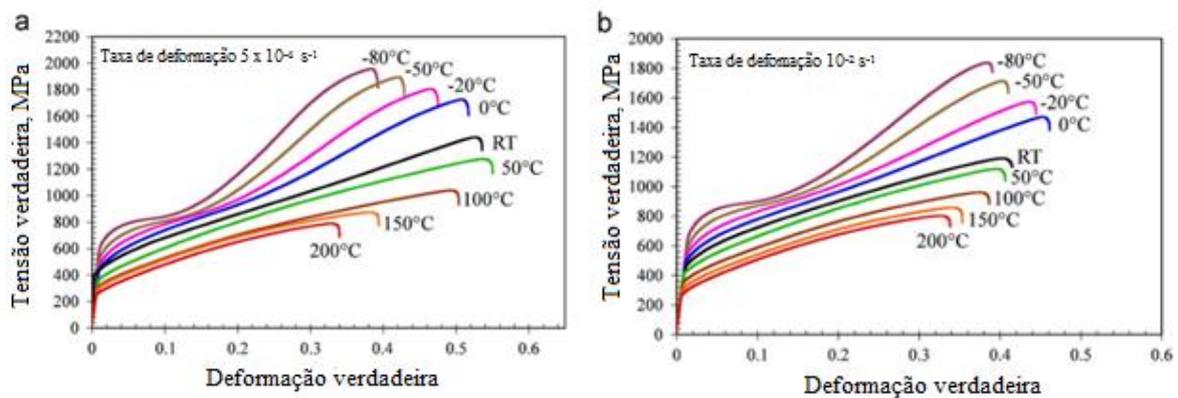


FIG. 3.5: Curvas de tensão x deformação verdadeiras para o aço 201 para várias temperaturas. (a)  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  e (b)  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (Adaptado de HAMADA et al., 2013).

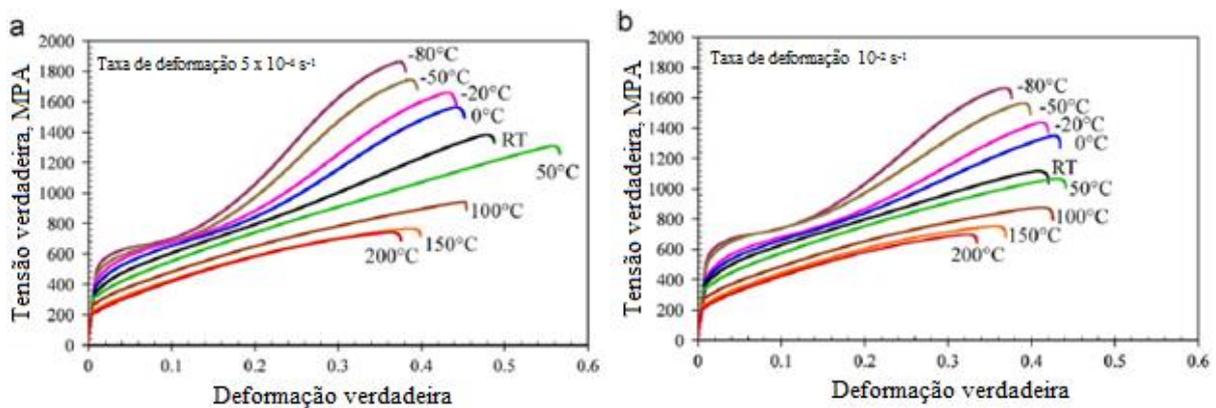


FIG. 3.6: Curvas de tensão x deformação verdadeiras para o aço 201L para várias temperaturas. (a)  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  e (b)  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (Adaptado de HAMADA et al., 2013).

As curvas de tração mostraram que as propriedades de fluxo e taxa de encruamento são afetadas diretamente pela temperatura e pela taxa de deformação. Os aços mostraram intensa

formação de martensita  $\alpha'$  induzida por deformação na faixa de temperatura de  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  até à temperatura ambiente. Por conseguinte, tanto o encruamento e resistência à tração estão relacionados com a fração de martensita  $\alpha'$  formada. A transformação da austenita em martensita induzida por deformação (Efeito TRIP) é o mecanismo dominante a temperaturas inferiores à temperatura ambiente. Alongamentos com cerca de 70% são conseguidas em temperaturas intermediárias cerca de  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  e taxa de deformação mais baixa de  $5\text{ }10^{-4}\text{ s}^{-1}$ . Nesta faixa, a fração martensita  $\alpha'$  é baixa, mas a maclação mecânica é evidente. Observaram também que de  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  até  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a deformação plástica foi controlada por maclação mecânica e deslizamento de discordâncias.

HUANG e colaboradores (2008) realizaram um estudo em que um aço inox 304 L foi processado com sucesso por ECAP na faixa de temperaturas de  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , com intuito de investigar o efeito da temperatura de processamento sobre as microestruturas formadas. Na FIG. 3.7 é mostrada microestruturas obtidas via microscopia óptica, típicas de aços inoxidáveis austeníticos processados por ECAP em temperaturas distintas. A microestrutura apresentada na FIG. 3.7 (a-d) consiste em grãos severamente alongados, que apresenta elevada densidade de lamelas no interior de alguns grãos. Na FIG. 3.7 (b), as setas brancas indicam várias lamelas finas paralelas. Os autores relataram que estruturas de deformação semelhantes também foram observadas em aços austeníticos e são definidas como maclas de deformação. Com o incremento da temperatura, a microestrutura foi caracterizada da seguinte forma (FIG. 3.7 (e-f)): formação de grãos do tipo equiaxiais e a densidade de lamelas no interior do grão diminuíram consideravelmente. Na FIG. 3.7 (g) com uma imagem ampliada, os autores mostram que os grãos estão quase livres de lamelas. As características citadas demonstraram que maclas de deformação não prevalecem a elevadas temperaturas.

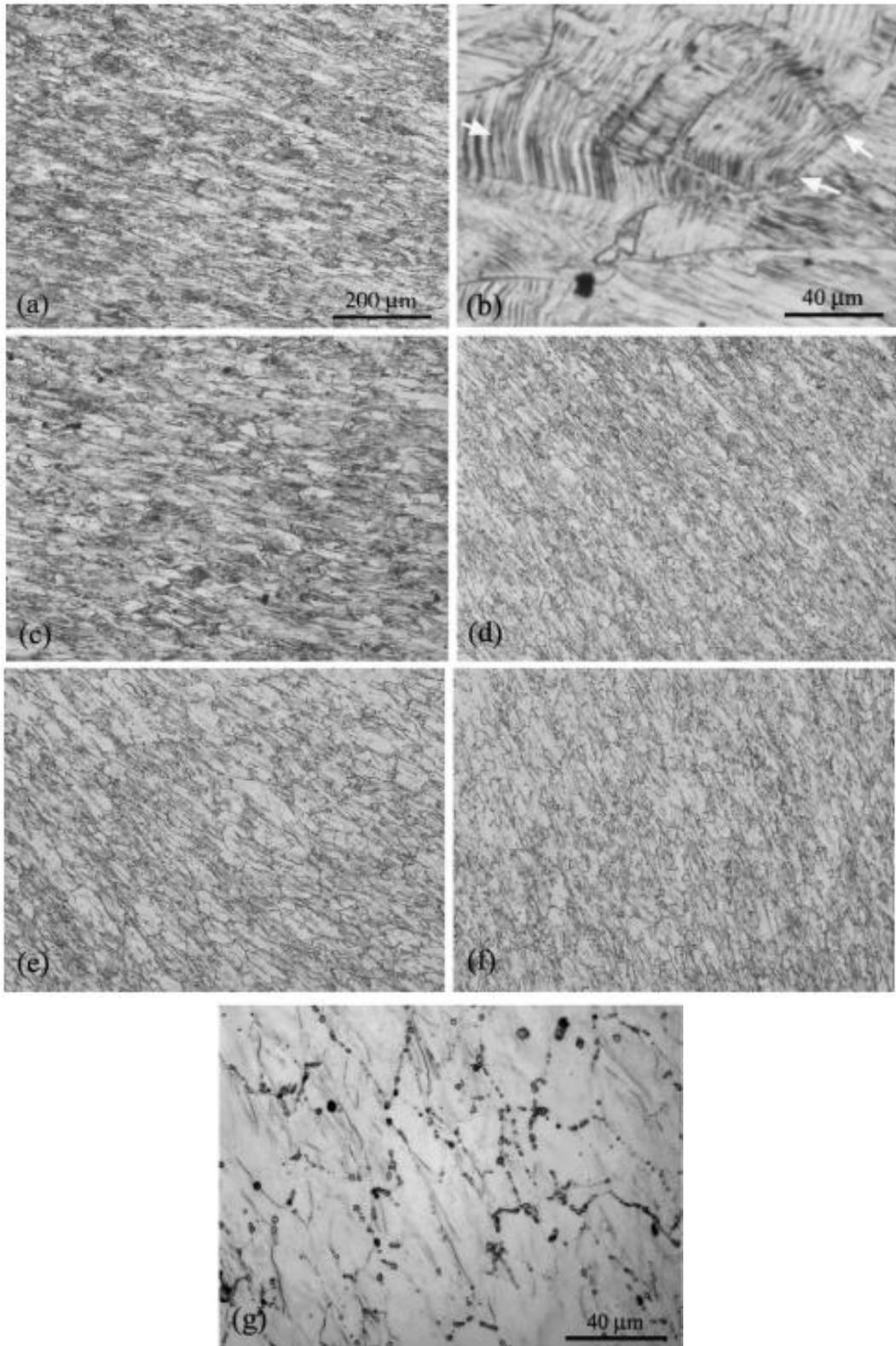


FIG. 3.7: Microestruturas ópticas das amostras processadas a: (a e b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C, (e) e 800 °C (f e g) 900 °C, respectivamente. As setas em (b) indicam maclas lamelares (Adaptado de HUANG et al., 2008).

Após a realização dos passes em elevadas temperaturas, constataram que abaixo de 700 °C as microestruturas foram caracterizadas por estruturas lamelares e por feixes de maclas de deformação. Esta estrutura apresentou boa resistência à tração, mas baixo alongamento até a falha. Com o incremento da temperatura de processamento, passou a agir a recuperação dinâmica e estática e, mais subgrãos equiaxiais com baixa densidade de discordâncias foram obtidos juntamente com a formação selecionada de bandas de maclas individuais em alguns grãos.

Um estudo realizado em um aço TWIP (*Twinning induced plasticity* - Plasticidade induzida por maclação) teve como objetivo investigar os mecanismos de deformação em função dos parâmetros de processamento e tensão acumulada via ECAP a elevadas temperaturas 200 °C, 300 °C e 400 °C. Os pesquisadores TIMOKHINA, MEDVEDEV e LAPOVOK (2014) concluíram após dois passes em 400 °C e 300 °C que a melhor combinação entre ductilidade e resistência foi de 24% e 1702 MPa (FIG. 3.8).

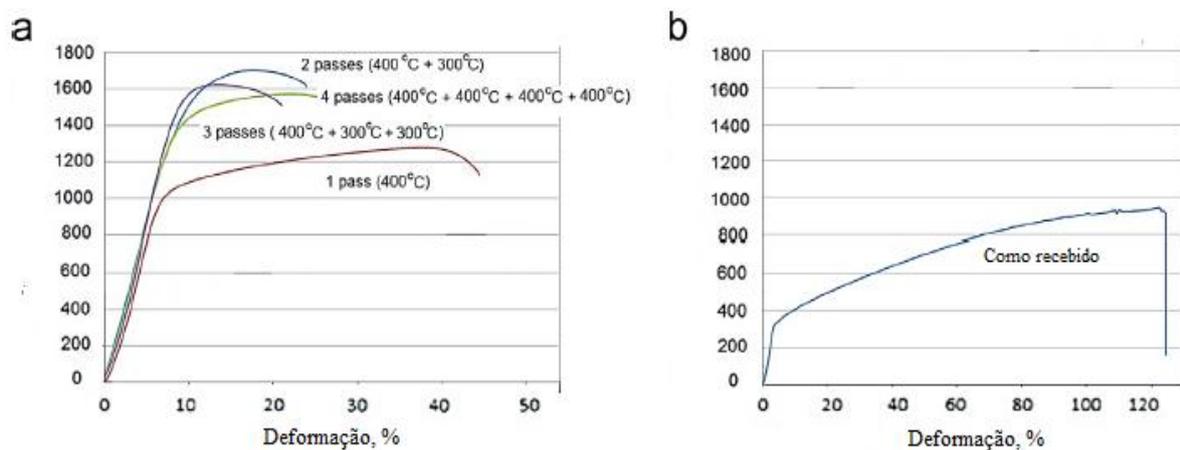


FIG. 3.8: Curva de tensão x deformação de engenharia para amostras processadas por ECAP em (a) e amostras como recebido em (b) (Adaptado de TIMOKHINA, MEDVEDEV e LAPOVOK, 2014).

Os resultados mostraram que não existe uma competição entre o efeito da temperatura, do tamanho de grão e da tensão acumulada. Em função das várias programações realizadas no ECAP, algumas subestruturas de discordâncias foram formadas tais como: células de discordâncias; microbandas paralelas; subgrãos; falhas de empilhamentos, entre outras. Foi observada também a formação de maclas a 400 °C. Além disso, ocorreu o desenvolvimento

de nano maclas no interior das micro-maclas. Por fim, foi identificada a relação direta entre o desenvolvimento de subestrutura de discordâncias após diferentes rotas no ECAP.

### 3.4 TRATAMENTO TERMOMECÂNICO DE REVERSÃO

Como reportado, o procedimento complementar para fabricar grãos ultrafinos de austenita revertida em um aço inoxidável austenítico AISI 201LN é reconhecido na literatura como tratamento termomecânico de reversão. Este processo envolve a deformação plástica do material (via forjamento rotativo, laminação a frio convencional, laminação assimétrica, dentre outros processos), que tem como finalidade induzir a transformação da martensita (MID), seguido pelo tratamento térmico de recozimento, que objetiva a reversão da martensita em austenita.

Um trabalho recente desenvolvido por MALLICK e coautores (2017) estudou a evolução da microestrutura de um aço inoxidável austenítico 304 (SS), submetido ao tratamento térmico de reversão da martensita em amostras deformadas a frio. As amostras foram submetidas ao tratamento de solubilização a 1040 °C por 40 min e foram laminadas em temperaturas criogênicas de 0 °C e a -196 °C. O tratamento térmico para reversão da martensita foi realizado nas temperaturas de 300 °C e 725 °C durante 1h.

Tem-se na FIG. 3.9 as micrografias do material deformado. Para a FIG. 3.9 (a) com 40% de deformação a 0 °C (40ZCD), os autores observaram a presença de maclas de deformação e a formação de martensita  $\alpha'$ . Já para as FIG. 3.9 (b) e (c), com 10% (10LND) e 20% (20LND) de deformação a -196 °C, respectivamente, observou-se a existência de martensita  $\alpha'$ ,  $\epsilon$ -martensita e maclas de deformação. Para a amostra submetida a uma pré-deformação de 20% e 30h a -196 °C (20PS-30LNQ) notou-se a coexistência de martensita  $\alpha'$  e grãos austeníticos deformado.

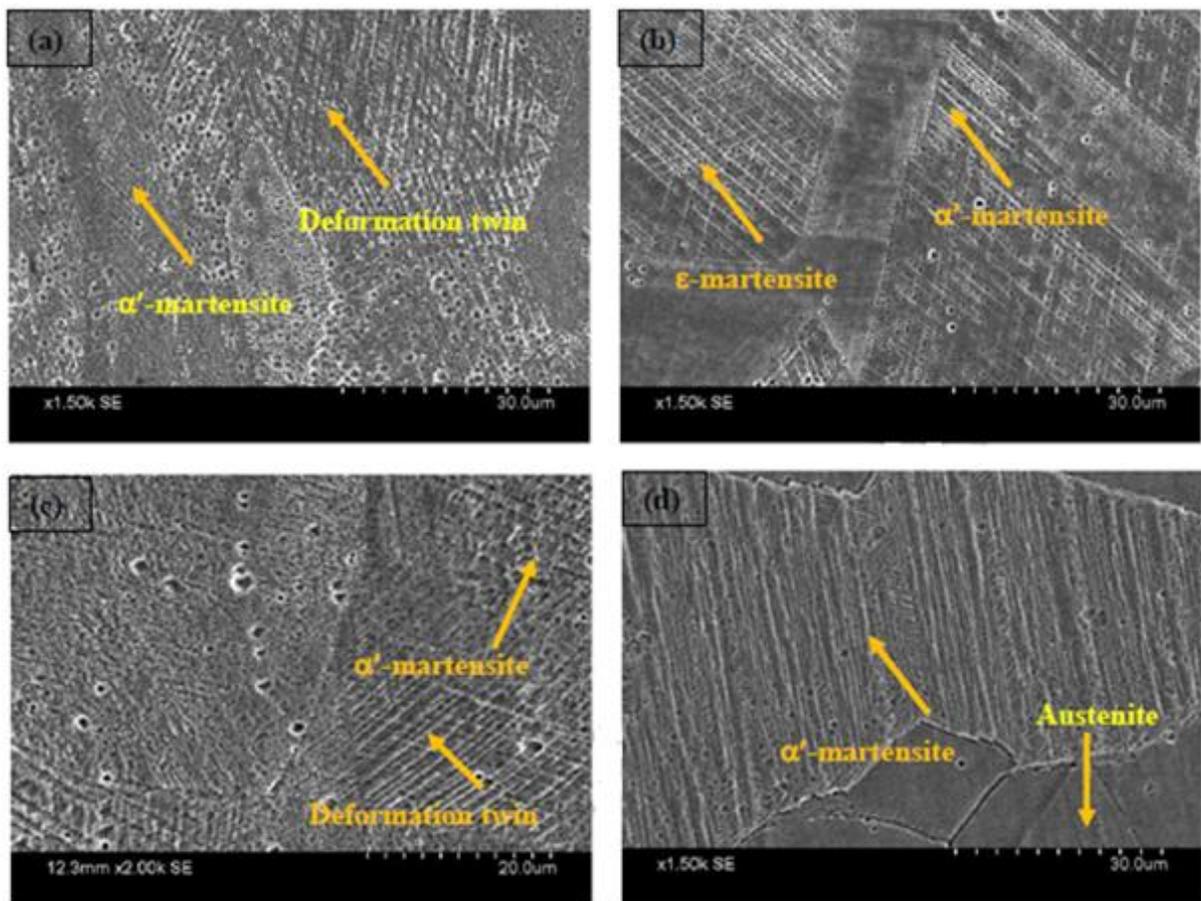


FIG. 3.9: Micrografias das amostras (a) 40ZCD, (b) 10LND, (c) 20LND and (d) 20PS-30LNQ (Adaptado de MALLICK et al, 2017).

Segundos os autores, a temperatura de 300 °C foi escolhida com intuito de reduzir a tensão residual armazenada, pois isso ajuda a recuperar a ductilidade que havia sido comprometida na deformação criogênica. Nota-se na FIG. 3.10 que ocorre o surgimento de evidências de algumas estruturas de reversão, ou seja, na FIG. 3.10 (a) e (c) os autores notaram a presença de grãos austeníticos revertidos. Também são vistas na microestrutura, maclas de deformação e martensita induzida por deformação. Logo a reversão nessa temperatura (300 °C), proporciona a reversão em austenita de cerca de 3% a 4% e o mecanismo dominante nessa faixa de temperatura foi através do cisalhamento.

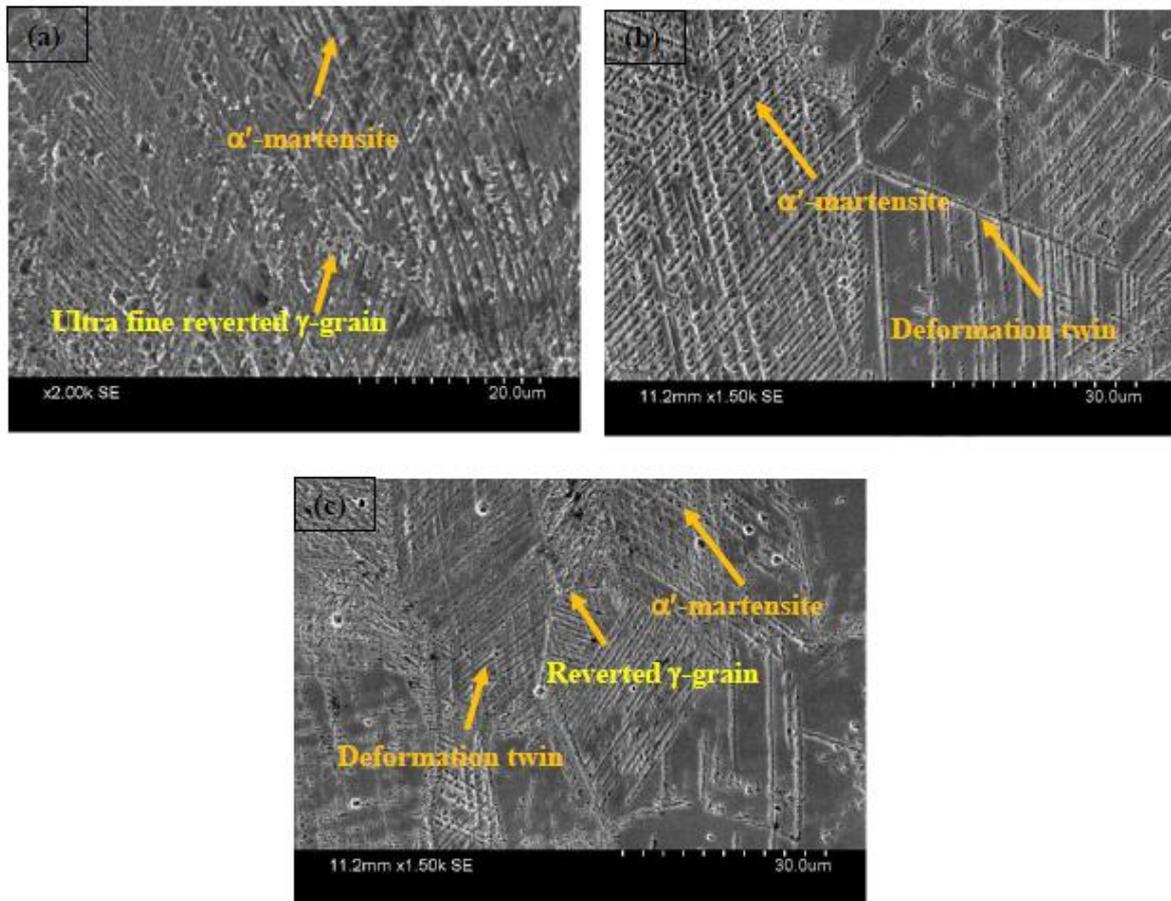


FIG. 3.10: Micrografias das amostras (a) 40ZCD, (b) 10LND e (c) 20LND submetidas ao tratamento 300 °C por 1h (Adaptado de MALLICK et al, 2017).

Na FIG. 3.11 apresenta o material tratado a 725 °C por 1h. As microestruturas revelam a presença de grãos austeníticos revertidos e grãos finos recristalizados com a coexistência de martensita  $\alpha'$  não transformada. Segundo os autores, a austenita aparece como uma estrutura sub-granular recuperada ou combinada com novos grãos, recristalizada e sem defeitos.

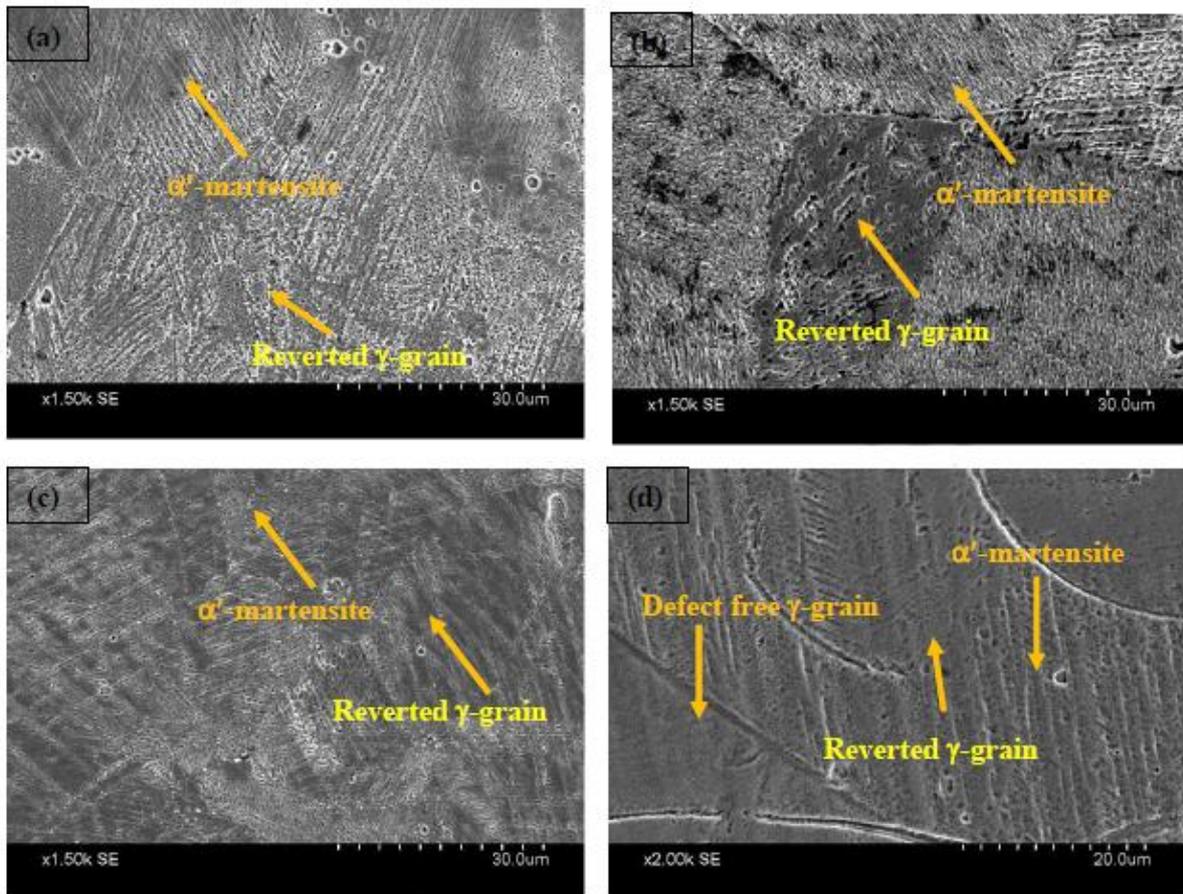


FIG. 3.11: Micrografias das amostras (a) 40ZCD, (b) 10LND, (c) 20LND and (d) 20PS-30LNQ submetidas ao tratamento 725 °C por 1h (Adaptado de MALLICK et al, 2017).

Os autores concluíram que o tratamento térmico a 725 °C por 1h reverteu uma quantidade de 12 a 35% em austenita. Já o tratamento térmico a 300 °C por 1h, a percentual revertido foi de 10%. O mecanismo de reversão dominante a partir da temperatura de 725 °C foi caracterizado como difusional.

Através das micrografias obtidas via microscopia óptica obtida por REZAEI e colaboradores (2013), é possível perceber a evolução da fase martensita  $\alpha'$  com o avanço da deformação por laminação a frio. Uma amostra de aço inoxidável austenítico 201, no estado inicial sem redução a frio e com tamanho de grão médio de 27  $\mu\text{m}$  (FIG. 3.12 a), demonstrou uma estrutura austenítica de grãos equiaxiais. As regiões de martensita  $\alpha'$  estão gravadas num tom escuro enquanto que os contornos de grãos austeníticos não são marcados. Com o aumento da deformação os grãos vão se esticando na direção de laminação e a quantidade da fase martensita  $\alpha'$  aumenta com o aumento da deformação (FIG. 3.12 b-d). A morfologia desta fase é conhecida, com pequenos núcleos localizados nas interseções das bandas de

cisalhamento. Foram formados também pequenos volumes de partículas grandes de martensita  $\alpha'$  e, com o aumento da fração volumétrica desta fase, formaram estruturas de blocos irregulares.

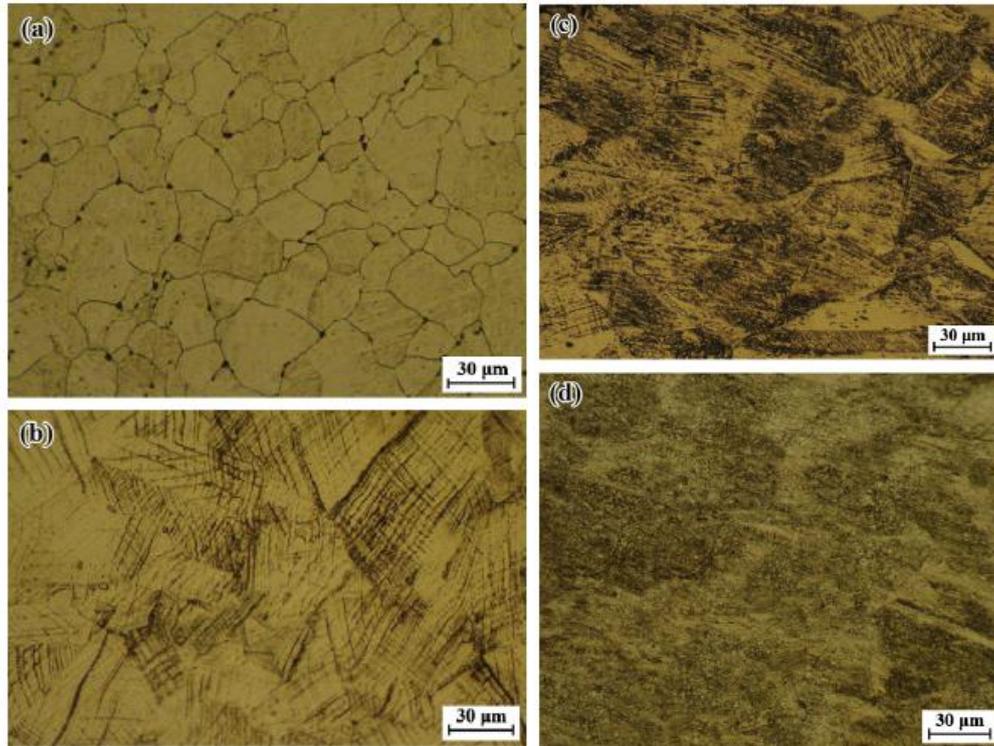


FIG. 3.12: Microestrutura óptica de amostras laminadas a frio, com reduções de (a) 0%, (b) 10%, (c) 25%, e (d) 50% (Adaptado de REZAEE et al., 2013).

Neste contexto, MOALLEMI e coautores (2011) realizaram uma pesquisa que tinha como objetivo investigar o efeito do recozimento na reversão do processo da martensita sobre a formação de estrutura de grão nano/ultrafino no caso do aço inoxidável 201 (FIG. 3.13).

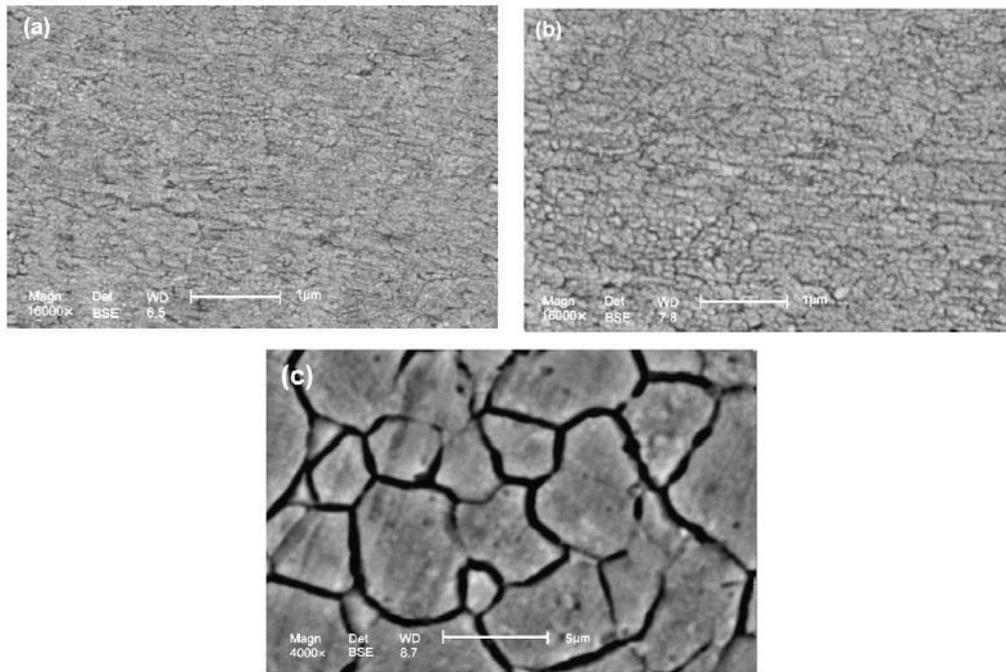


FIG. 3.13: As imagens das amostras tratadas termicamente a 1123 K para: (a) 15 s, (B) 30 s e (c) 1200 s (Adaptado de MOALLEMI et al., 2011).

Na FIG. 3.13 (a) é mostrado que o menor valor alcançado de tamanho de grão obtido com o processamento foi cerca de 70 nm, conseguido com recozimento de 15 s. Porém, a microestrutura não era totalmente austenítica com 86% de austenita e 14% de martensita. Já a FIG. 3.13 (b) observa-se grãos maiores, com cerca de 100 nm, com 95% de fração de austenita revertida com um tempo de recozimento de 30 s. Evidente que com um tempo muito maior, o recozimento propicia o crescimento exacerbado do grão. Na TAB. 3.4 consta um resumo dos resultados obtidos neste estudo.

TAB. 3.4: Tamanho de grão, fração de volume de austenita e limite de escoamento das amostras tratadas termicamente em condições diferentes (Adaptado de MOALLEMI et al., 2011).

Temperatura/ Tempo de reversão(K)/(s)	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	Fração volumétrica de Austenita (%)	Limite de escoamento (MPa)
1073/60	$0,28 \pm 0,05$	92	1270
1073/180	$0,55 \pm 0,09$	95	1190
1123/15	$0,07 \pm 0,01$	86	1560
1123/30	$0,1 \pm 0,015$	95	1370
1123/60	$0,37 \pm 0,07$	89	1230
1123/300	$2,4 \pm 0,2$	86	880
1123/1200	$4 \pm 0,06$	73	960
1173/15	$0,14 \pm 0,02$	90	1310

MOALLEMI e colaboradores (2011) realizaram um trabalho no qual foi investigado o efeito da reversão da martensita em austenita através do processo de recozimento e sua influência da formação da granulação nano/ultrafino do aço inoxidável 201. Nesta pesquisa, as amostras foram laminadas com redução de 90% de espessura e foi utilizado único estágio de tratamento térmico, após o que foi obtido granulometria com tamanho de cerca 100 nm e com limite de escoamento de 1370 MPa.

Em outro artigo de MOALLEMI e colaboradores (2012) investigaram a formação de uma estrutura nano/ultrafina de um aço inoxidável 201 através do tratamento termomecânico repetitivo da martensita. Este trabalho consistiu de duas etapas de laminação. Na primeira ocorreram reduções de espessura de cerca de 70% seguido de recozimento a 850 °C por 60 s. Na segunda etapa, a laminação se deu com reduções de 60% com posterior recozimento a 850 °C até 60 s. Os resultados mostraram que foi possível refinar o tamanho de grão do aço austenítico 201 em cerca de  $260 \pm 40$  nm através do tratamento termomecânico repetitivo. Os autores também relataram que a granulação fina obtida possui uma ótima combinação de resistência (limite de escoamento de 1 GPa) e ductilidade (alongamento total de 30%), como é possível notar na FIG. 3.14. Os autores concluíram que o aço inoxidável austenítico 201 nano estruturado pode ser bom candidato para aplicações de estruturais leves.

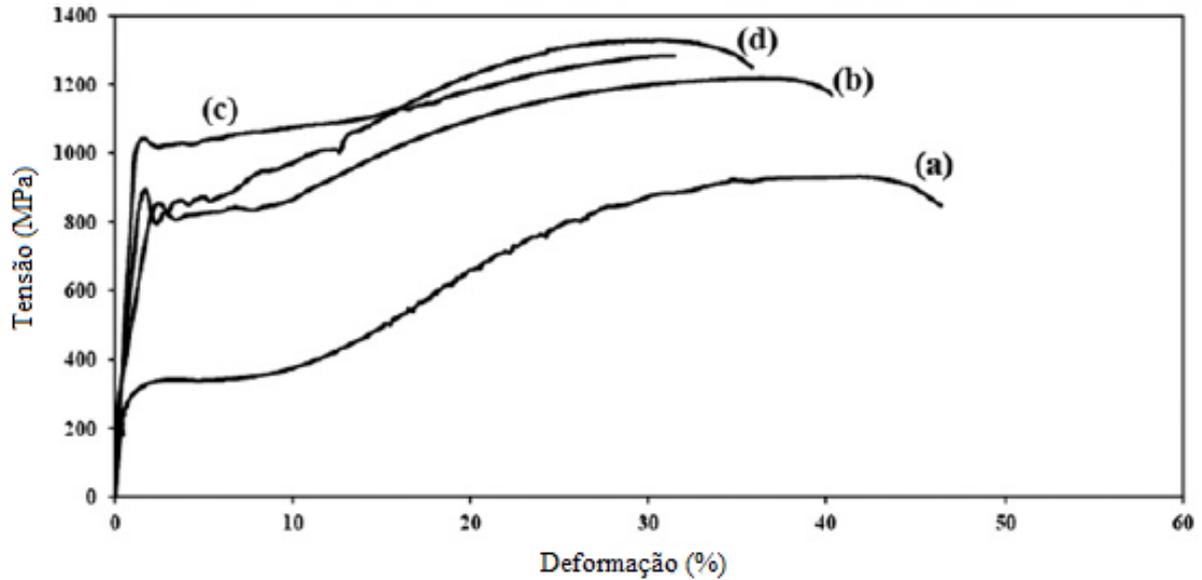


FIG. 3.14: Curvas de tensão x deformação das amostras: (a) solução tratada, (b) após primeiro estágio do tratamento termomecânico repetitivo, (c) após o segundo estágio do tratamento termomecânico repetitivo e (d) após o único estágio do tratamento termomecânico (Adaptado de MOALLEMI et al., 2012).

REZAEI et al., 2011(a) estudaram o desenvolvimento de uma estrutura de grãos ultrafinos através do tratamento termomecânico de um aço inoxidável austenítico 201L. O processo consistiu na laminação a frio das amostras com reduções de 10 a 95% seguido de recozimento a temperatura de 850 °C no intervalo de tempo de 15 a 1800 segundos. Após o tratamento térmico a 850 °C durante 30s após a redução de 95% o aço 201L apresentou estrutura austenítica com tamanho de grão médio de 65 nm. O limite de escoamento foi de 1485 MPa, 33% de alongamento (FIG. 3.15) e dureza Vickers de 386 HV. Os autores concluíram também que a deformação de saturação para formação da martensita, durante o processo de laminação a frio à temperatura ambiente é de 0,5.

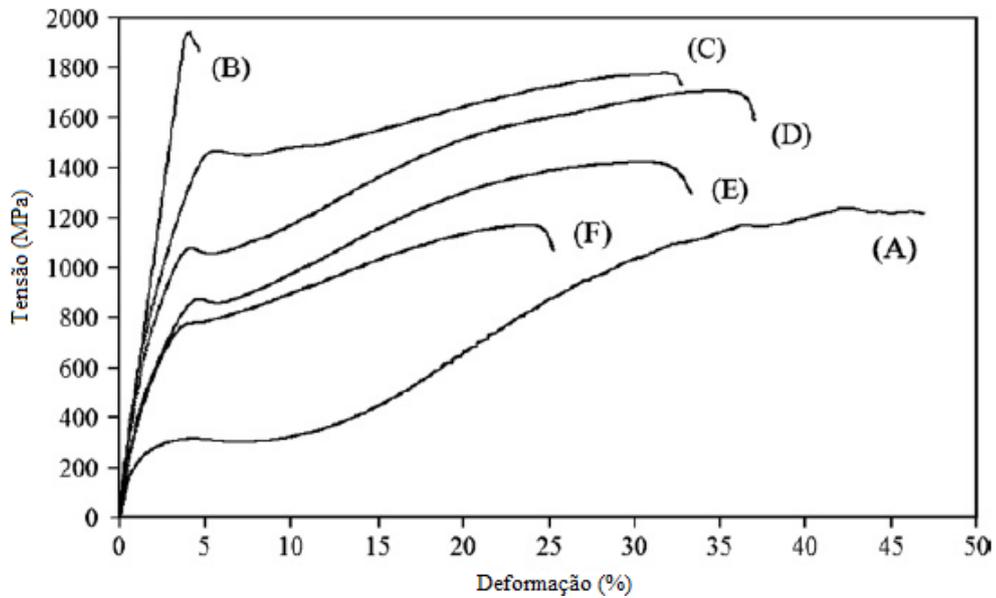


FIG. 3.15: Curvas tensão de engenharia de tensão-deformação da: (a) amostra recozida, (b) amostra laminada a frio com 95% de redução e, amostras tratadas termicamente em 850 °C por: (c) 30 s, (d) 180 s, (e) 600 s e por fim (f) 1800 s (Adaptado de REZAEI et al., 2011(a)).

Em um estudo envolvendo um aço austenítico do tipo 201 com diferentes tamanhos de grãos austeníticos ultrafinos, HAMADA et al., 2015 investigaram o efeito da reversão da MID nas propriedades mecânicas em comparação com um homólogo de granulometria grosseira. Para o tratamento de reversão, com intuito de se obter diferentes tamanhos de grão altamente refinados, as amostras foram aquecidas até à temperatura de reversão entre 700 e 1000°C a uma taxa de 200°C/s para diferentes tempos de encharque e resfriada a uma taxa de 200°C/s até 400°C, seguido por um resfriamento definitivo ao ar até à temperatura ambiente (FIG. 3.16).

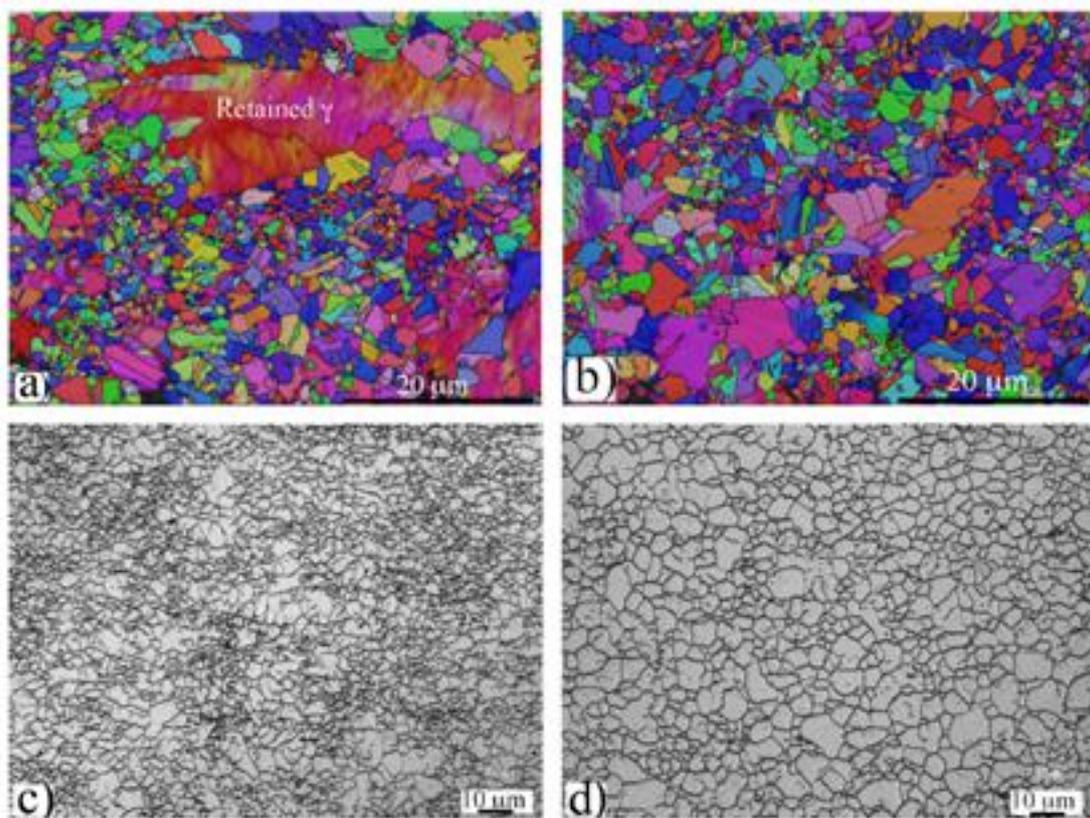


FIG. 3.16: Microestruturas obtidas após o tratamento de reversão: Mapas SEM-EBSD: (a) 800 °C/1s, (b) 800 °C/10s, imagens de microscopia óptica: (c) 900 °C/1s, e (d) 1000 °C/1s. (Adaptado de HAMADA et al., 2015).

Na FIG. 3.16 (a), a microestrutura a 800°C por 1 s é constituído, por uma mistura de finos grãos de austenita revertida com o tamanho submícrons de grãos de cerca de 500 nm, em conjunto com grandes áreas de austenita retida recuperada, que não se transformou em martensita durante a laminação a frio. Já na FIG. 3.16 (b), grãos de austenita mais finos são formados a partir da recristalização estática com tempos mais longos de recristalização sendo que o tamanho médio do grão da austenita é de 1 μm. Com o incremento da temperatura de recozimento para 900 °C, a estrutura de tamanho de grão tende a homogeneizar, FIG. 3.16 (c). Uma estrutura de grãos grosseiros uniformes é formada com tamanho médio de 5 μm, com o acréscimo da temperatura até 1000 °C/s, FIG. 3.16 (d). Por fim, o aço com tamanho de grão de 1,5 μm oriundo do recozimento a 800 °C para 10 s mostrou melhoras significativas nas propriedades mecânicas, com limite de elasticidade ~800 MPa e a resistência à tração ~1100 MPa, enquanto que as propriedades correspondentes de seu homólogo de granulação grossa foram ~450 MPa e ~900 MPa, respectivamente. Com relação ao alongamento até a fratura, o aço oriundo do processo de reversão apresentou cerca de ~50%, enquanto que o aço com

grãos grosseiros teve diferença de cerca de 70%. HAMADA et al., 2015, faz ainda uma comparação com os resultados obtidos pelo AIA 201F com outros aços convencionais recozidos ou endurecidos via trabalho a frio, como é ilustrado no gráfico de ductilidade x resistência mecânica (FIG. 3.17)

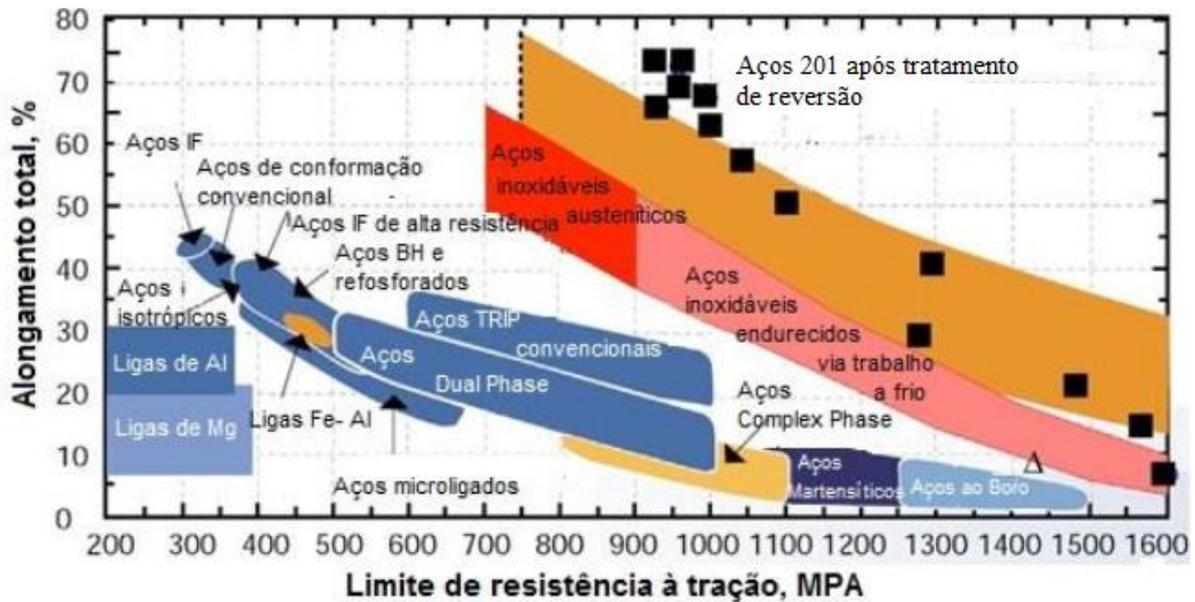


FIG. 3.17: Gráfico de ductilidade x resistência mecânica. A comparação das propriedades mecânicas (resistência à tração e alongamento) entre aços do tipo 201 recozido, após tratamento térmico de reversão e alguns outros tipos de aço atuais (Adaptado de HAMADA et al., 2015).

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

O propósito deste trabalho foi investigar o efeito de uma microestrutura refinada de grãos austeníticos obtida por deformação plástica severa via ECA a 300 °C. O estudo objetivou ainda, conhecer e analisar as características da transformação martensítica induzida pelo forjamento rotativo à temperatura ambiente e de sua reversão através de tratamento térmico em um AIA 201LN. Para atingir o objetivo proposto, uma série de experimentos foram realizados, posteriormente ocorreu à caracterização microestrutural e mecânica das amostras ao longo das etapas de processamento.

Na FIG. 4.1 é apresentado um fluxograma que foi desenvolvido com a finalidade de sintetizar e facilitar a compreensão das etapas experimentais executadas neste estudo.

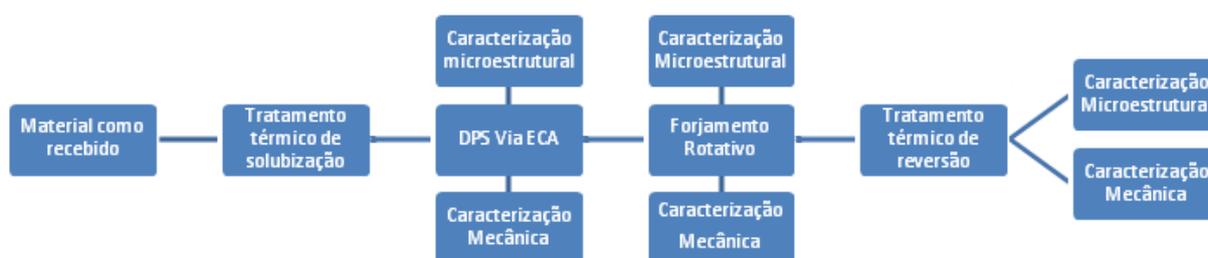


FIG. 4.1: Fluxograma dos procedimentos experimentais.

A nomenclatura das amostras foi determinada com base na primeira condição de processamento, ou seja, foram nomeadas baseando-se no processo de DPS. Em seguida foram adicionados aos nomes alguns outros meios de distinção, fundamentado nos demais processos subsequentes. Na TAB. 9.1, nos anexos, encontra-se resumido a nomenclatura das amostras.

### 4.1 MATERIAL

O material de estudo consiste do AIA 201LN, na forma de chapa, com aproximadamente 28 mm de espessura, na condição de esboço, fornecida pela APERAM South America. Na TAB. 4.1 são listados os elementos presentes na composição química deste aço, conforme resultado de análise fornecida pela APERAM.

TAB. 4.1: Composição química (% em peso) do AIA 201LN.

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>Cu</b>	<b>Nb</b>	<b>P</b>	<b>N</b>
0,0223	6,8668	0,3957	17,0163	4,0119	0,0103	0,0227	0,0075	0,0307	0,1528
<b>W</b>	<b>Sn</b>	<b>Pb</b>	<b>B</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>	<b>Co</b>	<b>V</b>	<b>S</b>	
0,0121	0,0008	0,0126	0,0018	0,0041	0,0032	0,0363	0,044	0,001	

## 4.2 CORTE E USINAGEM

Para confecção das amostras foi utilizado o corte a jato de água com abrasivos, que consiste em um processo a frio. Logo em seguida, foram usinadas utilizando-se de tornos CNC, com refrigeração. Ao final, foram obtidas amostras cilíndricas com 10 mm de diâmetro e 70 mm de comprimento, FIG. 4.2. A etapa de corte foi realizada na Fábrica de Material de Comunicações e Eletrônica (FMCE) e a usinagem foi realizada no Arsenal de Guerra do Estado do Rio de Janeiro.



FIG. 4.2: Amostras cilíndricas.

### 4.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

Para garantir que o material usinado estivesse livre de tensões, com tamanho de grão uniforme e elevado, para propiciar uma redução na resistência mecânica do aço ao ser processado via ECA, todas as amostras foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização a 1050 °C por 1 h, seguido de resfriamento em água (ZHENG, 2015). As amostras foram tratadas termicamente em um forno tipo Mufla Quimis Microprocessado, localizado no Laboratório de Tratamentos Termomecânicos do IME.

### 4.4 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA VIA ECAP

O processo de deformação plástica severa por ECAP foi realizado na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) no Laboratório de Deformação Plástica Severa. As amostras foram processadas a 300 °C.

A matriz utilizada foi fabricada com aço H13 provida de um canal com  $\phi = 120^\circ$  e  $\psi = 22^\circ$ ,  $R = 4$ ,  $r = 0$  e diâmetro de 10 mm (FIG. 4.3). Esta configuração resulta em uma deformação equivalente de 0,63 por passe.

Com a finalidade de alcançar mais rapidamente o refinamento dos grãos austeníticos delimitados por contornos de alto ângulo, a rota empregada durante o ensaio foi a BC (rotação 90° no sentido horário em cada passe), realizando-se um total de 3 passes. Para amenizar o atrito da amostra com as paredes dos canais foram utilizados como lubrificantes óleo desengripante (WD-40), grafite e bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ).

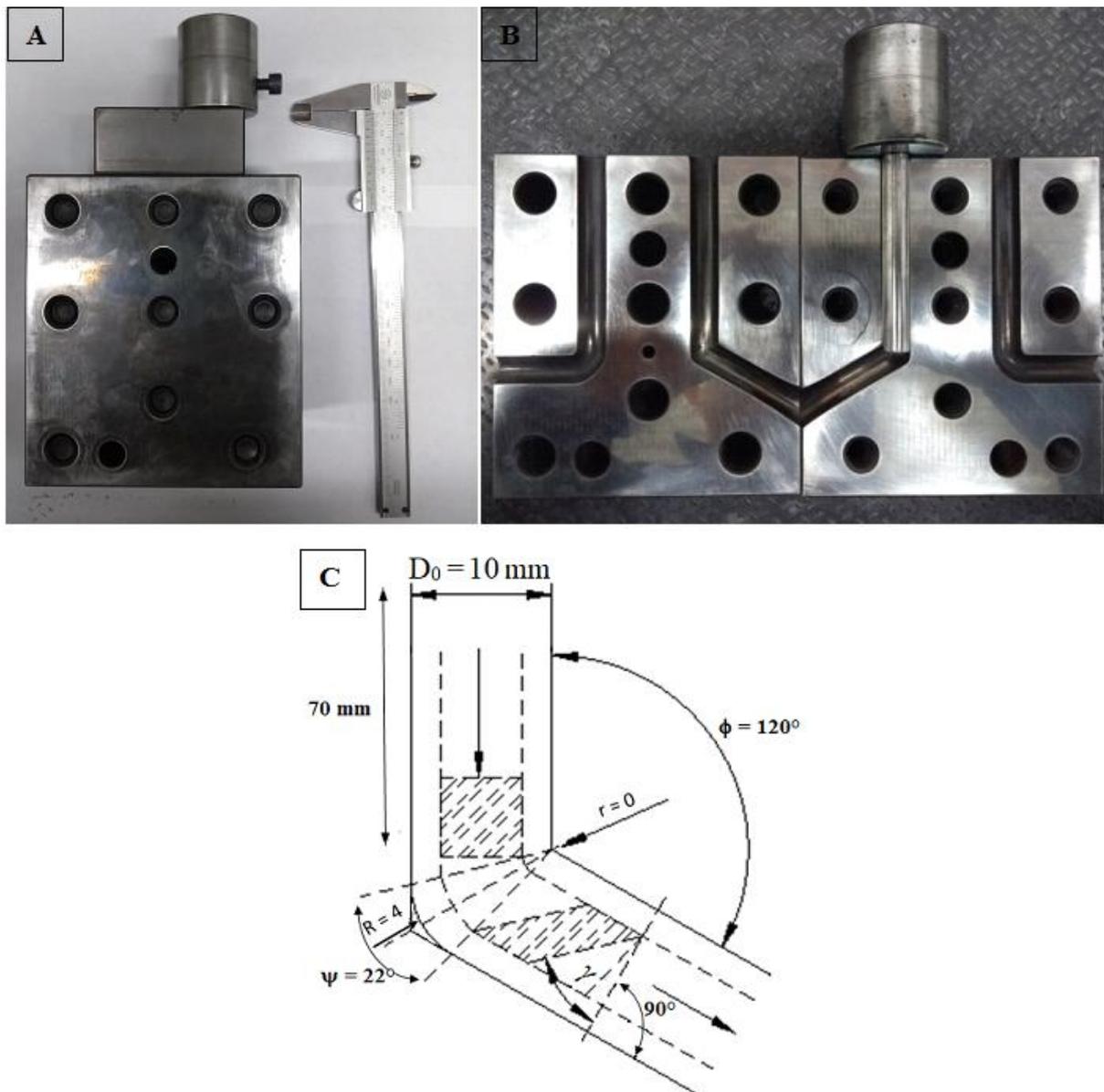


FIG. 4.3: Matriz de ECAP em A) fechada, B) bipartida e em C) seção transversal utilizada.

Na FIG. 4.4 é ilustrado todo o aparato montado para a realização do processamento das amostras. Para realizar o aquecimento das amostras foi utilizado um controlador digital modelo FE50S para o controle térmico. O forno possuía um termopar no interior da matriz e outro próximo a parede do forno.



FIG. 4.4: Aparato montado para o processo de deformação plástica severa via ECAP.

#### 4.5 FORJAMENTO ROTATIVO

O processo de forjamento rotativo foi realizado na Universidade de São Paulo (USP) na unidade de Lorena. O equipamento utilizado foi o FENN NEWINGTON CONN (FIG. 4.5 (a)), na configuração de 4 matrizes, vide (FIG. 4.5 (b)). A sequência de passes utilizadas no processamento seguiu conforme destacado na TAB. 9.2 (Anexos). Foram ensaiadas as amostras 0P, 1P, 2P e 3P.

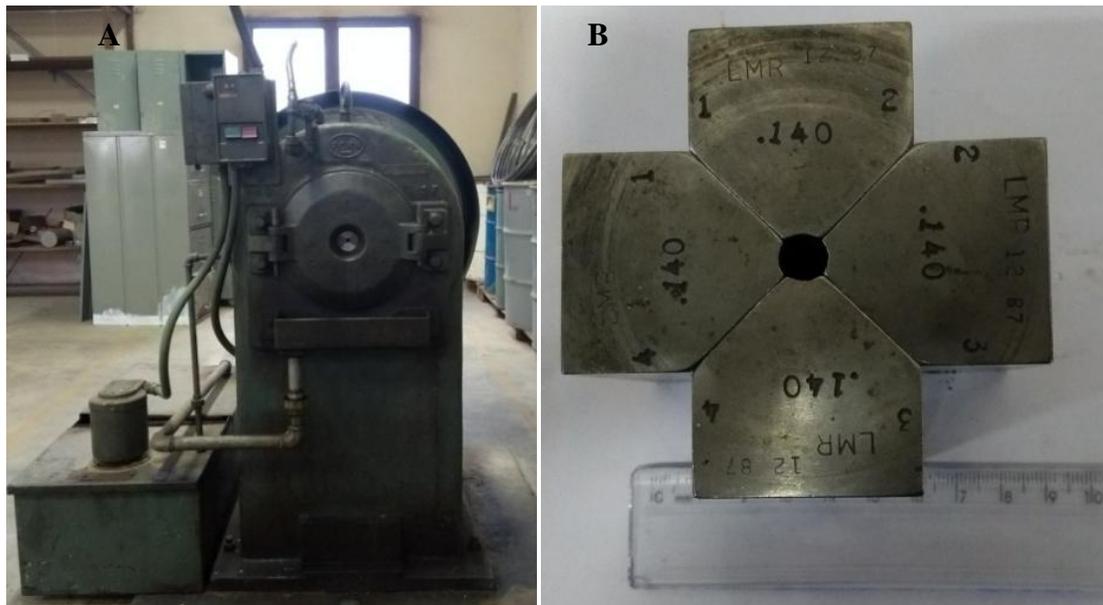


FIG. 4.5: A) Máquina de forjamento rotativo e em B) um jogo de matriz.

Tem-se na FIG. 4.6 a amostras submetidas ao forjamento rotativo. Em virtude do diâmetro inicial das amostras, o processo de forjamento iniciou-se com a matriz 8,712 mm terminando com a de 5,842 mm, totalizando ~ 35% de redução do diâmetro inicial. Para via de comparação foram retiradas amostras com ~ 20% de redução.

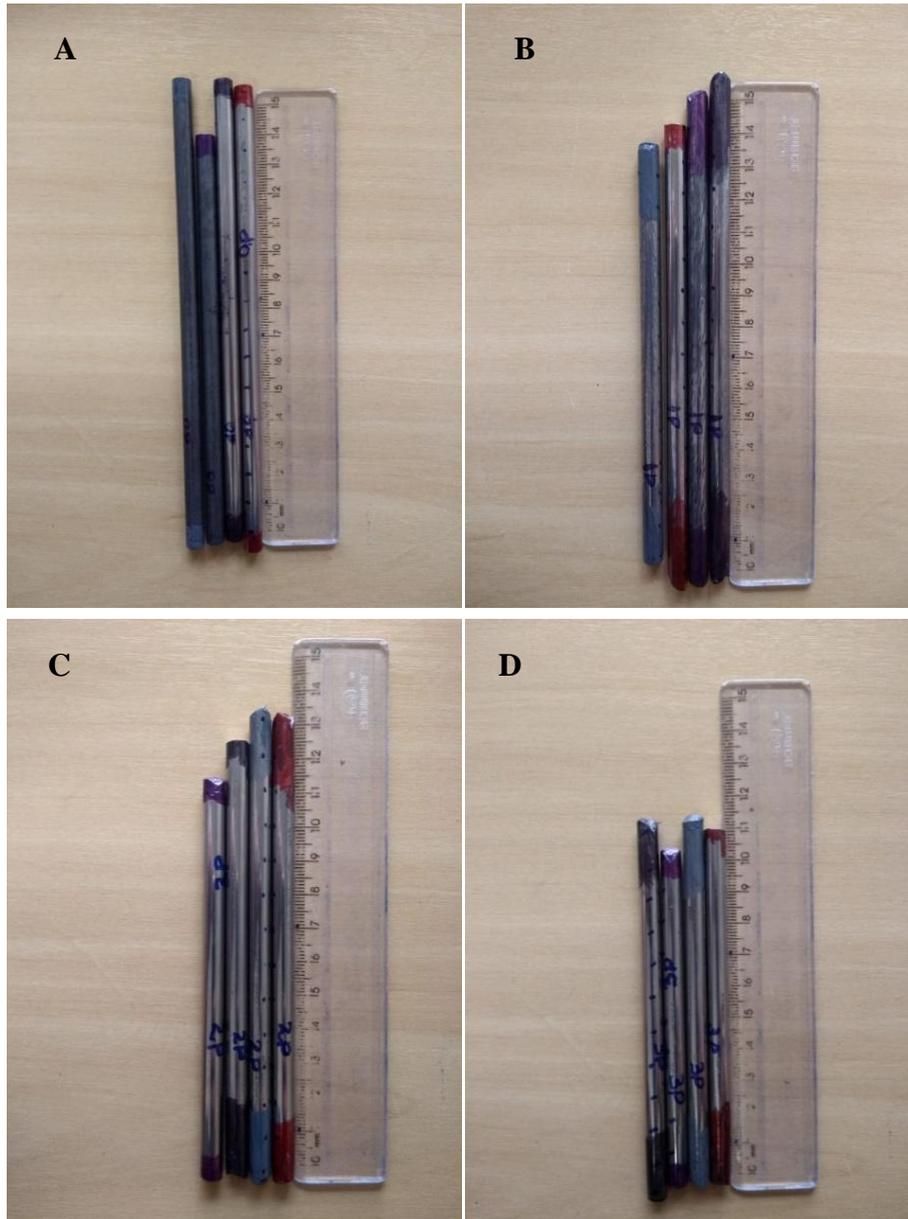


FIG. 4.6: Amostras processadas via forjamento rotativo: a) 0P-FR-35%; b) 1P-FR-35%; c) 2P-FR-35% e; d) 3P-FR-35%.

#### 4.6 TRATAMENTO TÉRMICO DE REVERSÃO

O tratamento térmico de reversão foi realizado nas dependências do Laboratório de Tratamentos Térmicos do IME. Para isso, foi utilizado um forno Mufla Quimis Microprocessado. As amostras foram tratadas a uma temperatura de 750 °C por 15 min com

resfriamento ao ar. Os corpos-de-prova foram introduzidos no interior do forno, aguardado o tempo de recuperação térmica e, em seguida, iniciou-se a cronometragem do tempo.

O tempo de encharque e temperatura foram determinados com base em resultados da literatura (SOUZA, et al., 2018; DA SILVA, 2017; SHIRDEL et. al. 2015; HAMADA et.al. 2015; MOALLEMI et. al. 2012) a fim de promover ao final da rota de processamento proposto um refinamento significativo no tamanho de grão austenítico, por intermédio da reversão da martensita, associado a um substancial aumento na resistência mecânica sem prejuízos a ductilidade.

## 4.7 ENSAIOS MECÂNICOS

### 4.7.1 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado no CEFET/RJ (Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca), nas dependências do Laboratório de Materiais. Foi utilizado um durômetro Wilson Instruments, modelo 422 MVD (FIG. 4.7). A carga utilizada no ensaio foi de 50 gf por 15 segundos. As amostras foram cortadas no centro na direção longitudinal. Foram realizadas 10 medidas no sentido de laminação de todas as amostras.

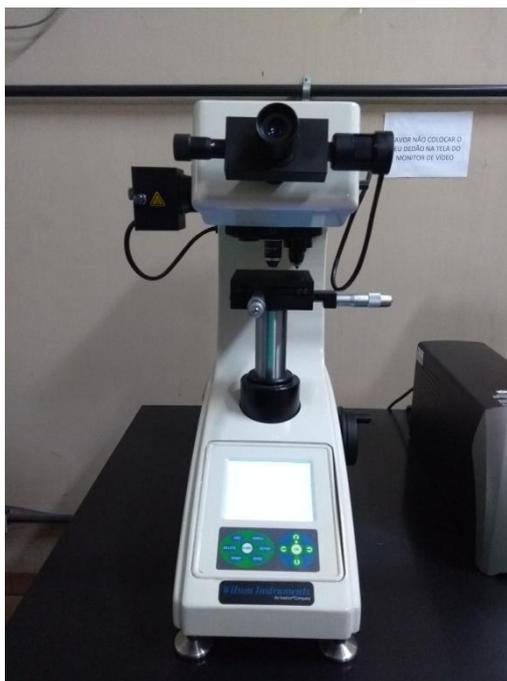


FIG. 4.7: Durômetro Model 422 MVD.

#### 4.7.2 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração foram realizados nas amostras submetidas ao tratamento térmico de reversão da martensita. Em virtude do diâmetro final ( $d = 6,45 \text{ mm}$ ) das amostras, se fez necessário confeccionar corpos-de-prova cilíndricos, conforme é mostrado na FIG. 4.8 e FIG. 4.9. Foram ensaiadas 12 amostras, sendo 3 amostras por condição (0P-FR-R-35%, 1P-FR-R-35%, 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35%). Conforme pode ser visualizado na FIG. 4.8 (B), foram retirados dois CP's de cada amostra selecionada para o ensaio.

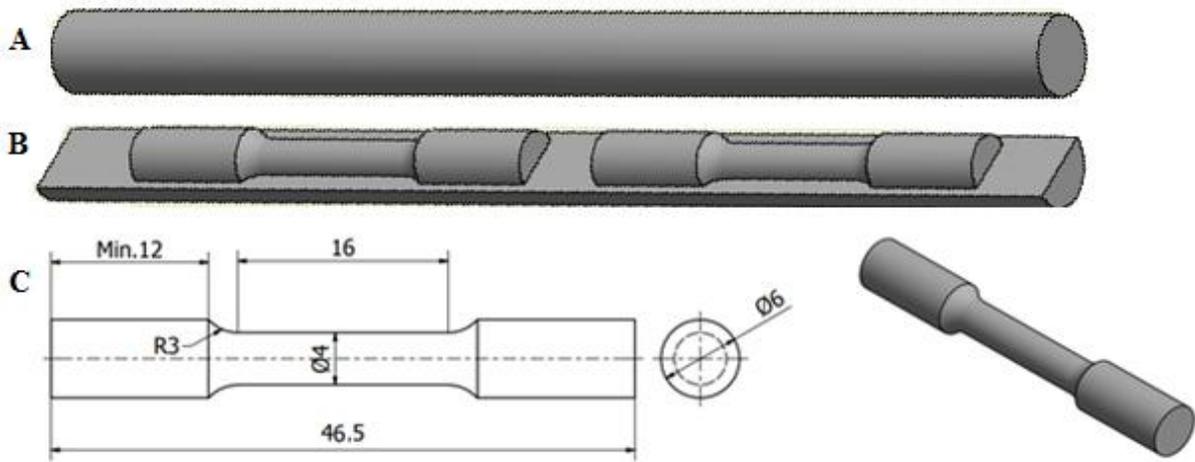


FIG. 4.8: Ilustração esquemática da extração do CP de tração: A) amostra processada, B) retirada de dois CP's por amostra e C) desenho do CP cilíndrico (dimensões em milímetros).



FIG. 4.9: Corpo de prova de seção cilíndrica reduzido para ensaio de tração.

Os ensaios de tração foram realizados nas dependências da UFSCar no laboratório de Ensaios Mecânicos com auxílio de uma máquina de tração universal da marca INSTRON modelo 5500R. Foi utilizado video extensômetro AVE (Advanced Video Extensometer) e célula de carga de 500 Kgf. As amostras foram ensaiadas em temperatura ambiente sob uma taxa de deformação nominal de  $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

## 4.8 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Todas as amostras foram submetidas ao processo de lixamento na sequência de 600, 1200 e 2000 mesh e em seguida polidas em suspensão de alumina com granulometrias de 1 e 0,3  $\mu\text{m}$ . Tanto o lixamento quanto o polimento mecânico foram realizados em lixadeiras semi-automáticas, AROTEC\_ARAPOL 2V, com baixa velocidade.

### 4.8.1 POLIMENTO ELETROLÍTICO

Para as análises de EBSD, DR-X e ensaio de dureza, as amostras foram submetidas ao polimento eletrolítico. Para isso, foi utilizada uma solução de 20% de ácido perclórico (concentração 70% P.A) em álcool etílico e utilizou-se uma fonte POLITERM\_DC POWER SUPPLY HY3003E com voltagem operando em modo paralelo na faixa de 15 a 20 V. O tempo de imersão variou entre 4 e 7 segundos.

### 4.8.2 ATAQUE ELETROLÍTICO

Para contraste microestrutural foi realizado ataque eletrolítico nas amostras polidas eletroliticamente, para isso utilizou-se solução de ácido oxálico (10%) com tensão de 20 V e em um intervalo de tempo de 8 a 12 segundos.

## 4.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As análises de difração de raios X foram realizadas em um difratômetro modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical, disponível no laboratório de difração de raios X no Instituto Militar de Engenharia.

Para obtenção dos espectros de raios X foi utilizada a configuração foco linha, tensão e corrente do equipamento de 40 kV e 45 mA, respectivamente, além do filtro de ferro para o anodo de cobalto. Os parâmetros de medida para cada amostra foram na faixa angular de 45 e 120°, tamanho do passo de 0,030°, tempo por passo de 200 s.

Já para a análise de textura cristalográfica foi utilizada a configuração foco ponto, tensão e corrente do equipamento de 40 kV e 45 mA, respectivamente, além do filtro de ferro para o anodo de cobalto. Em todas as amostras foram coletados os resultados de difração relativos aos planos 111 ( $2\theta = 51,1^\circ$ ), 200 ( $2\theta = 59,78^\circ$ ) e 220 ( $2\theta = 89,55^\circ$ ), característicos dos materiais com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC). Neste estudo foi adotada a tolerância de 15 ° para admitir a aceitabilidade das orientações cristalográficas.

Após a realização do ensaio de difração de raios X e gerado o difratograma, foi realizado o cálculo da densidade de discordâncias pelo software Convolutional Multiple Whole Profile - CMWP, que é disponível de forma gratuita no site <http://www.renyi.hu/cmwp>. Através de equações, baseadas nas características microestruturais, o programa tem como finalidade determinar a forma e a largura dos perfis de difração. Em síntese, os cálculos realizados pelo programa baseiam-se em atingir um padrão de difração teórico demonstrado por meio de funções analíticas e ajustá-lo padrão experimental. O método é ajustado mediante a utilização dos mínimos quadrados não linear de Levenberg-Marquardt, que por consequência, atinge valores microestruturais almejados.

O procedimento utilizado nesta tese foi idêntico ao empregado por Sousa, (2018) nos anexos.

As indexações das componentes de textura e fibras cristalográficas para as funções de distribuição de orientação cristalográficas (FDOC's), em função dos ângulos de Bunge, foram realizadas com o auxílio dos ábacos exibidos na FIG. 4.10.

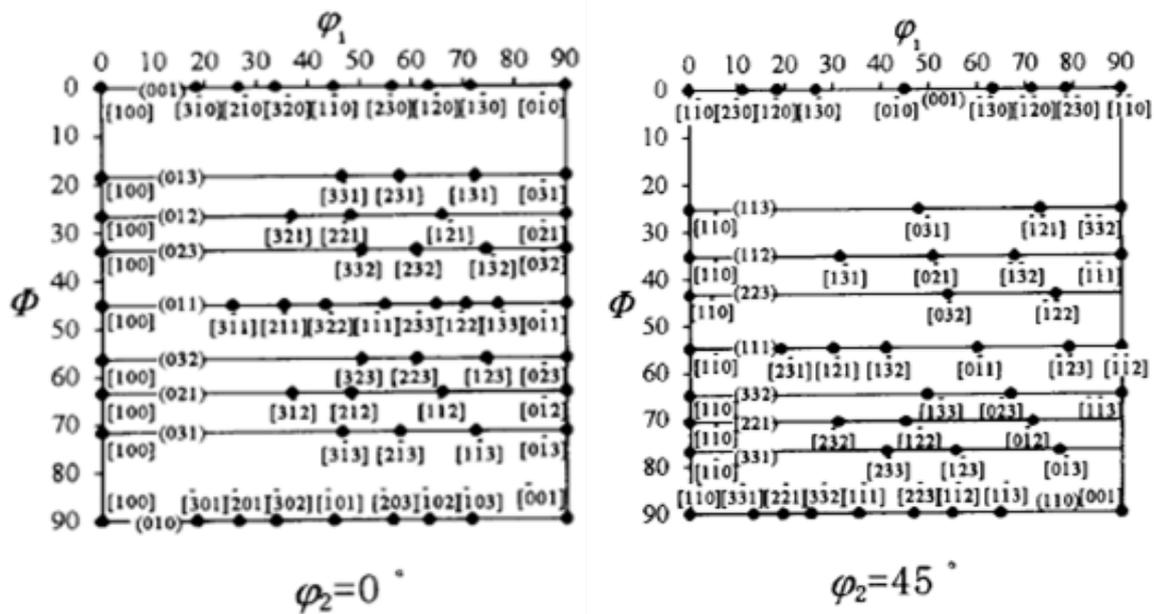


FIG. 4.10: Ábacos notação Bunge

#### 4.10 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

A técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) consiste em uma análise microanalítica para MEV's. Ela permite a caracterização morfológica de grãos, contornos de grãos, mapeamento da orientação cristalográfica (microtextura) e identificação de fases.

Na técnica de EBSD o feixe de elétrons incide e interage em uma amostra sólida, proporcionando a emissão de elétrons de Auger, retroespalhados e secundários. O feixe incidente tem energia muito parecida com os elétrons retroespalhados e são oriundos de regiões onde ocorre uma maior profundidade de interação. Os padrões de difração (padrões de Kikuchi) são gerados quando os elétrons retroespalhados interagem com a tela de fósforo. A energia dos elétrons retroespalhados é a única capaz de promover luminescência na tela de fósforo gerando a figura de difração.

A preparação de amostras para essa análise é bem criteriosa, ou seja, a área analisada deve estar plana e com o mínimo de deformação. A amostra geralmente é analisada em um ângulo de  $70^\circ$  em relação ao feixe de elétrons, com intuito de maximizar a eficiência na difração dos elétrons e obter contrastes dos padrões de difração. Quando o feixe incide na amostra é capturado pela tela de fósforo de 50 mm de diâmetro localizada a 40 mm de

distância (FIG. 4.11). A imagem é capturada por uma câmera digital especial conectada a tela de fósforo.

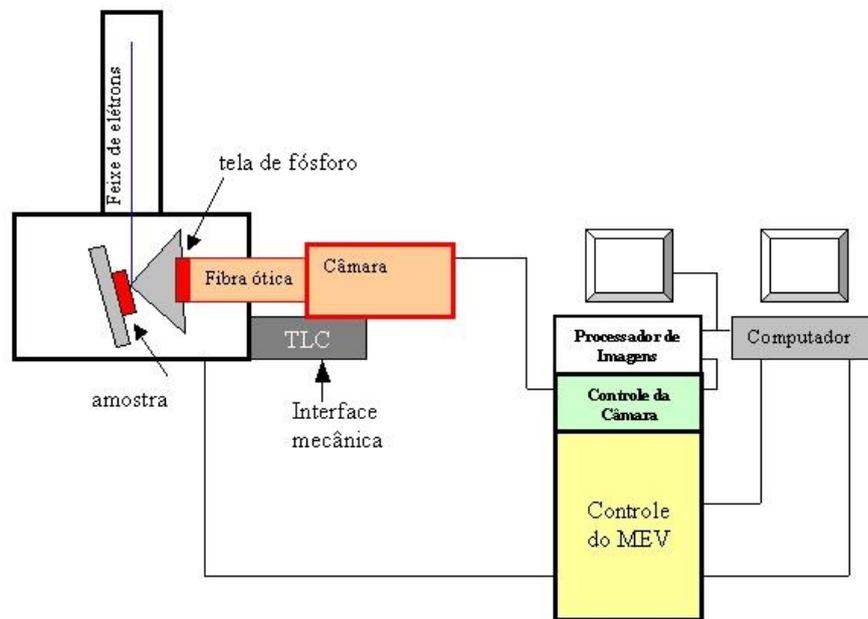


FIG. 4.11: Arranjo experimental para análises de EBSD (adaptado de PINTO E LOPES, 2003)

As análises de contraste microestrutural e difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foram obtidas com auxílio do Microscópio Eletrônico de Varredura modelo QUANTA 250 FEG - FEI, acoplado com um detector de EBSD da marca Brucker e programa para a análise de dados ESPRIT, instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME. Os parâmetros utilizados na realização das varreduras de EBSD estão expressos na TAB. 9.3 e TAB. 9.4, nos anexos.

#### 4.11 FERRITOSCOPIA

Para quantificação de fase foi utilizada a técnica de ferritoscopia que consiste em um ensaio não destrutivo e tem por característica a medição das fases ferromagnéticas. Este ensaio é baseado no método de indução magnética, ou seja, um campo eletromagnético é

gerado por uma bobina que interage com a fase magnética do material, produzindo uma tensão correspondente à fração desta fase na amostra.

As análises de ferritoscopia foram realizadas na UFF (Universidade Federal Fluminense). Foi utilizado o ferritoscópio FISCHER - FMP30 (FIG. 4.12) de sonda manual cuja sensibilidade de detecção da fase ferromagnética varia desde 0,1 a 80%. Foram realizadas medições respeitando um intervalo de 10 mm entre as medidas.



FIG. 4.12: Ferritoscópio.

O valor medido pelo equipamento leva em consideração alguns fatores de correção e para isso segue a equação (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008).

$$Fe_W = Fe_m f \quad \text{EQ.13}$$

Onde:

$Fe_W$  – corresponde ao teor de fase real

$Fe_m$  – teor de fase ferromagnética medido

$f$  – Fator de correção

O fator de correção pode ser obtido em uma série de gráficos relacionado à geometria (curvatura, espessura), rugosidade superficial e revestimento das amostras. (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008).

Em virtude da geometria convexa do material, utilizou-se o fator de correção obtido na FIG. 4.13.

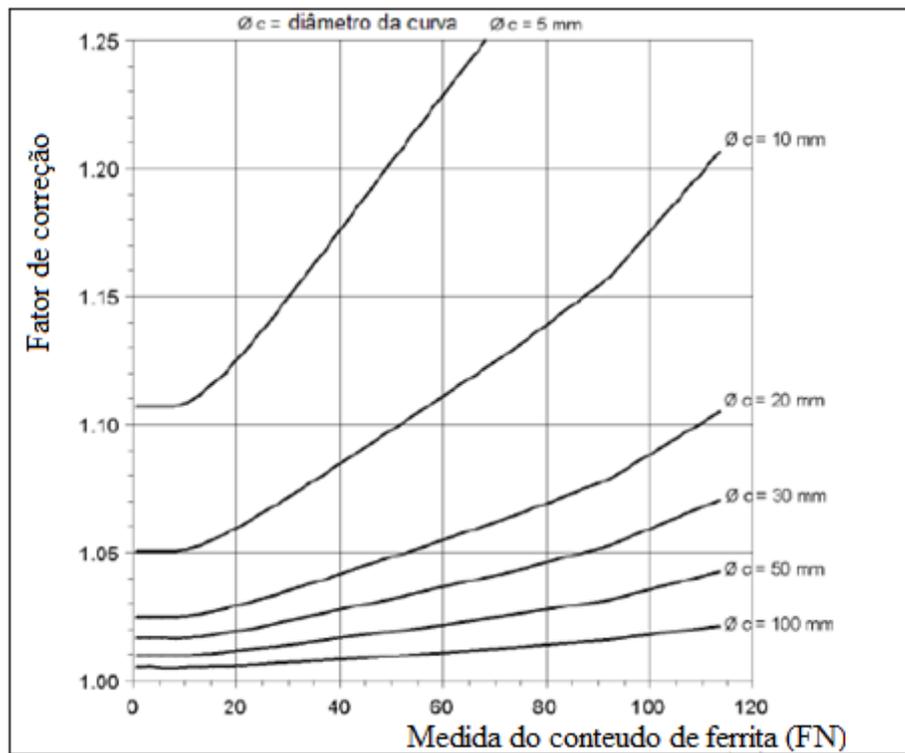


FIG. 4.13: Gráfico do fator de correção para curvaturas convexas (Adaptado de OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008 e Alves, 2018)

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CÁLCULOS PRELIMINARES

Como mencionado, o processo de deformação plástica severa tem a capacidade de impor grandes deformações nos materiais sem que sejam feitas alterações significativas na geometria do corpo-de-prova. Neste experimento foi possível alcançar 3 passes, utilizando-se da rota B<sub>C</sub>, a 300 °C. Através da EQ. 5 é possível calcular a deformação equivalente imposta no material, conforme é expresso na TAB. 5.1

Para calcular a deformação cumulativa obtida pelo forjamento rotativo, foi utilizada a EQ. 7. Para reduções de área em torno de 20% tem-se ~ 0,22 e para 35% encontrou-se ~ 0,43.

TAB. 5.1: Tabela de deformação equivalente.

ECAP		ECAP + FR 35%
Numero de Passes	$\epsilon_n$	$\epsilon_n + \epsilon$
1	0,63	1,06
2	1,26	1,69
3	1,90	2,33

Ao comparar a deformação equivalente com outros estudos encontrados na literatura nota-se que geralmente são necessários entre 5 a 6 passes de laminação (objetivando 10% de redução por passe) para obter valores próximos ao alcançado por 1 passe via ECAP (Alves, 2018; Da silva, 2014). De acordo com a composição química do material e com auxílio das EQ 11 e 12, foram calculados os valores de energia de falha de empilhamento e estimada a temperatura Md30 que estão expostas na TAB. 5.2.

TAB. 5.2: Valores de EFE calculados para o aço inoxidável austenítico 201 LN.

Material	Schramm e Reed EFE (mJ/m <sup>2</sup> )	Brofman e Ansell EFE (mJ/m <sup>2</sup> )	Angel M <sub>d30</sub> (°C)	Eichelman and Hull M <sub>S</sub> (°C)
201 LN	5,85	10,39	1,42	-186,99

O valor da EFE encontrado neste estudo está em concordância com os valores já relatos na literatura, indicando que o aço inoxidável austenítico 201 possui baixa EFE (DA SILVA, 2017; DE VINCENTIS, 2015; KLIAUGA et, al. 2014).

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO INICIAL

### 5.2.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Na FIG. 5.1 são apresentados os resultados das análises de microscopia eletrônica de varredura das amostras iniciais (CR e 0P). A amostra CR (FIG. 5.1 (a)) apresentou grãos equiaxiais monofásicos de austenita, com algumas maclas de recozimento, porém sem sinal do aparecimento de martensita. Para a amostra 0P, submetida ao processo de solubilização, percebeu-se que o tratamento térmico foi eficaz, ou seja, foi obtido o crescimento do grão mantendo a matriz austenítica (FIG. 5.1 (b)). A microestrutura da amostra 0P ficou muito semelhante a CR, com grãos equiaxiais, com maclas e sem vestígio de martensita. Portanto, é possível afirmar que para as condições iniciais (CR e 0P) o processo de corte, usinagem e tratamento térmico das amostras não proporcionaram a transformação martensítica.

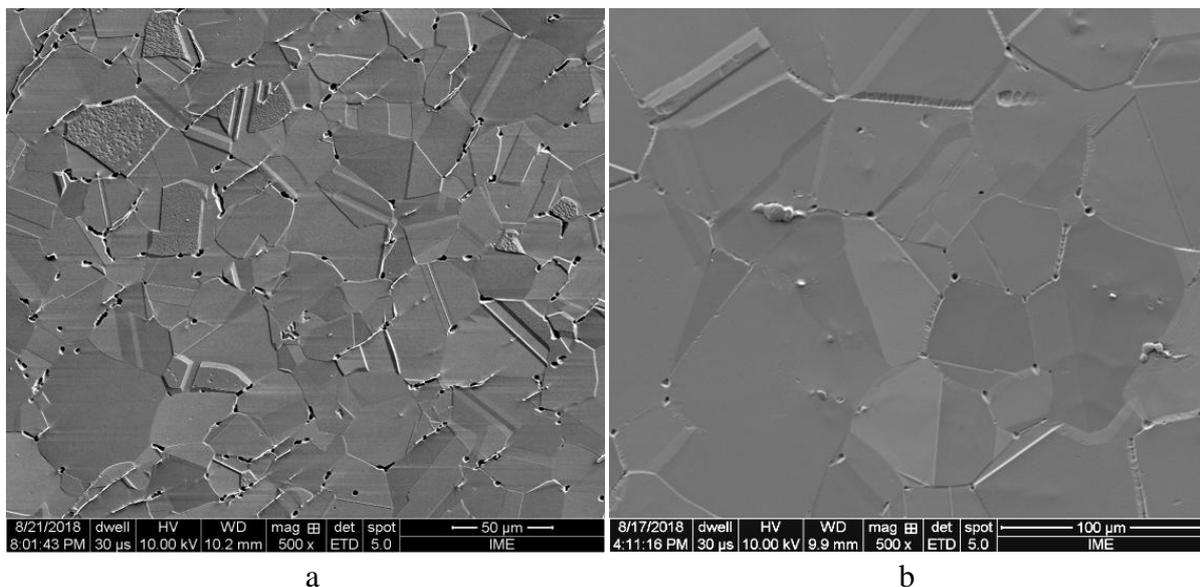


FIG. 5.1: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal das amostras CR e 0P.

## 5.2.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Na FIG. 5.2 são apresentados os perfis de difração das amostras CR e OP. Com isso, nota-se que não há a ocorrência de nenhum pico característico da martensita (fase que poderia ter sido induzida no processo de corte das amostras), todos os picos presentes estão associados à fase austenítica.

Nas duas amostras, os picos identificados estão associados aos planos austeníticos ((111), (200), (220), (311) e (222)). A identificação ocorreu com o auxílio da análise qualitativa, através do programa X'Pert HighScore Plus, foi utilizada a ficha ICDD (00-047-1417 para a fase  $\gamma$ , estrutura de CFC).

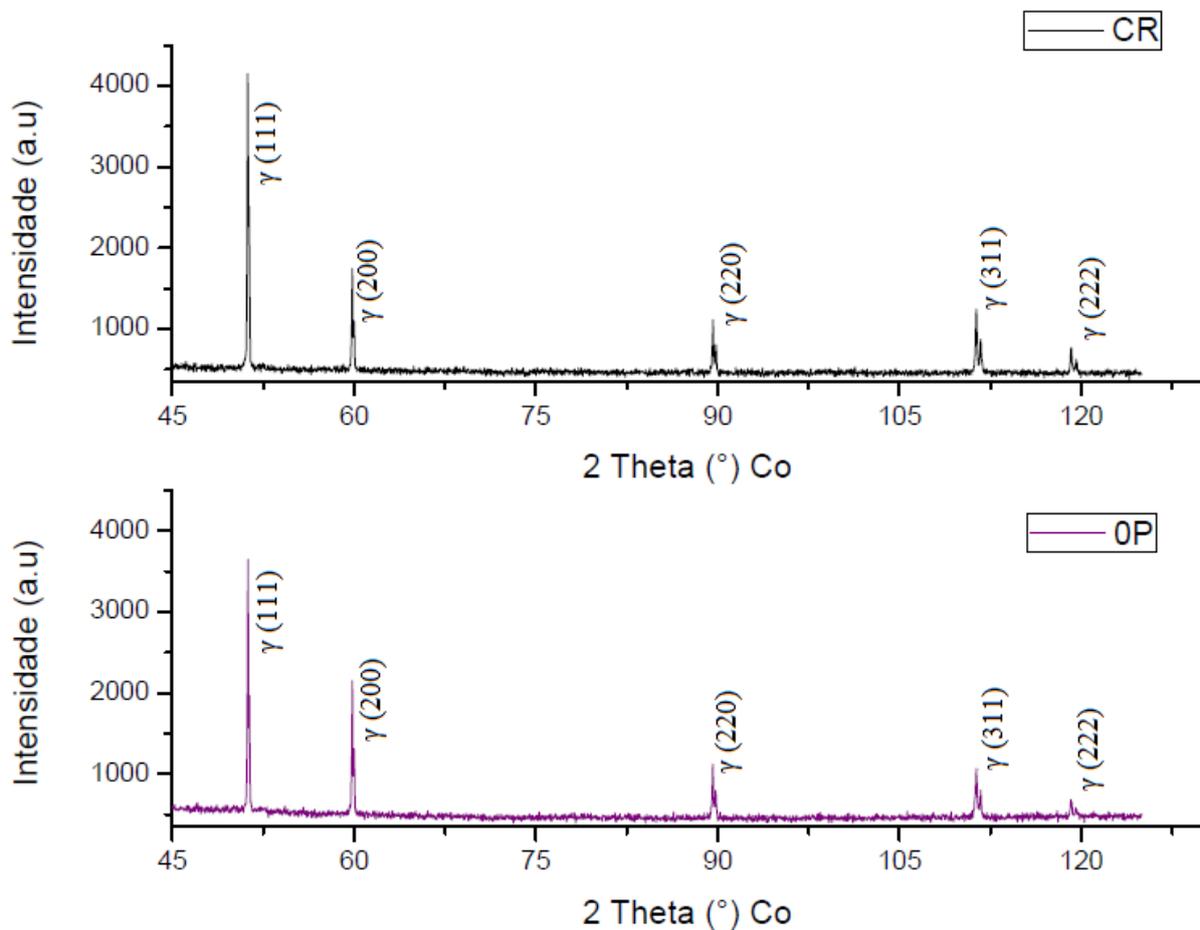


FIG. 5.2: Espectros de difração das amostras CR e OP.

Tem-se uma pequena diferença de intensidade entre os picos da amostra CR e OP, mais evidentes para os (111) e (200), possivelmente essas variações observadas não são relevantes podendo estar associadas à dispersão estatística.

Na TAB. 5.3 são apresentados os resultados da quantificação das fases, oriundos do ensaio de ferritoscopia. Foram realizadas 10 medidas em 3 amostras de cada condição CR e OP.

TAB. 5.3: Média dos resultados de ferritoscopia das amostras CR e OP.

Amostra	$\alpha'$ (V%)	$\gamma$ (V%)	Desvio Padrão
CR	0,79	99,21	0,26
OP	0,54	99,46	0,17

Apesar não ocorrer o aparecimento de picos martensíticos, foi conferido que o material apresentou uma fração residual de martensita. Pode-se atribuir esses valores a usinagem (uma vez que os CP's foram torneados), ao erro de medida do equipamento por falta de resolução para baixas frações volumétricas (ou inexistentes), assim como a geometria cilíndrica das amostras, o que pode acarretar um erro maior de leitura.

### 5.2.3 EBSD DAS AMOSTRAS NÃO PROCESSADAS

As análises de EBSD foram realizadas com a finalidade de avaliar e correlacionar à influência da microestrutura e do tamanho de grão na resistência mecânica do material.

No mapa de fases (FIG. 5.3 (a) e FIG. 5.4 (a)) é mostrada apenas uma cor tanto para a amostra CR quanto para OP, que é totalmente coerente por se tratar de um aço monofásico. Logo, a microestrutura austenítica permaneceu estável, como já evidenciado pela difração de raios X e ferritoscopia.

Nas FIG. 5.3 (c) e (d) e FIG. 5.4 (c) e (d) são exibidos os mapas de misorientação e de orientação dos grãos (OIM) respectivamente, para as amostras CR e OP. Amostras sem deformação, geralmente, apresentam homogeneidade de cores num mesmo grão. Com o incremento de deformação, tende-se a aumentar o gradiente de cores, uma vez que a desorientação entre as regiões aumenta. Entretanto, ao comparar visualmente as duas amostras

percebem-se pontos em que a misorientação da amostra CR (FIG. 5.3 (c)) está mais alta do que na OP (FIG. 5.4 (c)). Isso pode ser justificado por tensões residuais oriundas do processamento do material, uma vez que o material foi submetido a laminação a quente de desbaste, onde a amostra permaneceu pouco tempo na temperatura de encharque e resfriado rapidamente. Já a amostra OP foi reaquelada permanecendo por uma hora a 1050 °C, isso pode ter acarretado em tensões residuais menores, proporcionando pequenas desorientações internas nos grãos. Outros pontos com grande desorientação estão relacionados a regiões macladas. Para o OIM, as cores dos grãos referem-se à orientação cristalográfica normal ao plano da superfície da amostra, de acordo com a figura de pólo inversa (FIG. 5.3 (e) e FIG. 5.4 (e)). Em análise ao OIM nota-se uma microestrutura com pouca orientação cristalográfica tanto para amostras CR quanto para a OP visto que, não é notada nenhuma predominância de cor na imagem.

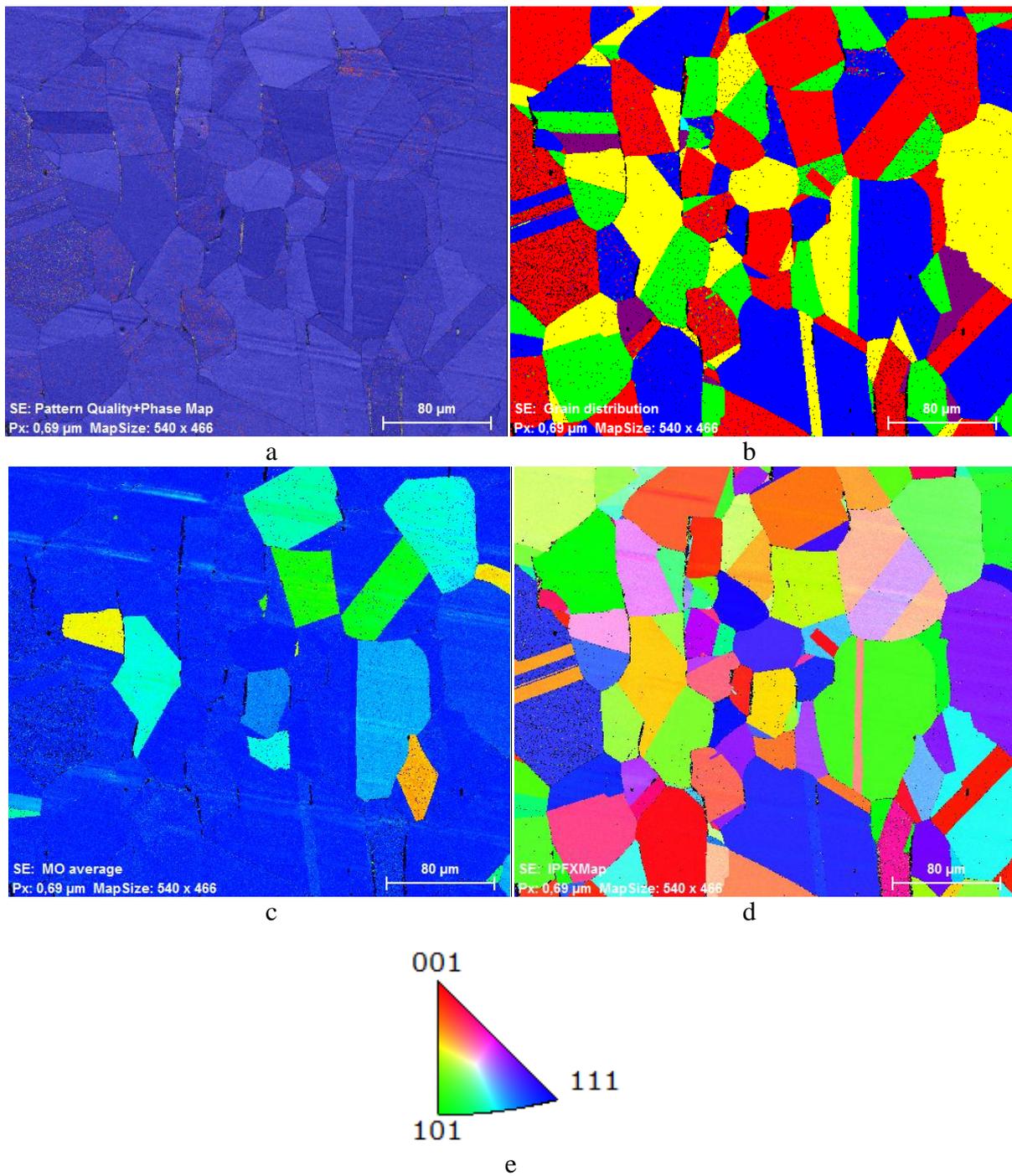


FIG. 5.3: Imagens de EBSD para amostra CR: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

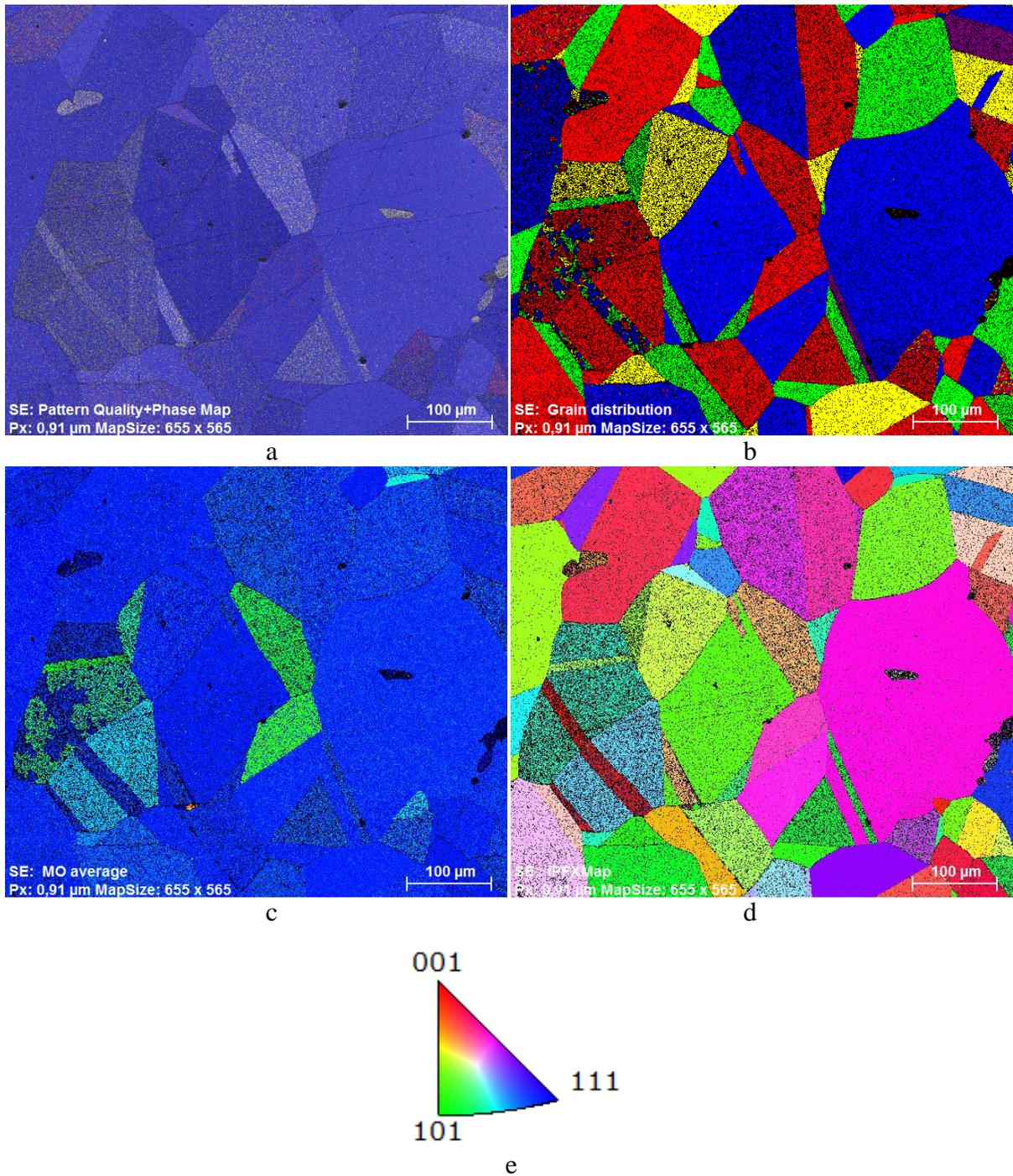


FIG. 5.4: Imagens de EBSD para amostra 0P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

### 5.2.3 MICRODUREZA VICKERS

Nota-se uma redução do valor de microdureza Vickers da amostra 0P quando comparado com a amostra CR (TAB. 5.4). Isso implica que o tratamento térmico (1050 °C por 1 hora) afetou consideravelmente a dureza do material, fato já esperado, uma vez que, como evidenciado nas micrografias de MEV (item 5.2.1) e nos mapas de EBSD (item 5.2.3), o tratamento térmico inicial proporcionou o crescimento do grão austenítico. Esse amolecimento foi apreciável, pois favoreceu o processo de DPS via ECAP pela redução da dureza.

TAB. 5.4: Tabela de dureza e tamanho de grãos das amostras CR e 0P.

Amostras	Microdureza Vickers (HV)	Tamanho de Grão ( $\mu\text{m}$ )
CR	$236 \pm 8,56$	23,6
0P	$210 \pm 13,01$	91,7

### 5.3 ECAP

Na FIG. 5.5, são apresentados gráficos típicos do ensaio de ECAP a 300 °C, onde se observa a similaridade dos gráficos devido a uniformidade dos ensaios e dos passes. O aumento da carga imposta por passe pode ser atribuído ao aumento da densidade de discordâncias, em função do encruamento do material. O ensaio foi realizado em duas etapas para todas as amostras. Isso foi necessário, pois viu-se a necessidade de acoplar na matriz de ECAP um extensor, em virtude do comprimento da amostra, logo assim que atingisse o limite, era necessário retirada para dar continuidade ao ensaio.

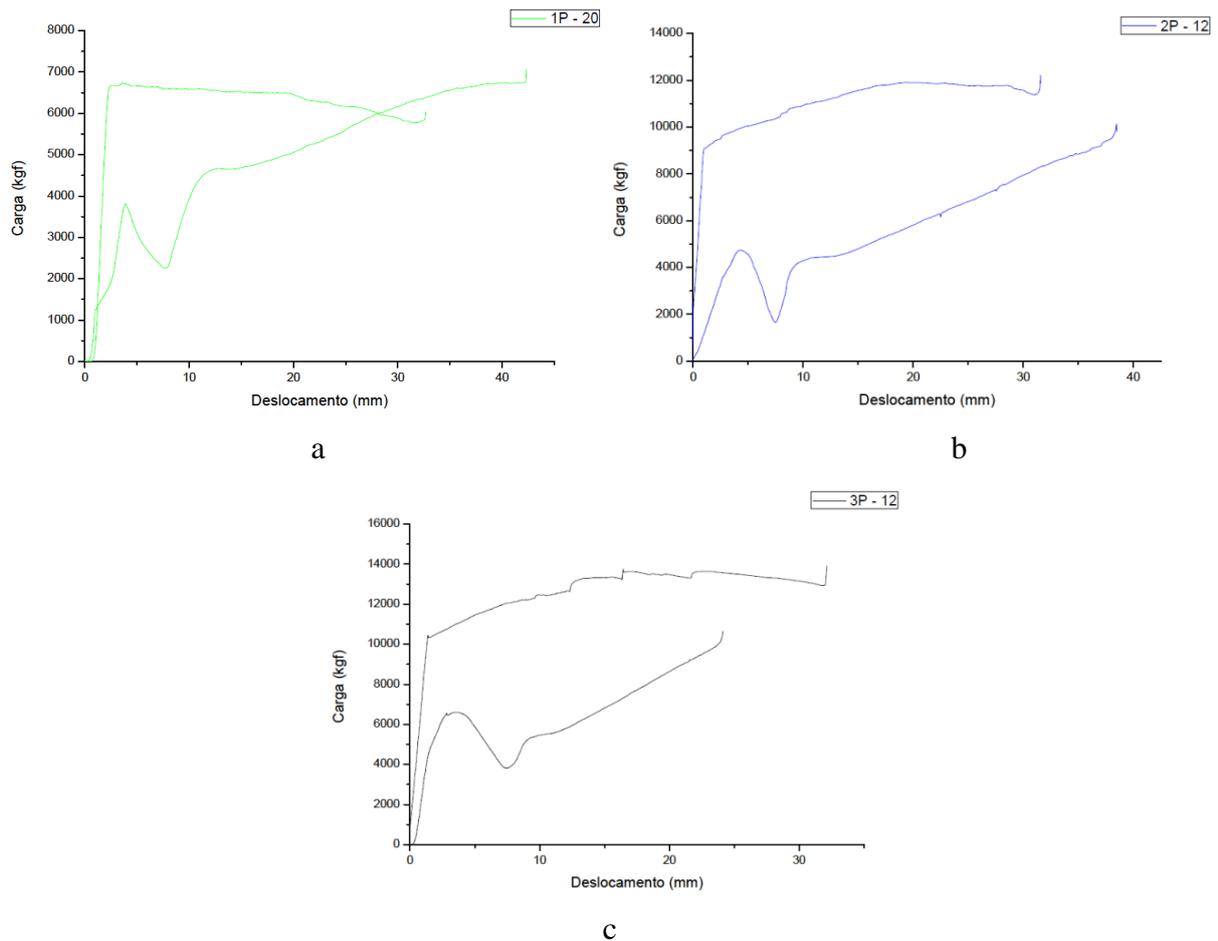


FIG. 5.5: Gráfico de carga x deslocamento obtido no ensaio de ECAP a 300 °C.

Na FIG. 5.5, nota-se que quando o material é pressionado a passar na matriz a carga aumenta, no qual a amostra passa pelo canal ocorre um decréscimo na carga e logo em seguida um novo acréscimo. Depois outro CP era inserido na matriz com o intuito de sequenciar o ensaio e também obter a retirada completa da amostra.

### 5.3.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA APÓS O ECAP

As análises foram realizadas paralelas ao plano longitudinal. Logo após o primeiro passe, FIG. 5.6 (a) nota-se o aparecimento de maclas de deformação (linhas cruzando os grãos inteiros) e o alongamento dos grãos na direção de cisalhamento da matriz. Essas maclas se iniciam nos limites de grãos e terminam no interior dos grãos, podendo chegar até o limite do

outro grão. Após o segundo passe, FIG. 5.6 (b), fica mais difícil distinguir os limites dos grãos em virtude da deformação plástica severa.

Com o incremento do 3º passe (FIG. 5.6 (c)), pode-se notar o refinamento na microestrutura do material, além da intensificação das bandas de deformação e a homogeneização das estruturas de deformação. As bandas de deformação são encontradas nas regiões da amostra onde provavelmente o cisalhamento foi mais intenso (HUGHES & HANSEN, 1997; HUANG, C. X. et al, 2008; ITO e HORITA, 2009 ; YAN et al, 2012; KLIAUGA et, al., 2014; SALOUT et, al., 2018).

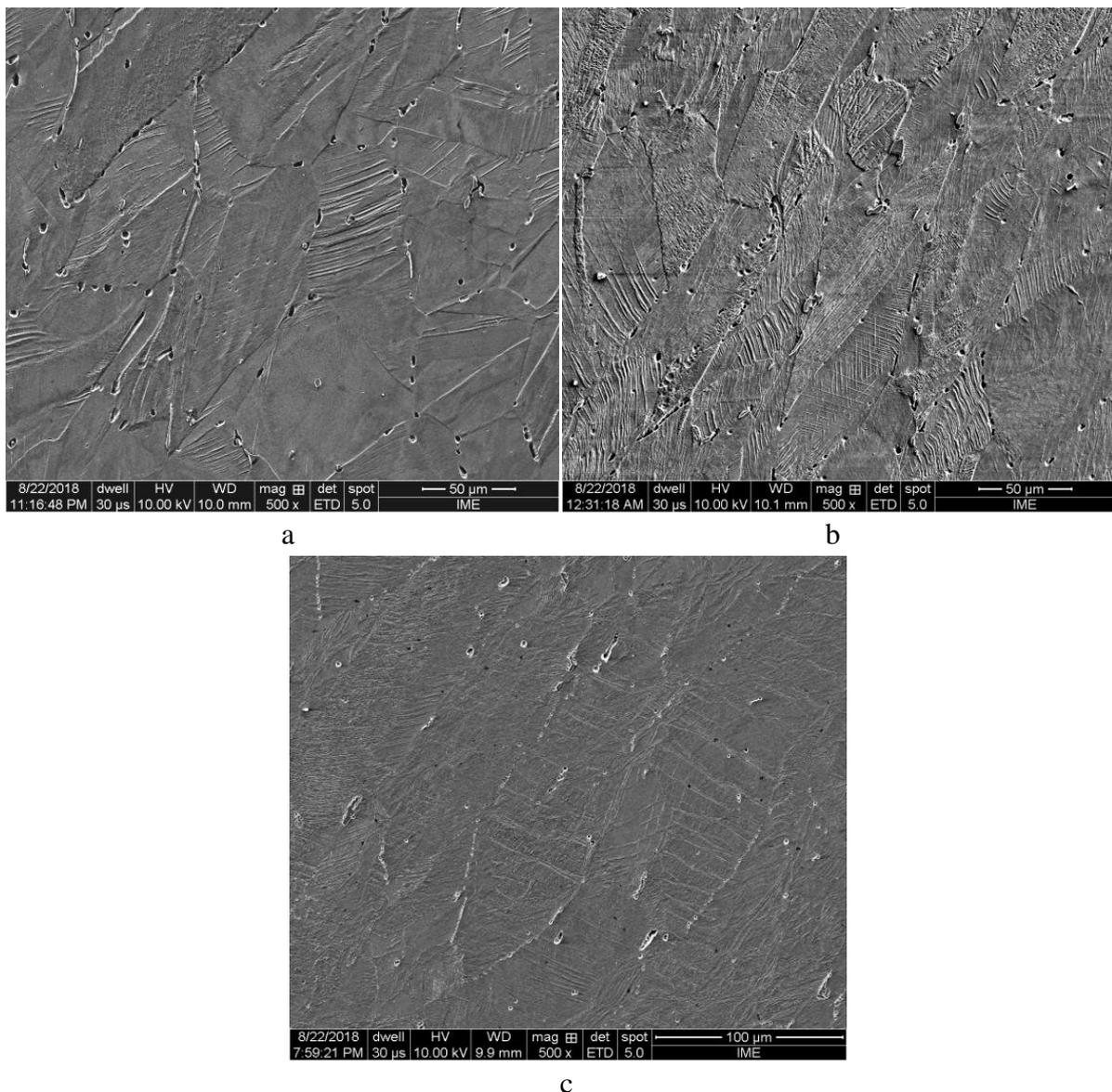


FIG. 5.6: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal das amostras submetidas ao ECAP a) 1P, b) 2P e c) 3P.

### 5.3.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X APÓS O ECAP

A análise de difração de raios X foi utilizada com intuito de comprovar que o ensaio de ECAP a 300°C não proporcionou transformação martensítica no material ensaiado, além disso, foram realizados ensaios para identificação e quantificação das fases.

Na FIG. 5.7, são mostrados os perfis de difração das amostras 1P, 2P e 3P. Nota-se que às amostras 1P, 2P e 3P (submetidas ao processo de deformação plástica) não sofreram transformação de fases, como era objetivado nessa fase do trabalho. Vale ressaltar também a ocorrência de um alargamento e uma variação na intensidade dos picos, isso pode ser atribuído pelo alto grau de deformação introduzida no material e conseqüentemente ao aumento na densidade de discordâncias.

Mais uma vez, a identificação dos picos referentes aos planos austeníticos ((111), (200), (220), (311) e (222)) foi realizada através da análise qualitativa, para isso foi utilizada a ficha ICDD (00-047-1417 para a fase  $\gamma$ , estrutura de CFC).

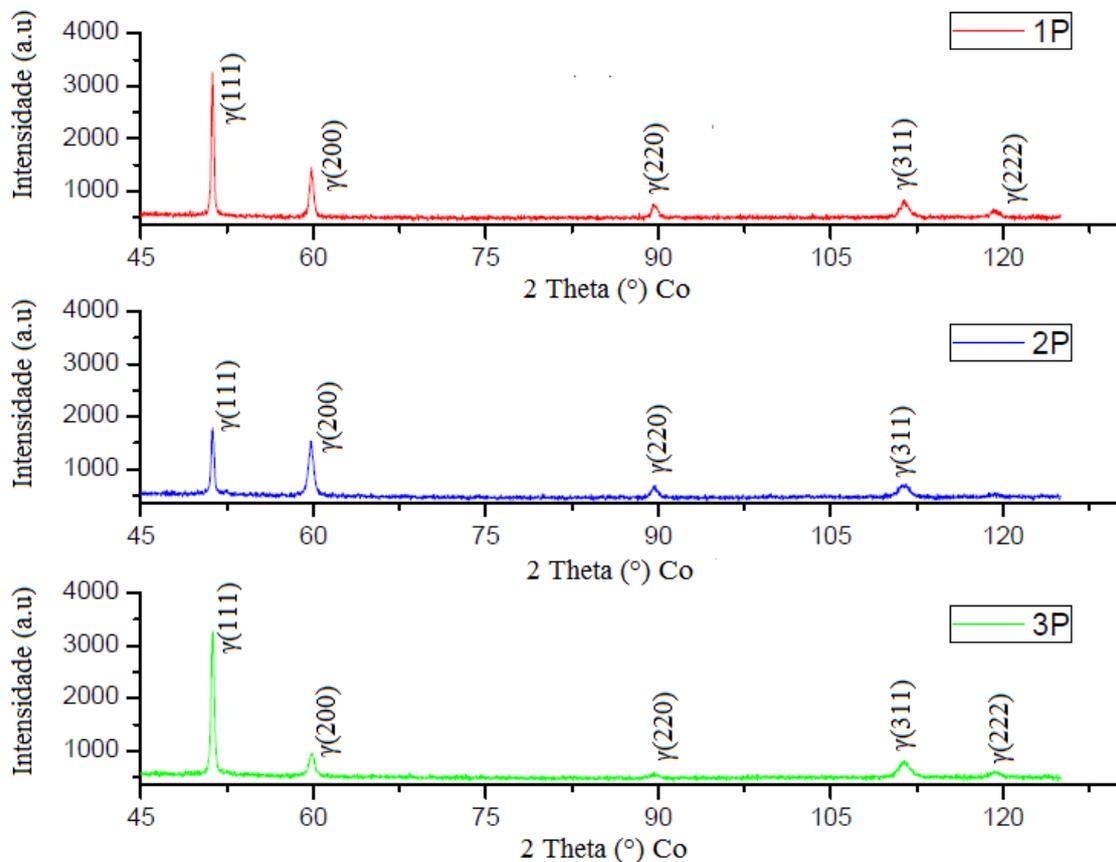


FIG. 5.7: Espectros de difração das amostras 1P, 2P e 3P.

A TAB. 5.5 apresenta os resultados da quantificação das fases oriundo do ensaio de ferritoscopia. Os resultados apresentados referem-se à média de 10 medidas realizadas em 3 amostras para as condições 1P, 2P e 3P.

TAB. 5.5: Resultados de ferritoscopia das amostras 1P, 2P e 3P.

Amostra	$\alpha'$ (V%)	$\gamma$ (V%)	Desvio Padrão
1P	0,57	99,43	0,15
2P	0,57	99,43	0,10
3P	0,65	99,35	0,15

A indicação de pequenos percentuais da fase martensita encontrados no ensaio de ferritoscopia podem ser atribuídos ao processo de usinagem das amostras entre os passes, uma vez que as medições foram realizadas nas superfícies dos CP's cilíndricos. HUANG e colaboradores (2011) observou a formação de martensita ocasionado pela usinagem entre os passes.

As texturas cristalográficas obtidas foram representadas em notação de Bunge e foram apresentadas somente para as funções de distribuição de orientação cristalográficas (FDOC) dos ângulos de phi 0 e 45°C.

Com auxílio das FDOC's pode-se analisar a textura apresentada na figura para amostra 0P (FIG. 5.8). A textura pode ser considerada aleatória, isso em virtude da fraca intensidade das componentes. Na FIG. 5.9 referente às FDOC's da amostra 1P, ocorreu o aparecimento das componentes cubo rodado  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  com intensidade máxima de 2,4, Goss rodado  $\{011\} \langle 0\bar{1}1 \rangle$  com intensidade de 1,89 e da componente pertencente a fibra alfa  $(114) \langle 1\bar{1}0 \rangle$  com 2,55. Para o segundo passe (FIG. 5.10) nota-se o fortalecimento das componentes de cubo rodado com intensidade 4,05 e Goss rodado com intensidade de 4,05. Com relação à amostra 3P (FIG. 5.11) ocorreu o enfraquecimento da componente pertencente a fibra alfa  $(113) \langle 1\bar{1}0 \rangle$  com intensidade 2,9 e o desaparecimento das componentes Goss rodado e cubo rodado.

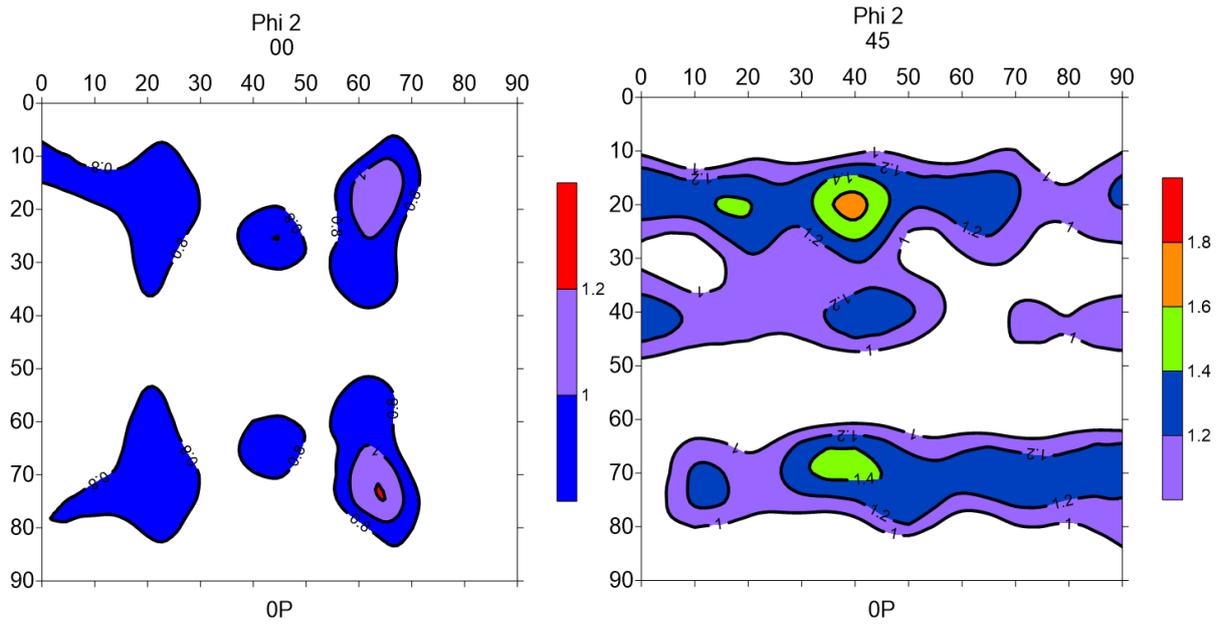


FIG. 5.8: FDOC para (a)  $\phi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\phi_2 = 45^\circ$  da amostra 0P.

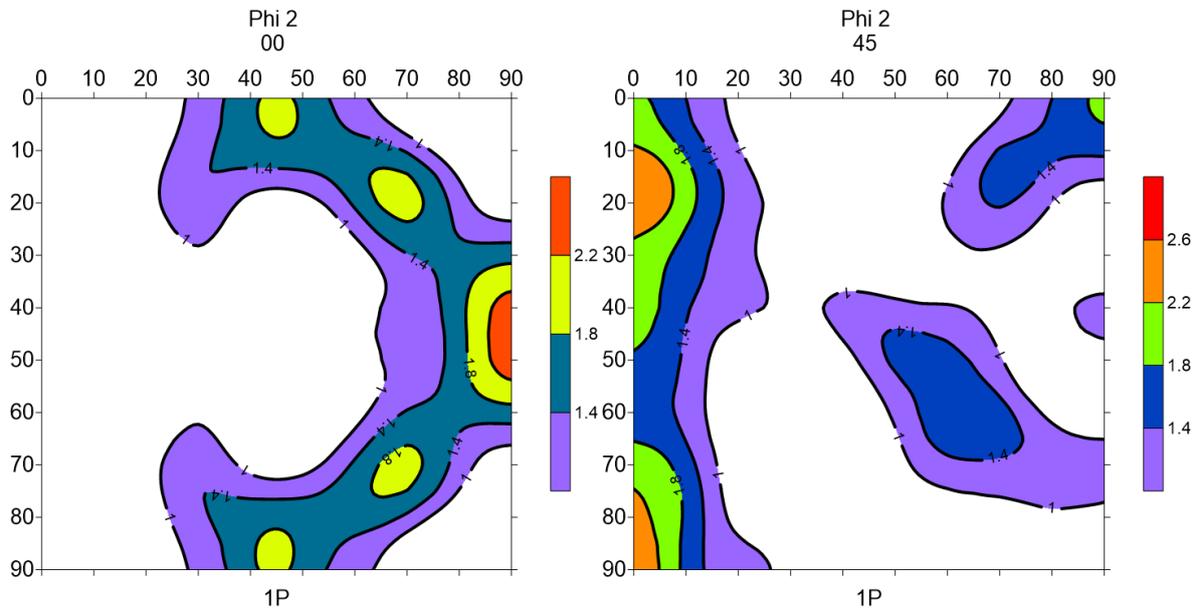


FIG. 5.9: FDOC para (a)  $\phi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\phi_2 = 45^\circ$  da amostra 1P submetida ao ECAP.

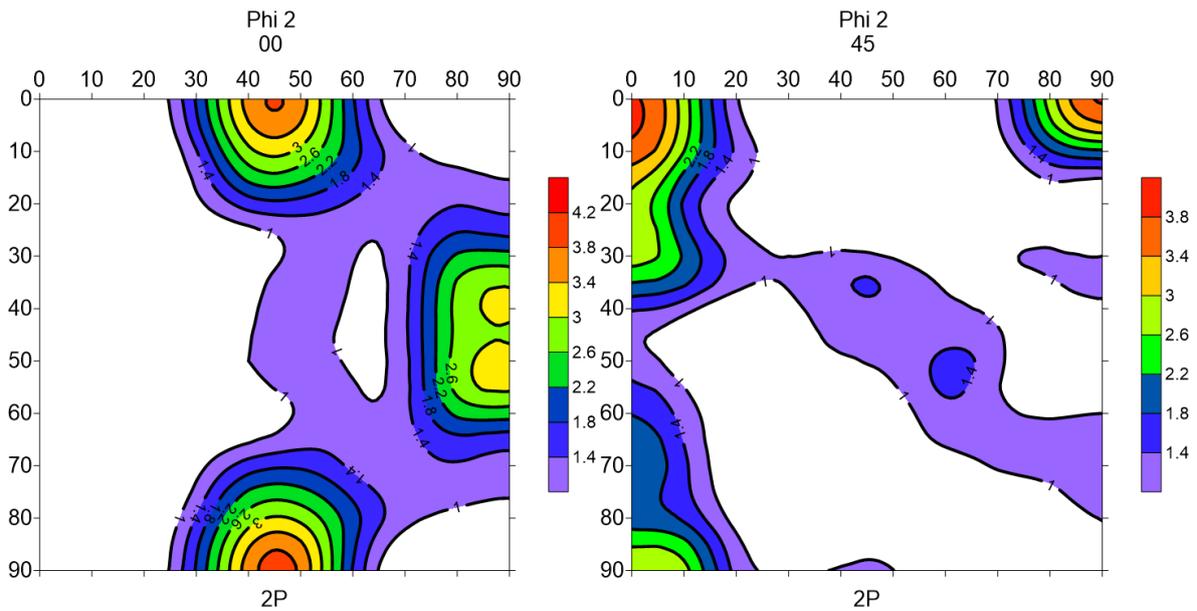


FIG. 5.10: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 2P submetida ao ECAP.

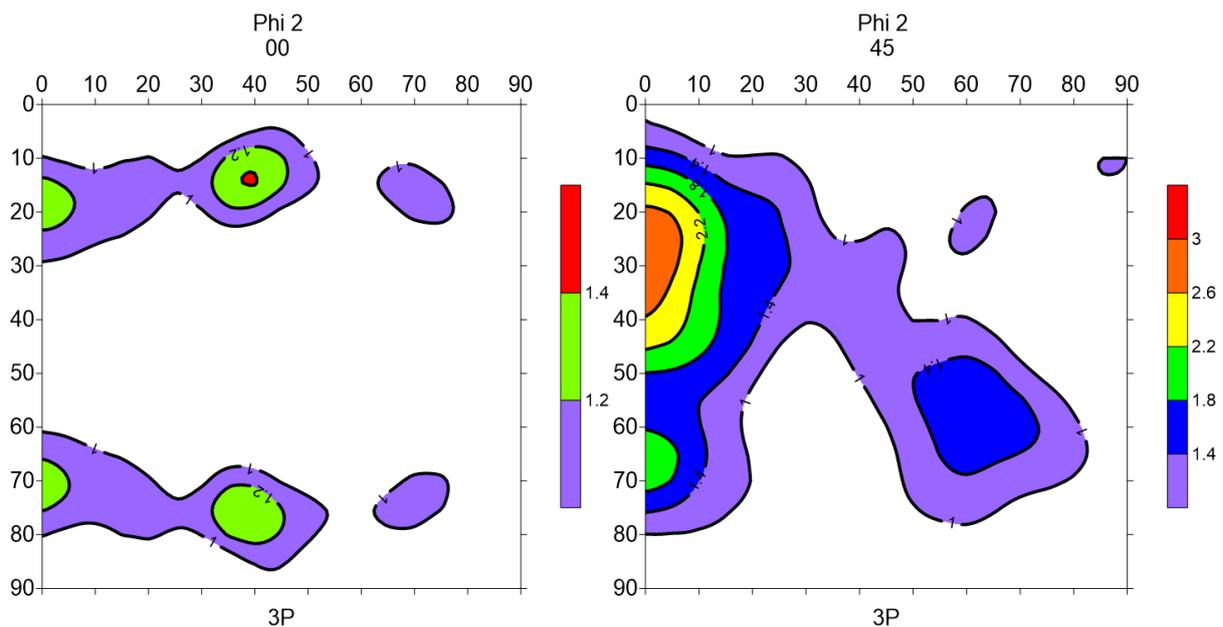


FIG. 5.11: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 3P submetida ao ECAP.

A textura formada pelo processo de ECAP está coerente com a literatura. Segundo Valiev e Langdon (2006), a rota  $B_C$  tem por característica a formação de textura com componentes  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ , logo para materiais CFC o processo de deformação via ECAP procede principalmente por cisalhamento puro.

Com relação à baixa intensidade da textura formada, justifica-se também pela rota empregada no processamento, ou seja, a rota  $B_C$  era esperado esse resultado, uma vez que

essa rota é reconhecida por apresentar o desenvolvimento de texturas fracas. Como já mencionado, os deslizamentos ocorridos no primeiro passe são restaurados no terceiro passe, isso ocorre devido à direção de cisalhamento ser a mesma, mas com sentido oposto. Segundo Sousa e colaboradores (2018), a intensidade da textura em materiais processados por ECAP diminui com o aumento do número de passagem e quase desaparece no terceiro ou quarto passe. Conforme relatado por EL DANAF (2008), a imposição de tensões de natureza cisalhante contribui para o enfraquecimento da textura, promovendo a recuperação dinâmica induzida mecanicamente.

### 5.3.3 EBSD APÓS O ECAP

Os três próximos conjuntos de imagens constituem-se de mapas oriundos da técnica de EBSD para as amostras deformadas via ECAP. Ao analisar as imagens de EBSD é possível observar regiões que não foram indexadas, na cor preta. Segundo VERBEKEN e coautores (2009), em microestruturas complexas, com alto grau de deformação, com elevada densidade de defeitos e microestrutura refinada, a captação inadequada de padrões pode proporcionar erros e diminuir a capacidade de indexação.

Como pode ser visto pelo mapa de fases (FIG. 5.12 (a), FIG. 5.13 (a), FIG. 5.14 (a)) de todas as amostras não foi evidenciada nenhuma transformação de fases. Através do mapa de distribuição de grãos (FIG. 5.12 (b), FIG. 5.13 (b), FIG. 5.14 (b)) torna-se evidente o refinamento do grão em virtude do incremento dos passes de ECAP. Nota-se também, na FIG. 5.12 (b) que os grãos assumem aspectos elípticos e se alongam na direção de cisalhamento. A partir do segundo passe FIG. 5.13 (b), observa-se uma acentuada fragmentação dos grãos e o início da formação de subestruturas e bandas de deformação.

Segundo VALIEV e LANGDON (2006), as subestruturas são formadas devido a elevada densidade de discordâncias que é introduzida nos grãos. Com o aumento da deformação e consequentemente da densidade de discordâncias, as células de discordâncias que originalmente possuem contornos de baixo ângulo, transformam-se em contornos de alto ângulo. Em virtude das elevadas tensões cisalhantes impostas pelo processo de deformação ocorre a formação de bandas de deformação.

Depois do terceiro passe FIG. 5.14 (b), ocorre à intensificação da formação dessas subestruturas, assim como das bandas de deformação, entretanto, observa-se ainda uma microestrutura bem heterogênea (HAASE et, al. 2016.).

Os mapas de misorientação das amostras 1P (FIG. 5.12 (c)), 2P (FIG. 5.13 (c)) e 3P (FIG. 5.14 (c)) apresentam grãos coloridos a partir de uma cor sólida, entretanto, com o incremento da deformação, no interior de cada grão há a existência de diferentes intensidades da mesma cor. Assim como na textura, nota-se uma tendência no acréscimo nas diferenças de orientação para o primeiro e segundo passe, uma vez que se percebe um aumento nas diferentes tonalidades de cores. Entretanto, para o terceiro passe ocorre a diminuição da misorientação, com regiões com poucas diferenças de orientação. Nota-se uma maior solidez na cor azul. Nesta amostra, a mudança de orientação pode ser atribuída a pequenos grãos que foram fragmentados durante o processamento. Isso indica que ocorreu uma recuperação significativa do material, promovendo a formação de subgrãos bem delimitados. HUANG e colaboradores (2010) estudaram o comportamento mecânico do aço inoxidável 301 processado por ECAP, à vista disso observaram que após quatro passes a 250 °C via rota B<sub>C</sub>, os grãos grosseiros foram transformados em grãos ultrafinos, que os limites de grãos não são bem definidos em virtude da presença de subgrãos e maclas de deformação dentro dos grãos.

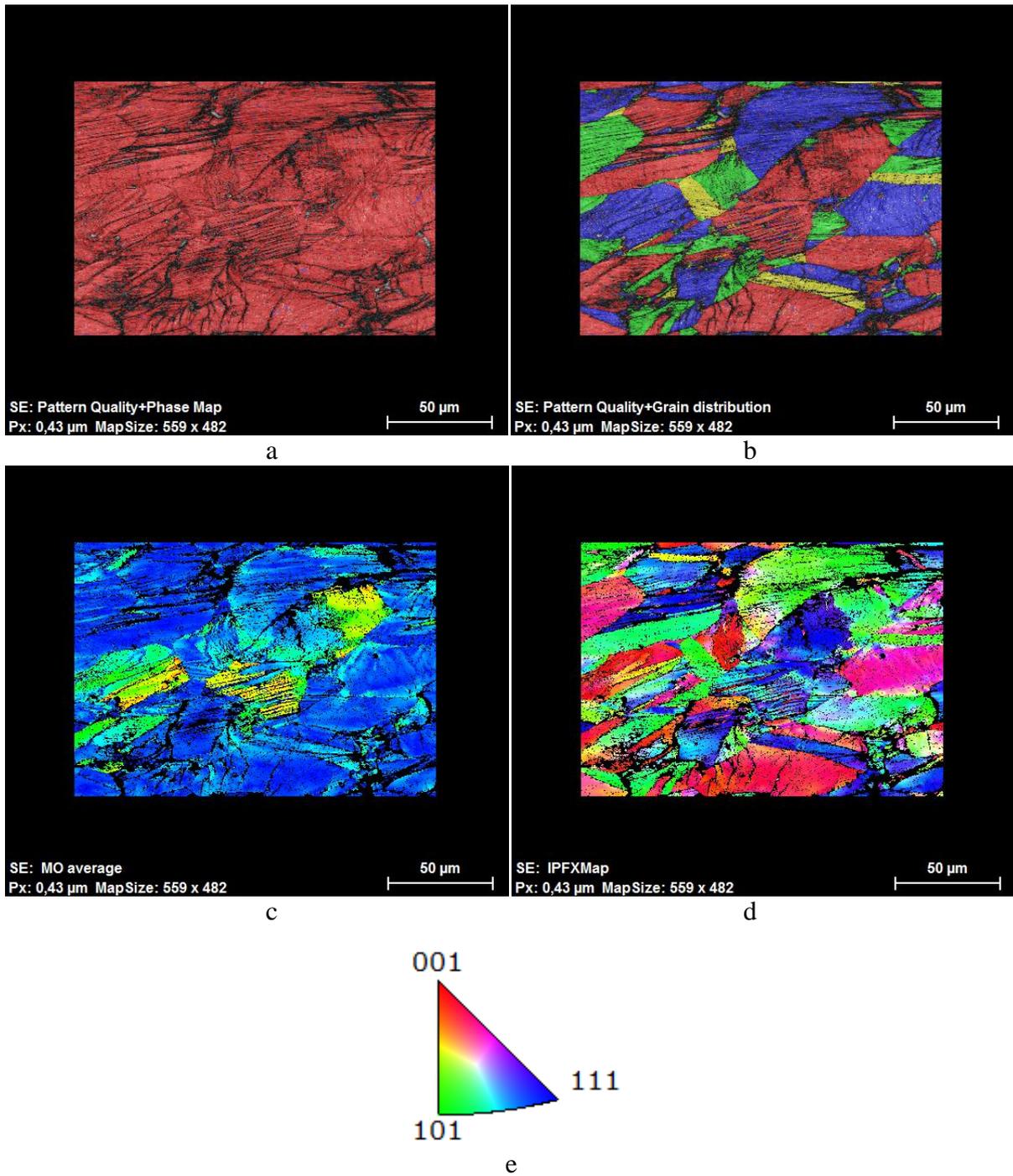


FIG. 5.12: Imagens de EBSD para amostra 1P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

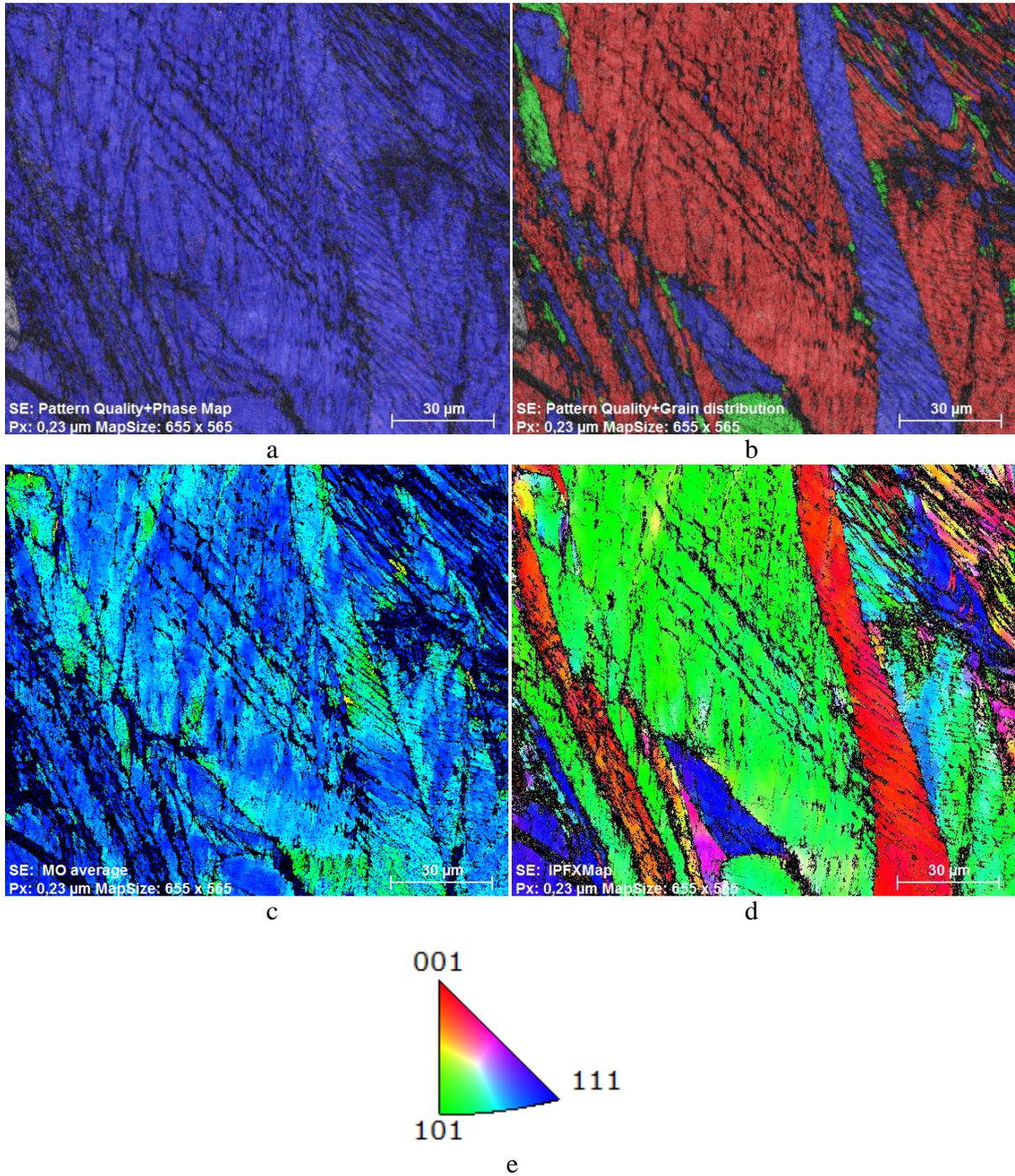


FIG. 5.13: Imagens de EBSD para amostra 2P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa

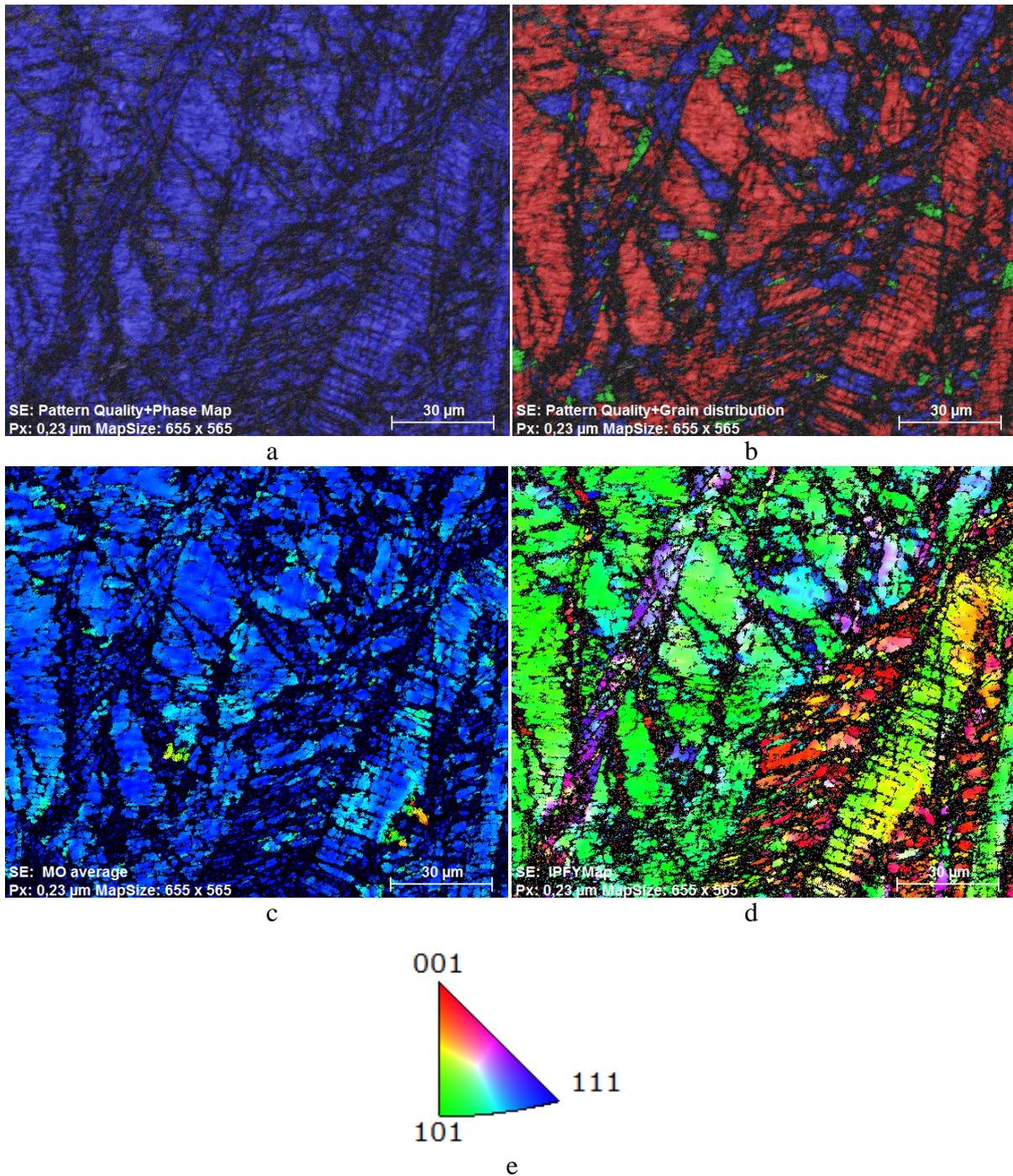


FIG. 5.14: Imagens de EBSD para amostra 3P: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa

O tamanho e a frequência dos grãos também foram medidos através da técnica de EBSD. Assumiu-se como grão região com contornos com circunvizinhança com desorientação maior que  $15^\circ$ . Os tamanhos de grãos médios encontrados foram os seguintes:  $23,6 \mu\text{m}$  (CR);  $91,7 \mu\text{m}$  (OP);  $29,9 \mu\text{m}$  (1P);  $11,6 \mu\text{m}$  (2P) e;  $2,55 \mu\text{m}$  (3P).

Tem-se na FIG. 5.15 um gráfico da frequência dos tamanhos de grãos. Logo, observou-se que para as amostras CR e 0P só apresentaram grãos considerados grandes (Grande:  $TG > 10 \mu\text{m}$ ) e médios (Médio:  $10 \mu\text{m} > TG > 1 \mu\text{m}$ ). Iniciado o processo de DPS ocorreu o decréscimo dos grãos grandes, até quase sua extinção no terceiro passe, contudo ocorre um aumento nos grãos considerados médios no primeiro e segundo passe. A partir do primeiro passe também se verificou o início da fragmentação dos grãos, visto que ocorre a diminuição acentuada do grão considerado grande e o surgimento de grãos finos/pequenos (Pequeno:  $TG < 1 \mu\text{m}$ ) e a frequência desses grãos aumentou com aplicação dos demais passes.

A coexistência de grãos grandes, médios e pequenos evidencia a heterogeneidade da microestrutura. Alguns estudos na literatura indicam que somente após sexto ou oitavo passe a microestrutura alcançaria homogeneidade do tamanho de grão (DE VINCENTIS et, al., 2015; SOUSA, 2018).

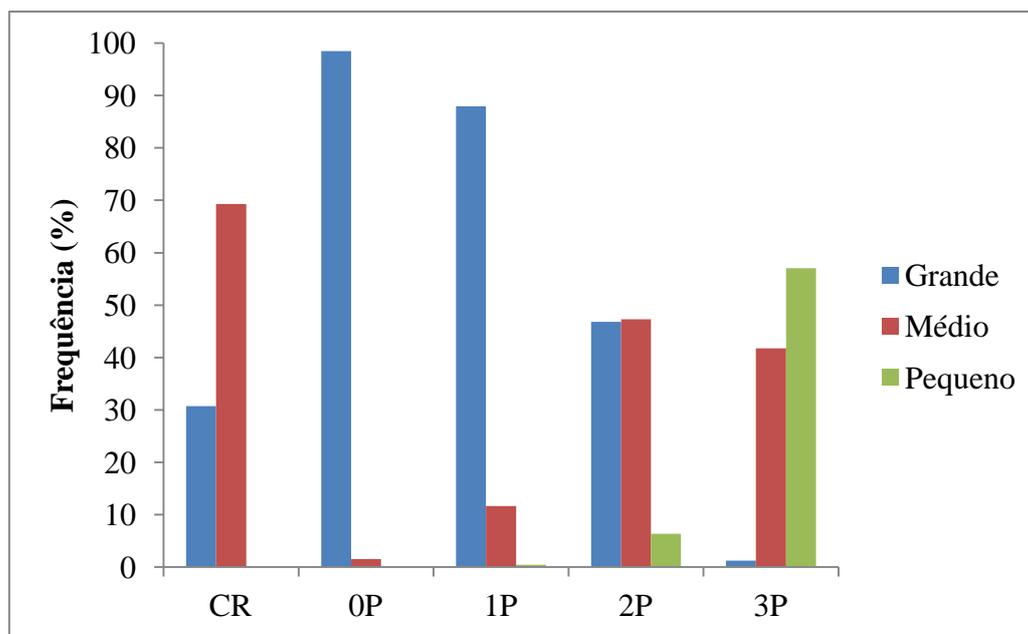


FIG. 5.15: Gráfico de distribuição dos tamanhos de grão das amostras processadas via ECAP.

Segundo Kapoor (2017) o refinamento de grãos obtidos por processamentos que envolvem DPS, ocorre através de um mecanismo denominado recristalização dinâmica (DRX). A literatura divide a DRX de duas formas; recristalização dinâmica contínua (cDRX) e recristalização dinâmica geométrica (gDRX). Para o cDRX, novos grãos são divididos em células e subgrãos que ocasionalmente se desenvolvem em contornos de grãos de alto ângulo que se movimentam. Já para o gDRX, as grandes deformações produzem novos contornos de

grãos serrilhados, que não se movem, mas se tocam e se unem, ocasionando a formação de uma microestrutura composta de grãos finos. Eles são criados incessantemente a partir de discordâncias geometricamente necessárias (GND's) (SOUZA, 2018).

A incidência tanto do cDRX quanto gDRX é influenciado pela energia de falha de empilhamento do material, logo para materiais com baixa energia, como os AIA's, as estruturas de discordâncias são mais estáveis, portanto sua eliminação só será possível pela movimentação dos contornos de grãos (cDRX) (TOTH et al., 2014)

### 5.3.4 MICRODUREZA VICKERS

Os resultados de microdureza Vickers estão resumidos na FIG. 5.16. Nesse gráfico existe a correlação das medidas de dureza com a densidade de discordâncias ( $\rho$ ).

Os resultados evidenciaram um aumento significativo na dureza do material comparado com as condições iniciais (amostras CR e OP). Essa elevação pode ser justificada tanto ao fato do material ter uma grande capacidade de encruamento, bem como um aumento na densidade de discordâncias e pelo refinamento de grão provocado pelo processamento.

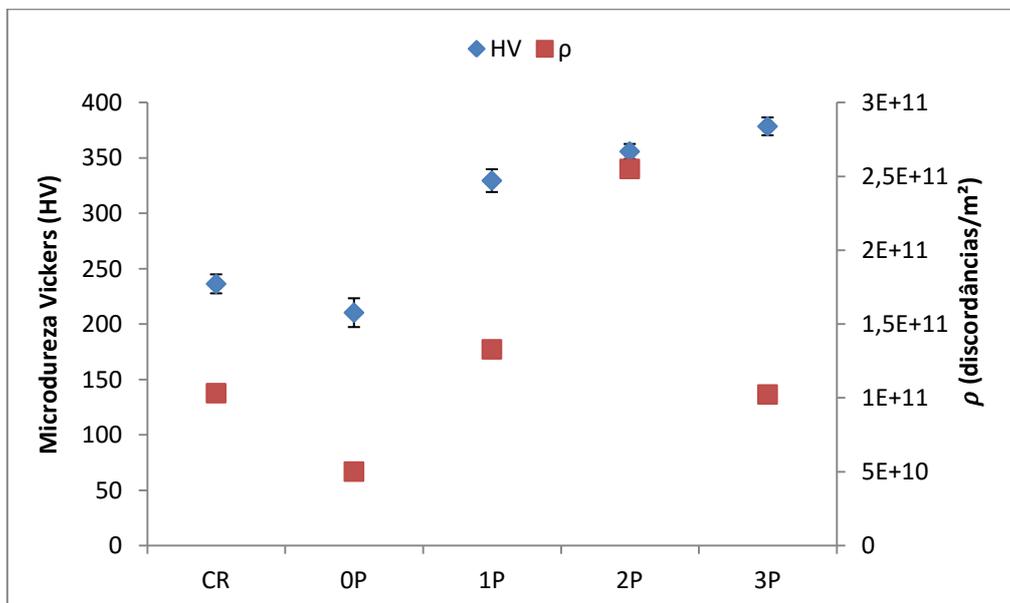


FIG. 5.16: Gráfico de microdureza Vickers por densidade de discordâncias.

Observou-se também um acréscimo nas durezas do material de 1P (57%), 2P (69%) e 3P (80%), quando comparadas com a amostra 0P. Os resultados de densidade de discordâncias também evidenciaram a tendência de aumento com o incremento da deformação. Entretanto, a amostra 2P apresentou um valor de  $\rho$  maior que a amostra 3P. Isso pode ser justificado em virtude da rota de processamento, uma vez que a rota BC tende a restaurar os deslizamentos realizados, ademais, para níveis elevados de deformação começa a operar uma competição entre a geração e aniquilação de discordâncias devido ao processo de recuperação dinâmica, conforme visto por SOUSA, et al, (2018) e EL DENAF (2008). Essa recuperação está em consonância com os resultados de textura e com o difratograma já apresentados para a amostra 3P. Em contrapartida, há o contínuo aumento da dureza, que se justifica pela redução do tamanho de grão, a transformação de grãos grandes em médios.

#### 5.4 FORJAMENTO ROTATIVO

O forjamento rotativo foi realizado a temperatura ambiente sob refrigeração. Foram retiradas amostras com 20% de redução e alcançado um total de 35% de redução de espessura.

O processamento foi interrompido com 35%, uma vez que surgiram trincas e uma descamação superficial nos corpos-de-prova, visando preservar a integridade física das amostras (vide FIG. 5.17). Acredita-se que o tenha alcançado o limite de endurecimento do aço inox. As amostras 2P-FR-35% e 3P-FR-35% foram as que apresentaram trincas e descamação mais intensa.

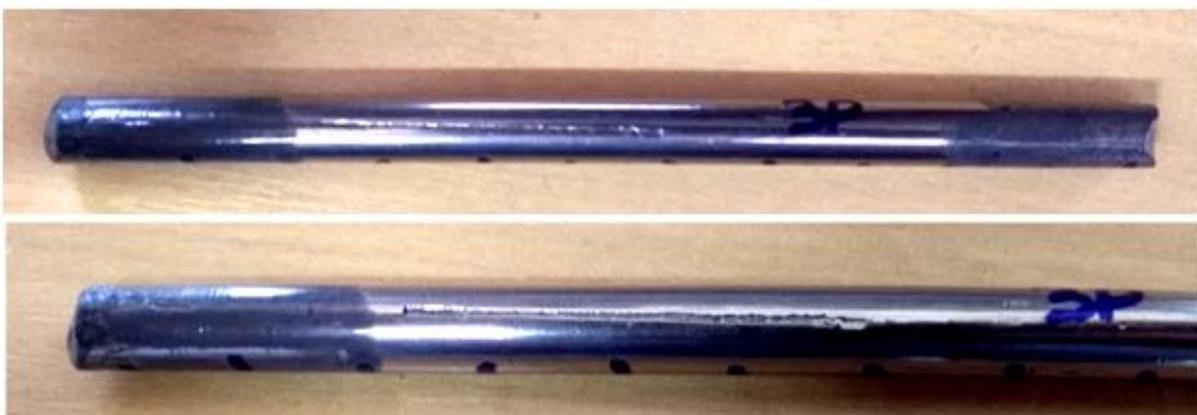


FIG. 5.17: Trinca e descamação na 3P-FR-35%.

#### 5.4.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) APÓS O FORJAMENTO ROTATIVO

Com intuito de compreender melhor a microestrutura do material submetido ao forjamento rotativo, foram realizadas imagens de microscopia eletrônica de varredura utilizando o detector de elétrons secundários.

As análises foram realizadas paralelas ao plano longitudinal. Para as FIG. 5.18 e FIG. 5.19, mesmo após o forjamento, é possível ver a delimitação dos grãos, nota-se que eles estão alongados na direção do forjamento. No interior dos grãos austenítico deformados, ocorre o aparecimento de agulhas finas de martensita  $\alpha'$  que se cruzam. Em outros casos em função da orientação elas se encontram dispostas paralelas uma das outras. Percebe-se também a presença de bandas de deformação na forma de linhas onduladas na microestrutura.

Com o aumento da deformação as agulhas tornam-se menos evidentes e, é possível notar um refinamento maior da microestrutura, como pode ser visto nas amostras FIG. 5.20 e FIG. 5.21. A dificuldade em ver claramente as agulhas deve-se ao fato da formação de subgrãos, logo a martensita formou-se no interior desses subgrãos. Como visto nos mapas de EBSD (5.3.3) a partir do segundo passe já não foi possível delimitar os limites dos grãos em virtude do refino dos mesmos, logo nesse estágio, também não foi possível efetuar a distinção dos limites, pois o tamanho do grão deve estar ainda mais reduzido. Outro ponto que vale ressaltar é que a microestrutura encontra-se mais homogênea, uma vez que para as condições 0P-FR-35% e 1P-FR-35% é possível ver regiões com diferentes morfologias.

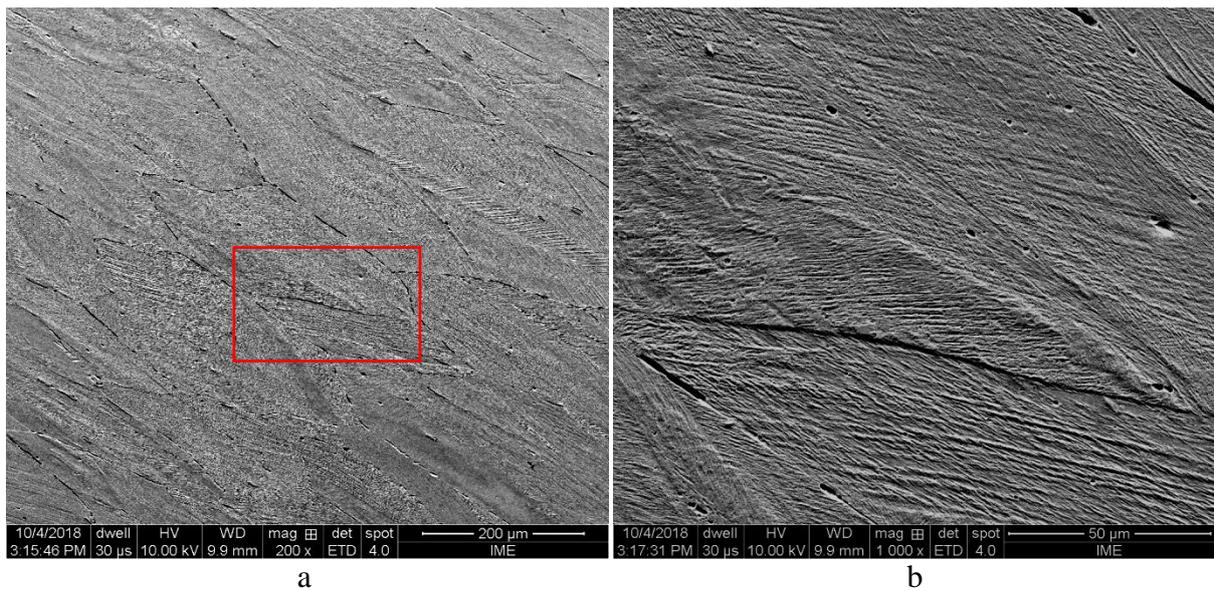


FIG. 5.18: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 0P -FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.

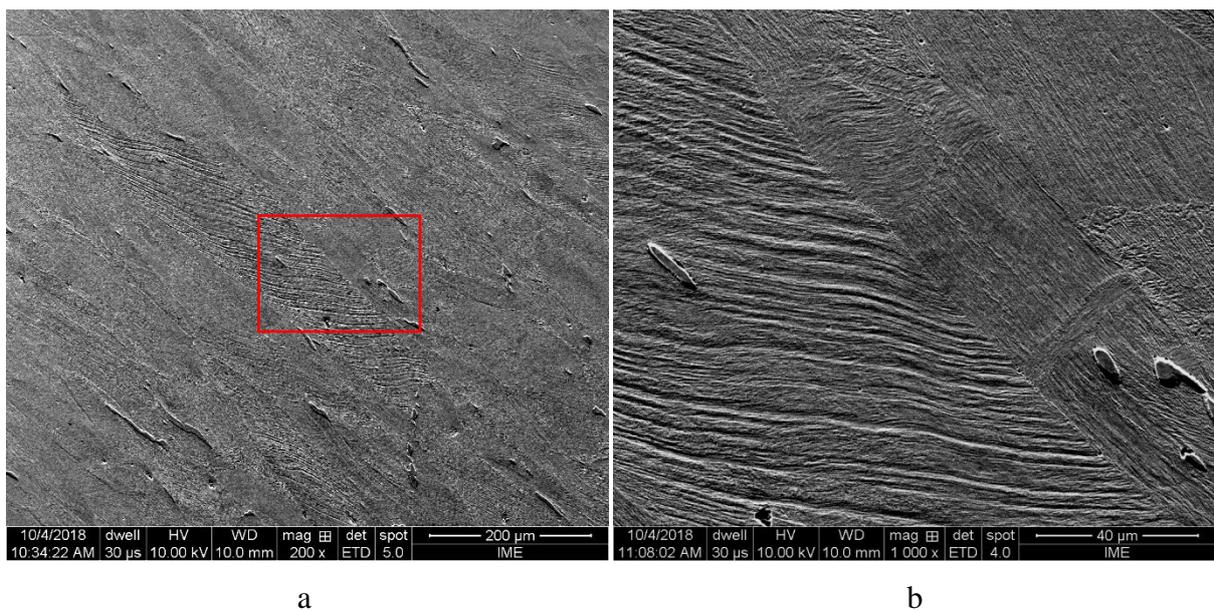


FIG. 5.19: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 1P-FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.

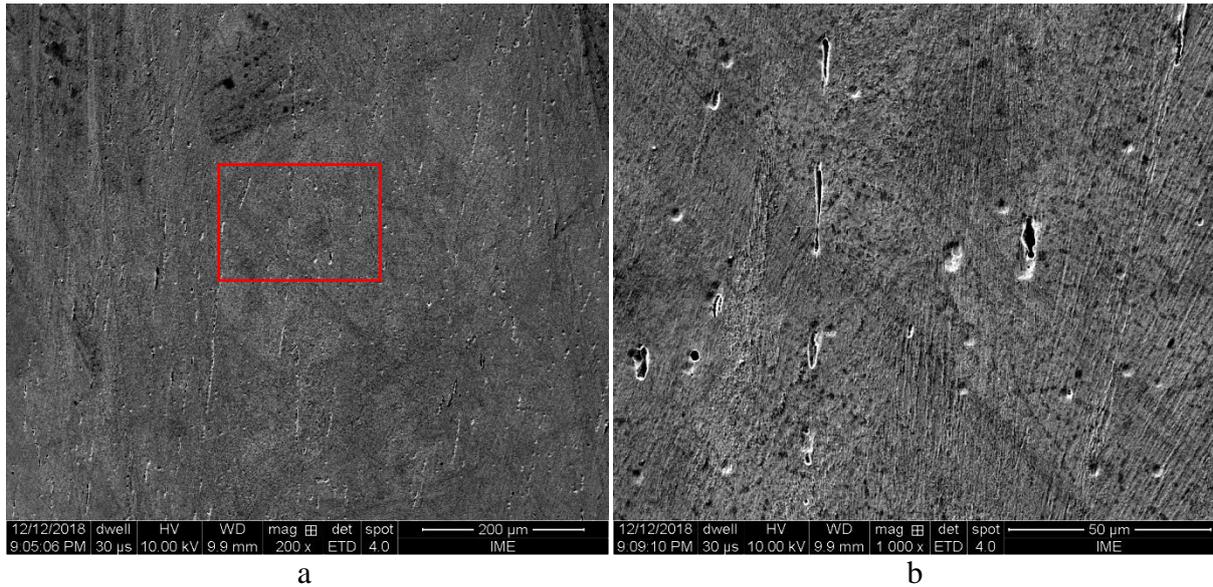


FIG. 5.20: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 2P-FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.

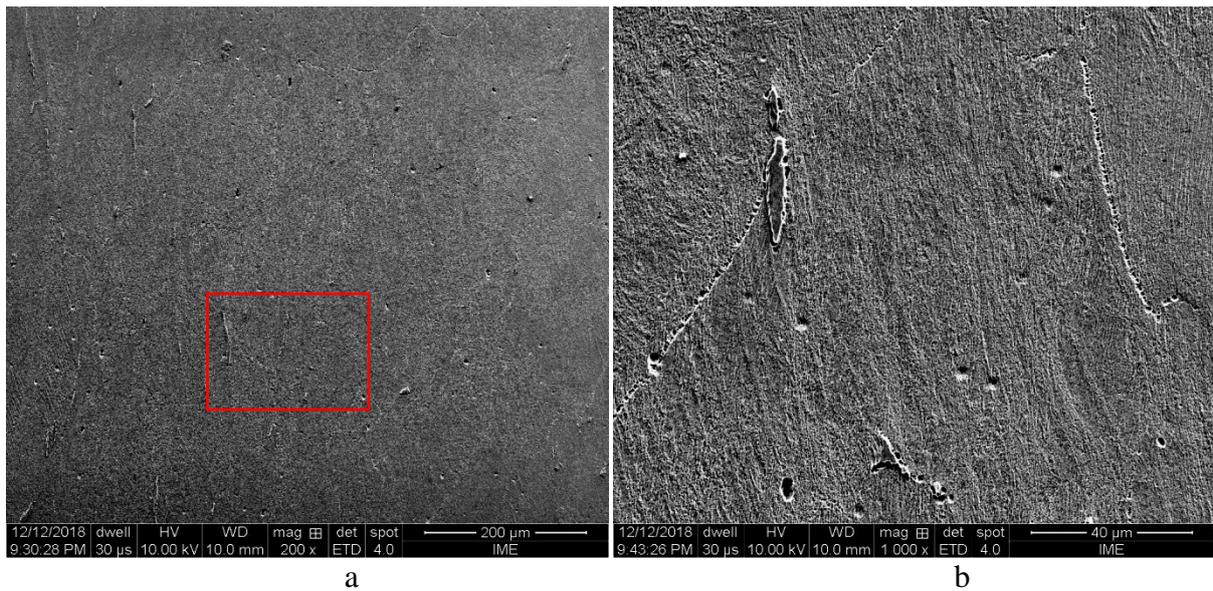


FIG. 5.21: Micrografias em MEV (detector de elétrons secundário) no sentido longitudinal da amostra 3P-FR-35% submetida ao forjamento rotativo a) 200x e b) 1000x.

Nos grãos de austenita, há presença de regiões encruadas que são austenita e regiões em que ocorreu a transformação da austenita em martensita. Entretanto, não é possível delimitar onde começa ou termina cada região. Logo a deformação macro do material, ocorre por dois motivos, encruamento clássico do material cúbico de face centrada e a transformação martensítica, proporcionado o desenvolvimento de uma microestrutura mista, constituída de austenita encruada e martensita fruto do efeito TRIP.

#### 5.4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X APÓS O FORJAMENTO ROTATIVO

A difração de raios X foi utilizada para avaliar o desenvolvimento e a evolução da transformação martensítica induzida pelo forjamento rotativo. Foi utilizada novamente a análise qualitativa com auxílio do programa X'Pert HighScore Plus, para identificação dos picos associados aos planos austeníticos ((111), (200), (220), (311) e (222)) e martensíticos ((110), (200), (211) e (220)), para isso foram utilizadas as fichas ICDD (00-047-1417 para a fase  $\gamma$  e 03-065-7753 para a fase  $\alpha'$ ).

Na FIG. 5.22 foram apresentados os espectros das amostras com 20% de deformação e na FIG. 5.23 os com 35% de deformação. Percebe-se que nos espectros das amostras com 20% os picos com maior intensidade são predominantemente austeníticos.

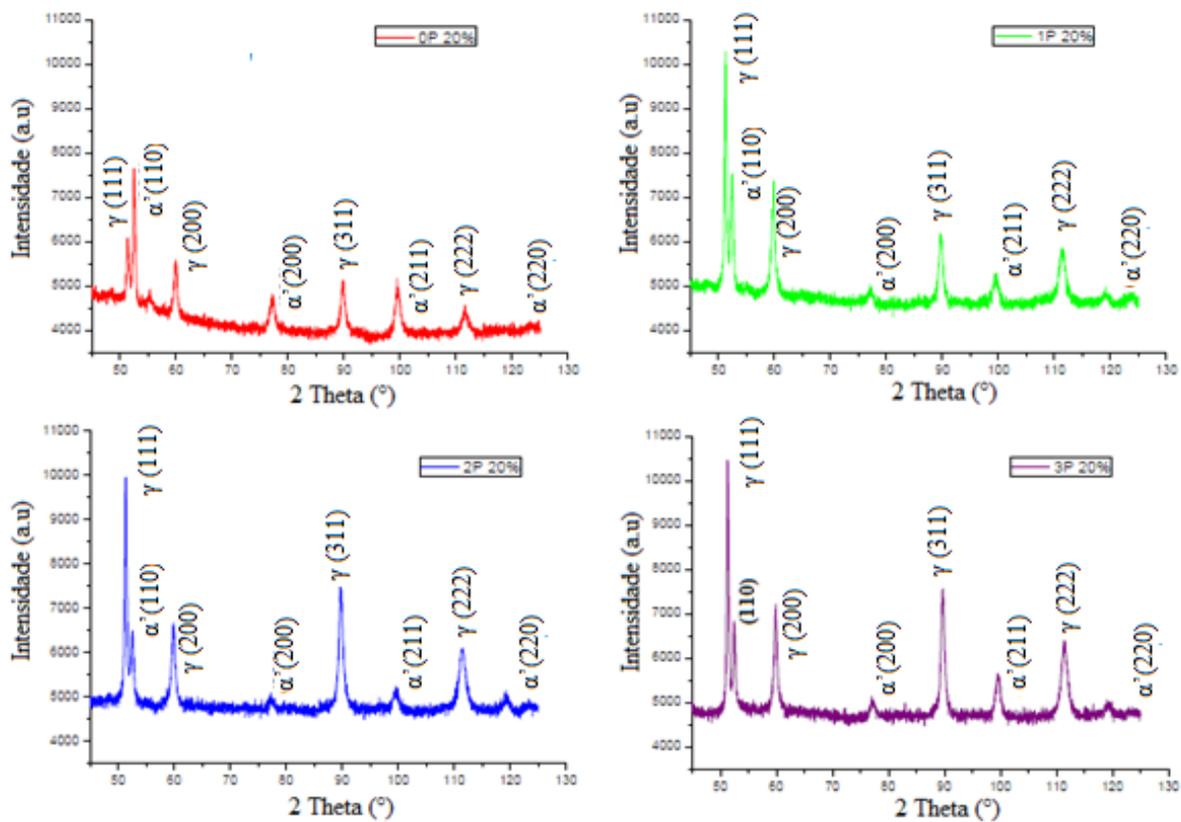


FIG. 5.22: Espectros de difração das amostras, a) 0P-FR-20%, b) 1P-FR-20%, c) 2P-FR-20% e d) 3P-FR-20%, submetidas a 20% de deformação via forjamento rotativo.

Com o incremento da deformação, alcançando a 35% (FIG. 5.23) ocorre o alargamento e o consumo dos picos austeníticos pelos martensíticos, fazendo com que a intensidades dos picos austeníticos diminuíssem, chegando a ocorrer até mesmo à inversão, ou seja, em alguns casos os picos com maior intensidade se tornam os picos martensíticos. O alargamento dos picos está associado ao aumento da densidade de discordância ocasionado pelo progresso da deformação a frio, que pode ser justificado pelo efeito do Mn no expoente de encruamento da série 201 LN.

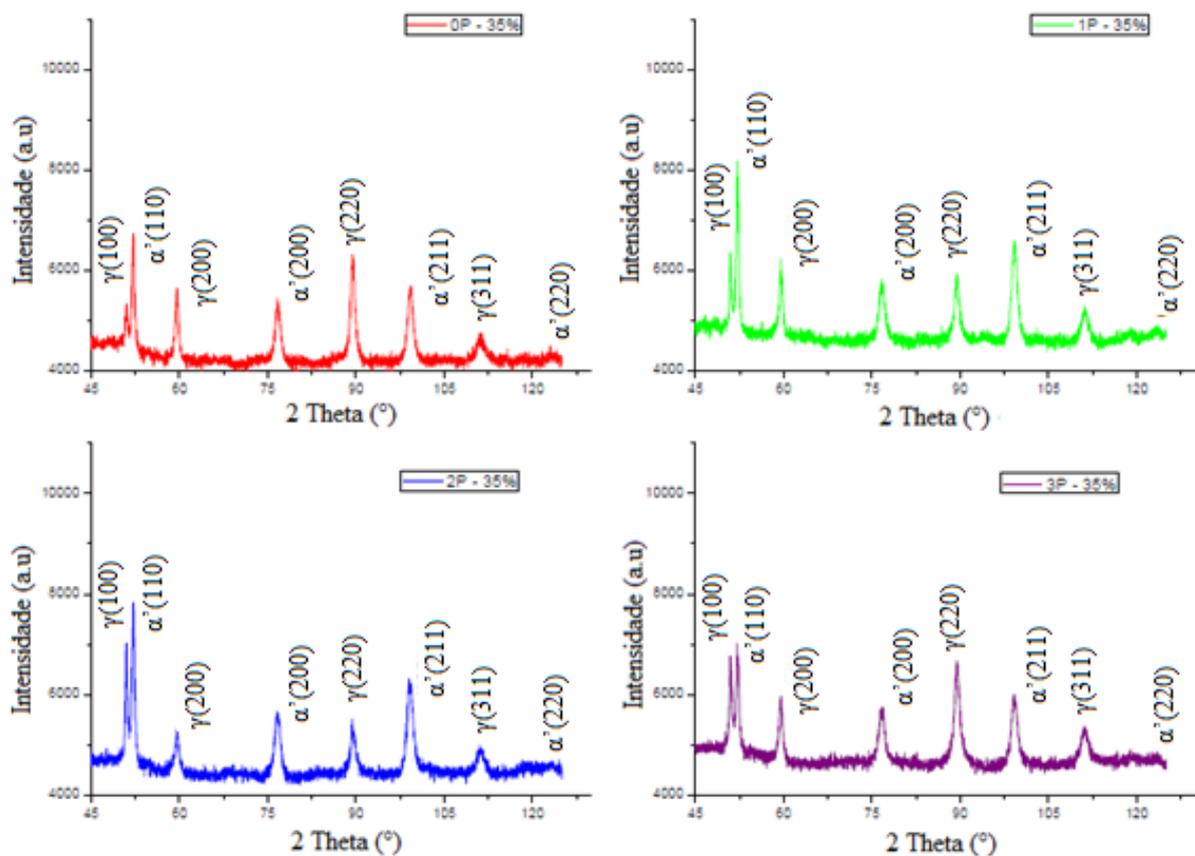


FIG. 5.23: Espectros de difração das amostras, a) 0P-FR-35%, b) 1P-FR-35%, c) 2P-FR-35% e d) 3P-FR-35%, submetidas a 35% de deformação via forjamento rotativo.

Com intuito de avaliar a textura formada e sua evolução foram realizadas análises de macrot textura para as amostras com 35% de redução de espessura, para as fases austenítica e a martensítica. No geral, ambas as fases apresentaram baixa intensidades de orientação preferencial. Conforme pode ser visto nas FDOC's nas FIG. 5.24, FIG. 5.25, FIG. 5.26 e FIG. 5.27, para os planos austeníticos e nas FIG. 5.28, FIG. 5.29, FIG. 5.30 e FIG. 5.31 para os planos martensíticos.

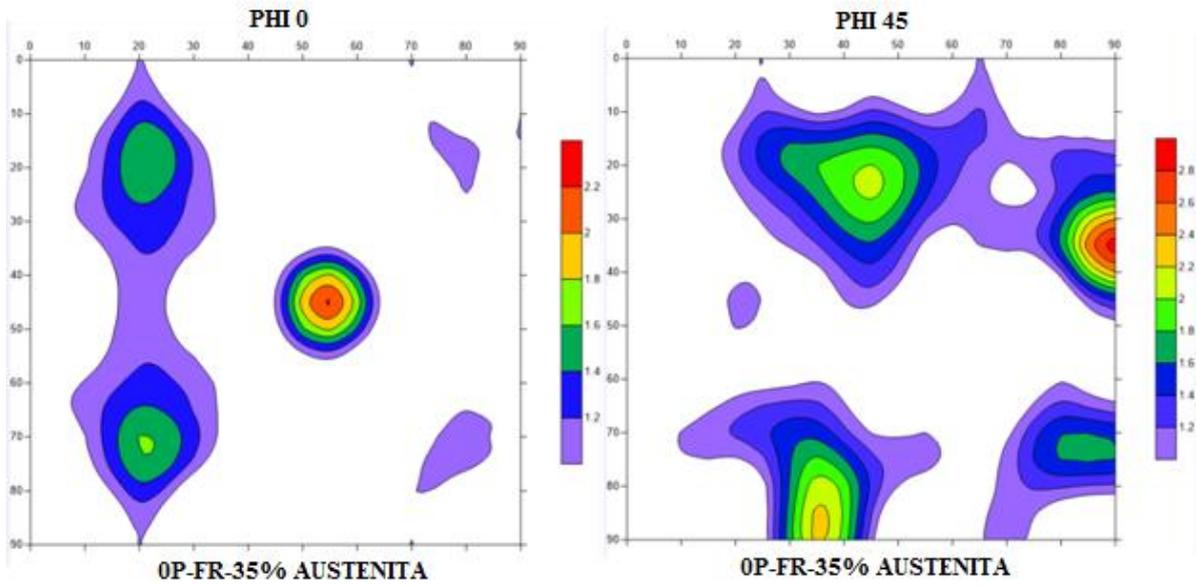


FIG. 5.24: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 0P-FR-35% para planos austeníticos.

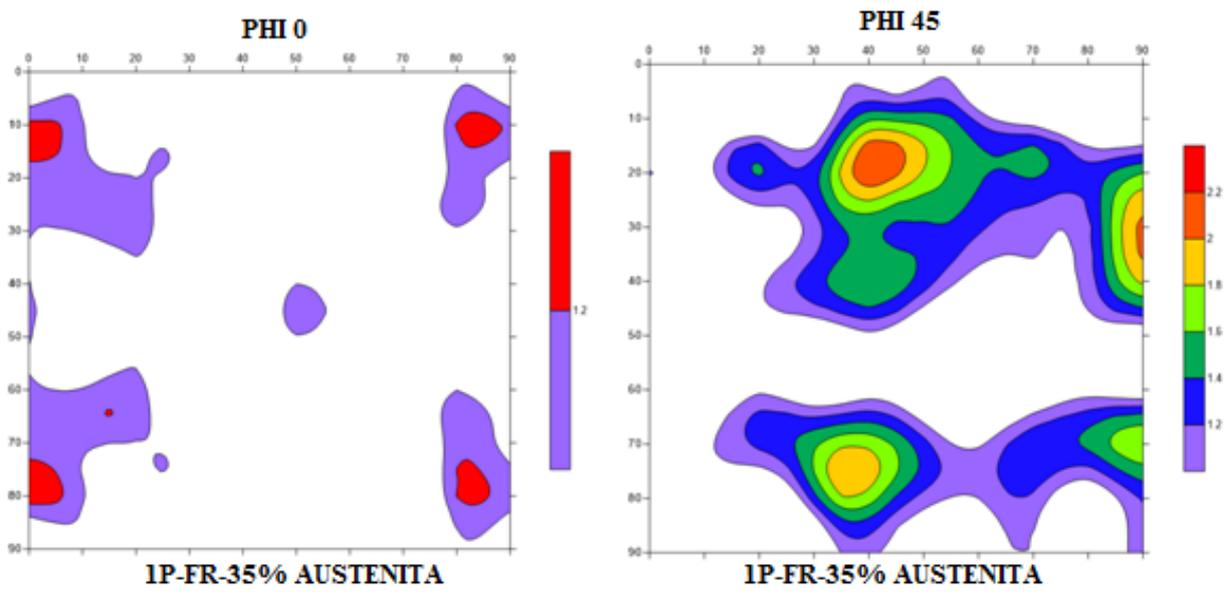


FIG. 5.25: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 1P-FR-35% para planos austeníticos.

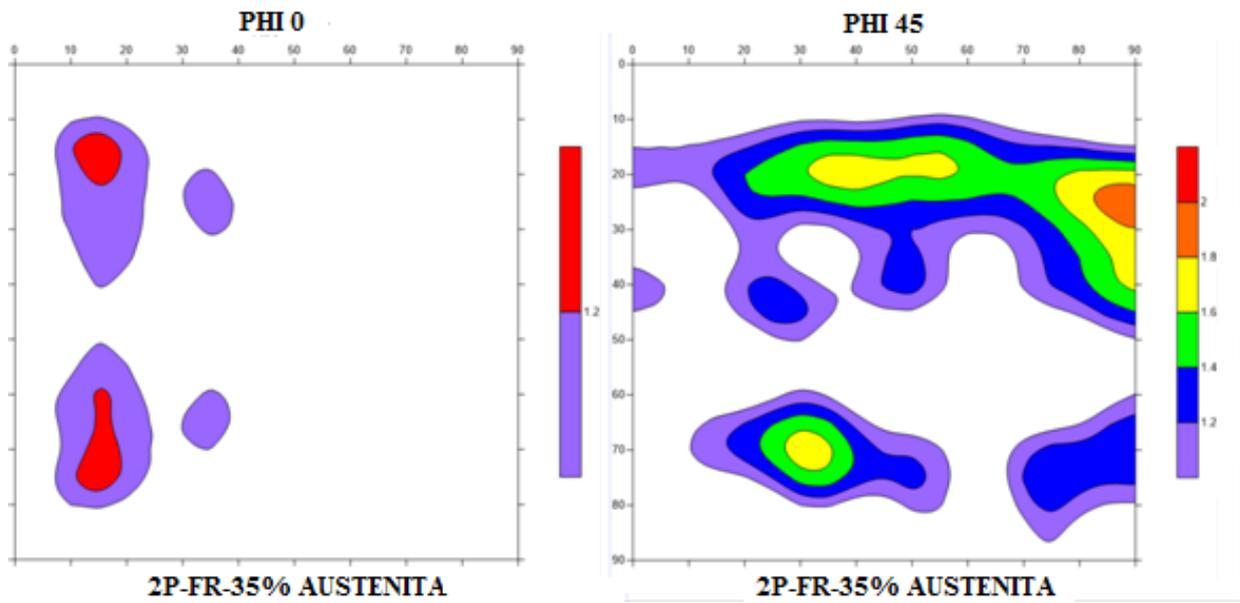


FIG. 5.26: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 2P-FR-35% para planos austeníticos.

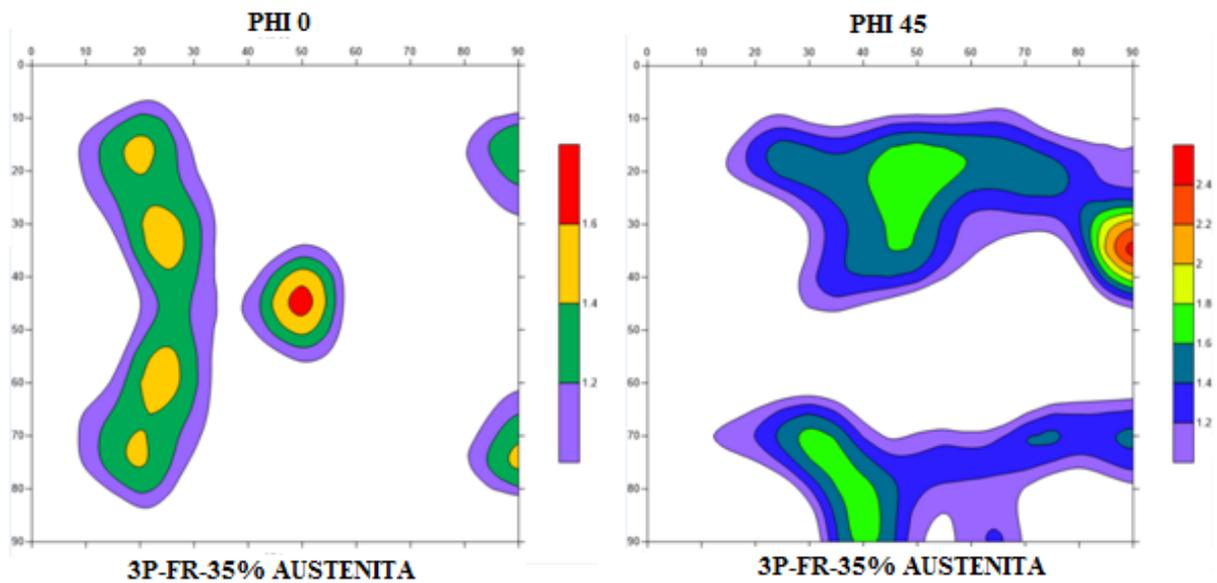


FIG. 5.27: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 3P-FR-35% para planos austeníticos.

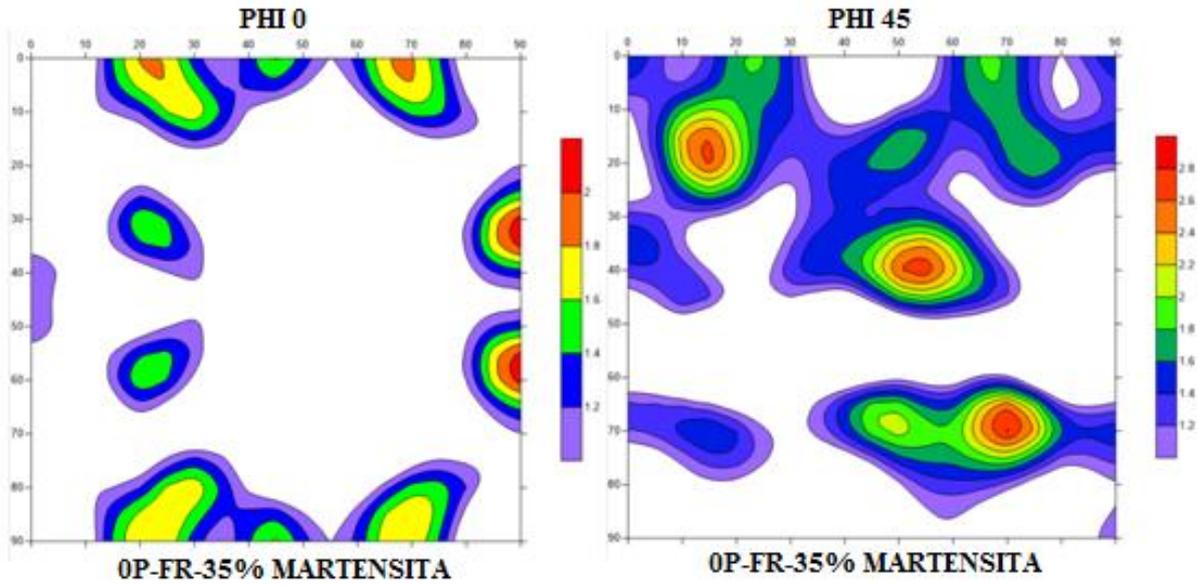


FIG. 5.28: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 0P-FR-35% para planos martensíticos.

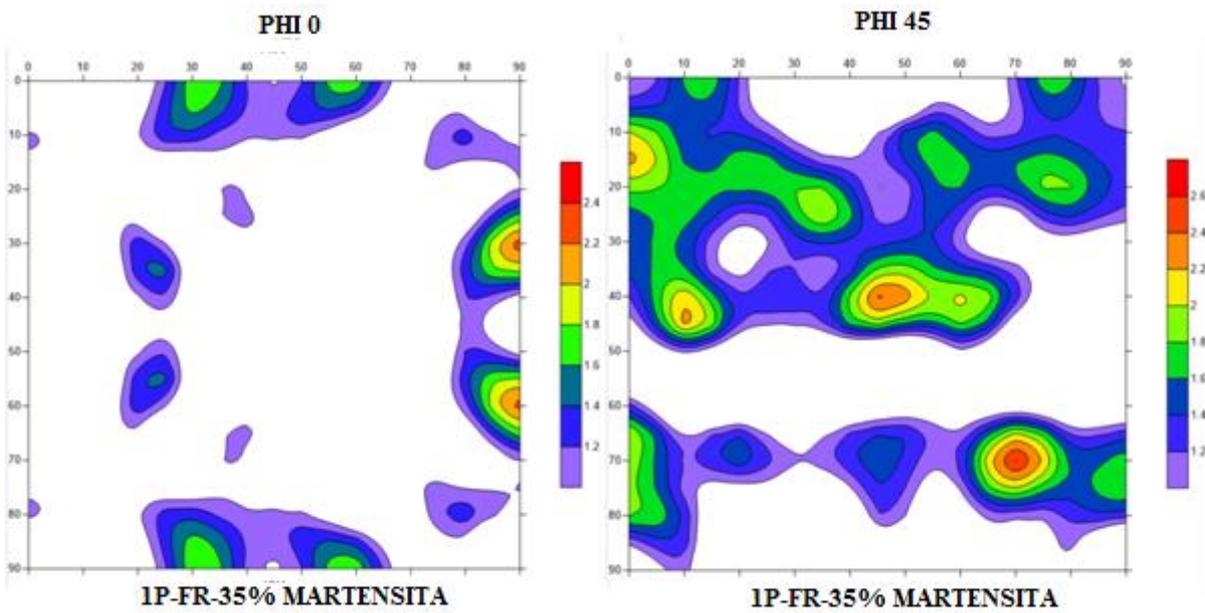


FIG. 5.29: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 1P-FR-35% para planos martensíticos.

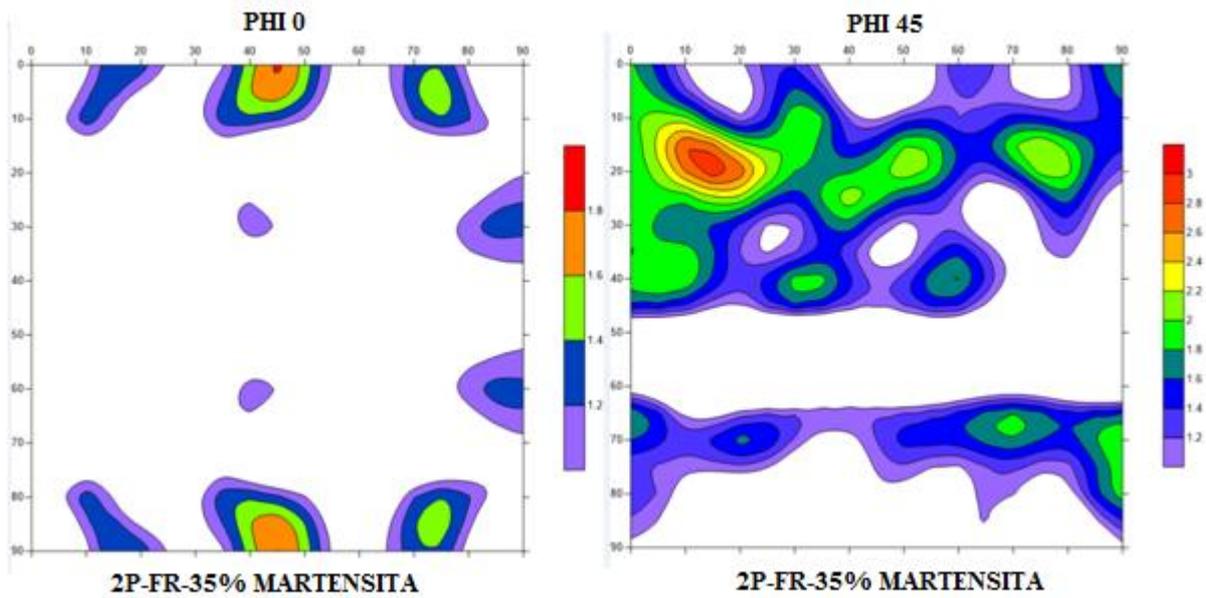


FIG. 5.30: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 2P-FR-35% para planos martensíticos.

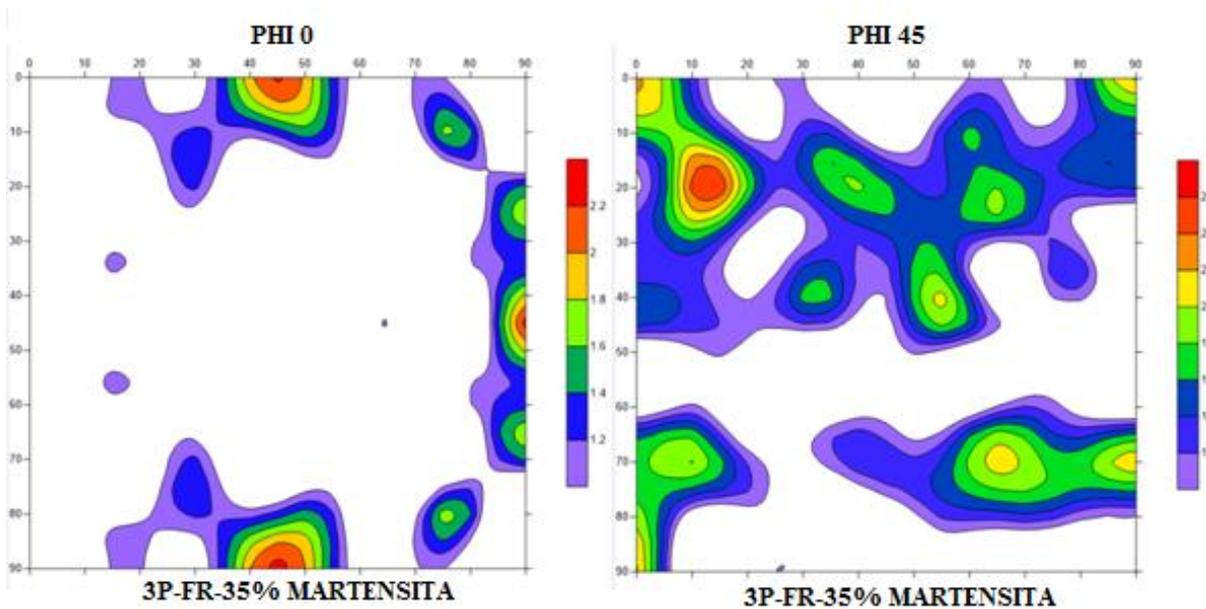


FIG. 5.31: FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra 3P-FR-35% para planos martensíticos.

Na TAB. 5.6 são apresentadas as componentes de textura mais intensas, porém vale ressaltar que em todas as amostras a textura obtida aproxima-se muito da aleatória. Na fase austenítica as componentes que mais se destacaram são as  $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ ,  $(114)[\bar{1}\bar{5}1]$  e  $(113)[\bar{3}\bar{3}2]$ . Já na fase martensítica as componentes mais intensas são as  $(221)[0\bar{1}2]$  e

(114)[ $\bar{1}\bar{2}0$ ]. Apesar da textura com baixa intensidade, nota-se a formação parcial das fibras  $\langle 114 \rangle // DN$  e  $\langle 221 \rangle // DN$  em ambas as fases.

TAB. 5.6: Valores das intensidades máximas alcançadas pelas componentes de textura em relação ao aço com textura aleatória.

Amostra	Fase	Componente de textura	Intensidade máxima
0P-FR-35%	Austenita	(112)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	2,94
1P-FR-35%		(114)[ $\bar{1}\bar{5}\bar{1}$ ]	2,19
2P-FR-35%		(113)[ $\bar{3}\bar{3}\bar{2}$ ]	1,92
3P-FR-35%		(112)[ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]	2,51
0P-FR-35%	Martensita	(221)[ $0\bar{1}\bar{2}$ ]	2,81
1P-FR-35%		(221)[ $0\bar{1}\bar{2}$ ]	2,61
2P-FR-35%		(114)[ $\bar{1}\bar{2}0$ ]	2,92
3P-FR-35%		(114)[ $\bar{1}\bar{2}0$ ]	2,57

A quantificação de fases foi realizada novamente com auxílio da técnica de ferritoscopia. Foram efetuadas 12 medidas em 4 amostras de cada condição. Na TAB. 5.7 são mostrados os resultados obtidos através dessa técnica.

TAB. 5.7: Resultados de ferritoscopia das amostras com 20% e 35% de deformação.

Amostra	$\alpha'$ (V%)	$\gamma$ (V%)	Desvio Padrão
1P - FR – 20%	11,54	88,46	2,28
2P - FR – 20%	9,71	90,29	2,49
3P - FR – 20%	14,99	85,01	3,36
0P - FR – 35%	28,19	71,81	1,45
1P - FR – 35%	30,66	69,54	1,68
2P - FR – 35%	27,80	72,20	0,48
3P - FR – 35%	31,37	68,63	1,99

Nota-se que para 20% de redução, não foram apresentados os valores de ferritoscopia para a 0P - FR – 20%, isso, pois, a parcela de amostra retirada para medição foi muito

pequena e muito próxima à ponta do material. Logo não houve amostra suficiente para realizar o ensaio com precisão.

Já para as amostras com 35 % de redução, ao comparar a amostra OP-FR-35% com as outras desse grupo, se percebe que o fato de processar o material via ECAP, não influencia na quantidade de martensita formada. Uma vez que, os valores encontrados da fase martensítica estão similares e dentro dos desvios. Isso mostra que a fração de martensita é dependente da redução de área promovida pela deformação e alguns estudos comprovam a grande influência da temperatura de processamento (GOMES, 2012).

Um fato importante a ressaltar é que, o aço inoxidável 201 possui energia de falha de empilhamento, em torno de 6 a 10 mJ/m<sup>2</sup> como já reportado neste estudo. Como relatado na literatura, para materiais com baixa EFE o principal mecanismo de deformação é a transformação martensítica. Entretanto, o material foi processado a 300°C, ao elevar a temperatura (acima da temperatura ambiente) pode ter acarretado no aumento da EFE (KLIAUGA et. al., 2014; SALOUT et. al., 2018).

Conforme Shen e colaboradores (2012) em um estudo realizado em um aço inoxidável 304 SS submetido à tensão uniaxial e a trefilação dois mecanismos de deformação são propostos: a) transformação martensítica assistida por tensão:  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  e; b) transformação martensítica de assistida por deformação:  $\gamma \rightarrow$  maclagem  $\rightarrow \alpha'$ . Segundo os autores para EFE < 18 mJ/m<sup>2</sup> ocorre a transformação de forma direta  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Para materiais com EFE > 18 mJ/m<sup>2</sup>, a transformação ocorrente é assistida por deformação. Outro estudo realizado por Hamada e coautores (2013) afirma que as propriedades mecânicas são afetadas diretamente pelos mecanismos de deformação, no range de temperatura de -100 a 20 °C, o principal mecanismo de deformação é a transformação martensítica.

Os mecanismos de deformação atuantes foram à transformação martensítica e cisalhamento. Uma vez que, a transformação ocorreu entre as  $M_S^\sigma$  e  $M_D$ , para que ocorra a formação de martensita, se faz necessário a pré-deformação por encruamento de regiões austenítica e as regiões adjacentes deformadas, onde são geradas as bandas de deformação que ainda não se deformaram que se transformarão posteriormente em martensita.

#### 5.4.3 MICRODUREZA VICKERS APÓS O FORJAMENTO ROTATIVO

De modo geral, o forjamento rotativo propiciou um aumento significativo na dureza do material, tanto para as amostras com 20% quanto para com 35% de redução de espessura. Foram realizadas 10 medidas de microdureza Vickers para as amostras com 20% e 35% de deformação via forjamento rotativo. Os resultados estão expostos na TAB. 5.8.

TAB. 5.8: Microdurezas Vickers das amostras com 20% e 35% de deformação via FR.

Amostra	Microdureza Vickers (HV)	Amostra	Microdureza Vickers (HV)
0P - FR - 20%	433 ± 10,42	0P - FR - 35%	516 ± 12,49
1P - FR - 20%	457 ± 10,31	1P - FR - 35%	549 ± 10,49
2P - FR - 20%	476 ± 12,31	2P - FR - 35%	566 ± 10,55
3P - FR - 20%	480 ± 10,60	3P - FR - 35%	561 ± 13,96

Quando analisado os resultados de dureza das amostras 1P-FR-35%, 2P-FR-35% e 3P-FR-35%, percebe-se que em valor absoluto médio, a dureza da amostra 1P-FR-35%, é menor que as outras duas, seguindo a lógica esperada, uma vez que a microestrutura vinda do ECAP continha uma quantidade menor de deformação e conseqüentemente de subgrãos. O que permite entender o menor valor encontrado para a 0P-FR-35%, ou seja, sua microestrutura era composta de grãos grandes equiaxiais e sem nenhuma deformação prévia.

Nota-se que o valor de dureza encontrado para a 2P-FR-35% muito próximo do encontrado para a 3P-FR-35%, com a média ligeiramente superior. Contudo, levado em consideração o desvio padrão, verifica-se que os valores para as três amostras são bem próximos e torna-se errôneo afirmar que um valor é maior ou menor que o outro. Isso se justifica, uma vez que a fração de martensita formada nas três condições também é parecida e em função da recuperação de discordâncias ocorrida no terceiro passe, como evidenciado na FIG. 5.32.

Observa-se que o processamento via ECAP (quando comparado com as amostras CR, 0P, 1P, 2P e 3P) teve pouca interferência no endurecimento do material nessa etapa, já a transformação martensítica influenciou de forma significativa. Os valores encontrados de

martensita foram muito próximos, logo a dureza tendeu-se a acompanhar a fração transformada.

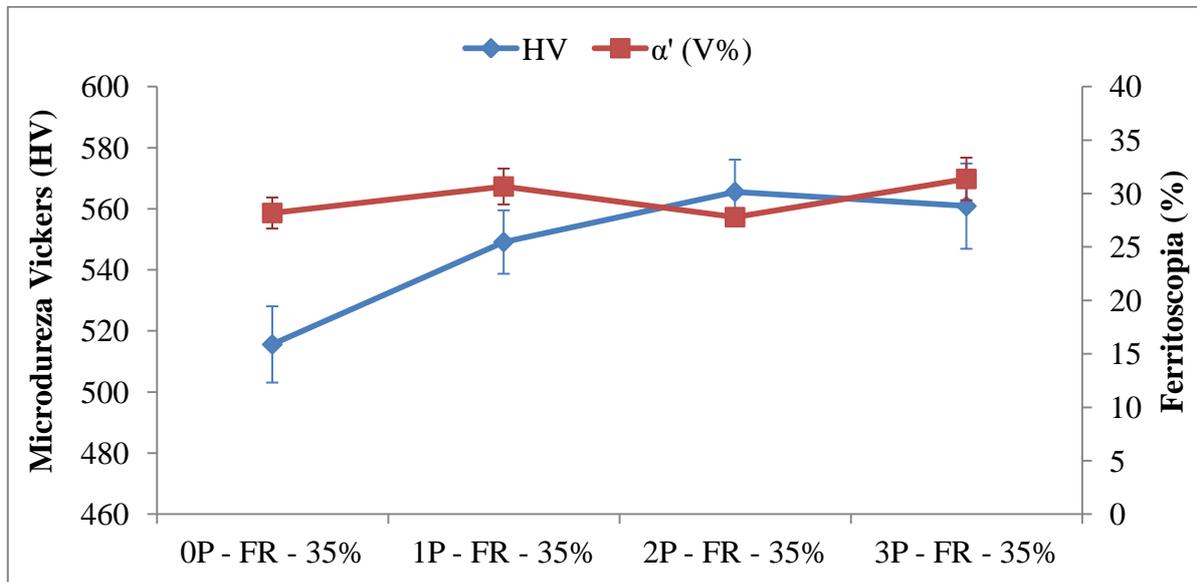


FIG. 5.32: Gráfico com relacionando a microdureza e dados de ferritoscopia.

## 5.5 TRATAMENTO DE REVERSÃO DA MARTENSITA

Como relado por Da Silva (2017), a temperatura de 750 °C por 1 minuto não foi suficiente para reverter toda martensita do material. Logo, Souza e colaboradores em um trabalho desenvolvido em 2018, adotaram o tempo de 15 minutos de tratamento térmico e obtiveram a reversão completa baseados em dados da literatura (SHIRDEL *et al*, 2015).

### 5.5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) APÓS TRATAMENTO DE REVERSÃO

Após o tratamento térmico de reversão, foram realizadas imagens de MEV das amostras 0P-FR-R-35%, 1P-FR-R-35%, 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35%, com a finalidade de caracterizar a microestrutura.

Na FIG. 5.33, nota-se um nítido refinamento da microestrutura do material. Na FIG. 5.33 (a) e (b), percebe-se grandes áreas de grãos de austenita não transformada (setas vermelhas) e zonas com grãos de austenita revertida (setas amarelas). Já nas FIG. 5.33 (c) e (d), regiões com austenita não transformada (setas vermelhas) tornam-se menos evidentes, entretanto a áreas com grãos revertidos ficam mais presentes (setas amarelas).

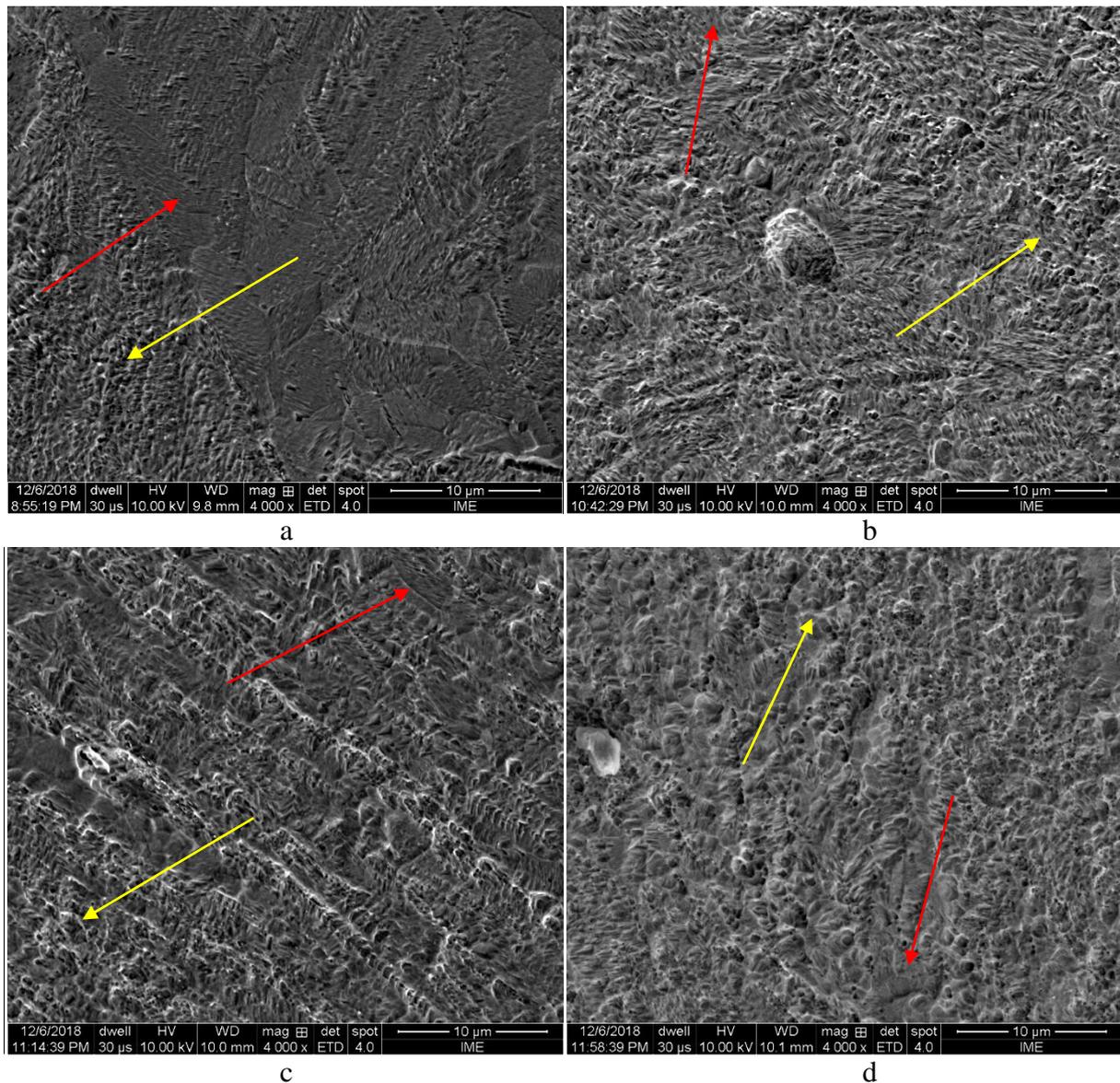


FIG. 5.33: MEV (detector secundário) das amostras submetidas ao tratamento de reversão da martensita a) 0P-FR-R-35%, b) 1P-FR-R-35%, c) 2P-FR-R-35% e d) 3P-FR-R-35%.

### 5.5.2 FERRITOSCOPIA APÓS TRATAMENTO DE REVERSÃO

Conforme pode ser visto na TAB. 5.9, a análise de ferritoscopia revelou valores superiores de fração de martensita, quando comparado com o material em estado inicial e até mesmo deformado via ECAP.

TAB. 5.9: Resultados de ferritoscopia das amostras submetidas ao tratamento reversão.

Amostra	$\alpha'$ (V%)	$\gamma$ (V%)	Desvio Padrão
0P-FR-R-35%	1,72	98,28	0,54
1P-FR-R-35%	1,05	98,95	0,44
2P-FR-R-35%	0,73	99,27	0,09
3P-FR-R-35%	0,87	99,13	0,17

Apesar dos valores encontrados para amostras 0P-FR-R-35% e 11P-FR-R-35% não foram evidenciados a presença da martensita na microestrutura do material. Fato corroborado nas análises de MEV (5.5.1) e nos mapas de EBSD (5.5.3).

### 5.5.3 EBSD APÓS TRATAMENTO DE REVERSÃO

As análises de EBSD das amostras submetidas ao tratamento térmico de reversão, apresentaram uma microestrutura mais uniforme do que as amostras apenas submetidas ao ECAP. Adotou-se novamente o mesmo princípio, ou seja, assumiu-se como grão regiões com contornos com circunvizinhança com desorientação maior que  $15^\circ$ . Logo foram encontrados os seguintes tamanhos de grãos  $19,7 \mu\text{m}$  (0P-FR-R-35%),  $11,5 \mu\text{m}$  (1P-FR-R-35%),  $9,33 \mu\text{m}$  (2P-FR-R-35%) e  $5,8 \mu\text{m}$  (3P-FR-R-35%).

Para as amostras 0P-FR-R-35% (FIG. 5.34 (a)), 1P-FR-R-35% (FIG. 5.35 (a)), 2P-FR-R-35% (FIG. 5.36 (a)) e 3P-FR-R-35% (FIG. 5.37 (a)) tem-se os mapas de fases, neles não foram encontrados resquícios de martensita na microestrutura.

Nos mapas de distribuição de grãos, FIG. 5.34 (b), FIG. 5.35 (b), FIG. 5.36 (b), FIG. 5.37 (b), nota-se um refinamento microestrutural, contudo a microestrutura não é totalmente

homogênea, pois são vistas regiões com diferentes tamanhos de grãos. O tratamento térmico propiciou a reversão completa e recristalização parcial dos grãos. Observam-se a formação de maclas de recozimento e também algumas áreas de austenita não transformada em martensita durante o forjamento rotativo.

Com relação à FIG. 5.34 (c) e (d), FIG. 5.35 (c) e (d), FIG. 5.36 (c) e (d), FIG. 5.37 (c) e (d), são apresentados os mapas de misorientação e os de orientação (IPFX) respectivamente. Como as amostras foram submetidas ao processo de recozimento, percebe-se maior homogeneidade de cores nos mapas, com poucas áreas com grandes desorientações e algumas regiões macladas. Nota-se que algumas áreas de desorientações pertencem às regiões não transformada pelo forjamento rotativo, apenas recuperadas pelo tratamento térmico. Percebe-se ainda uma menor desorientação nas amostras 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35%, que pode ser justificado devido ao refinamento da microestrutura do material.

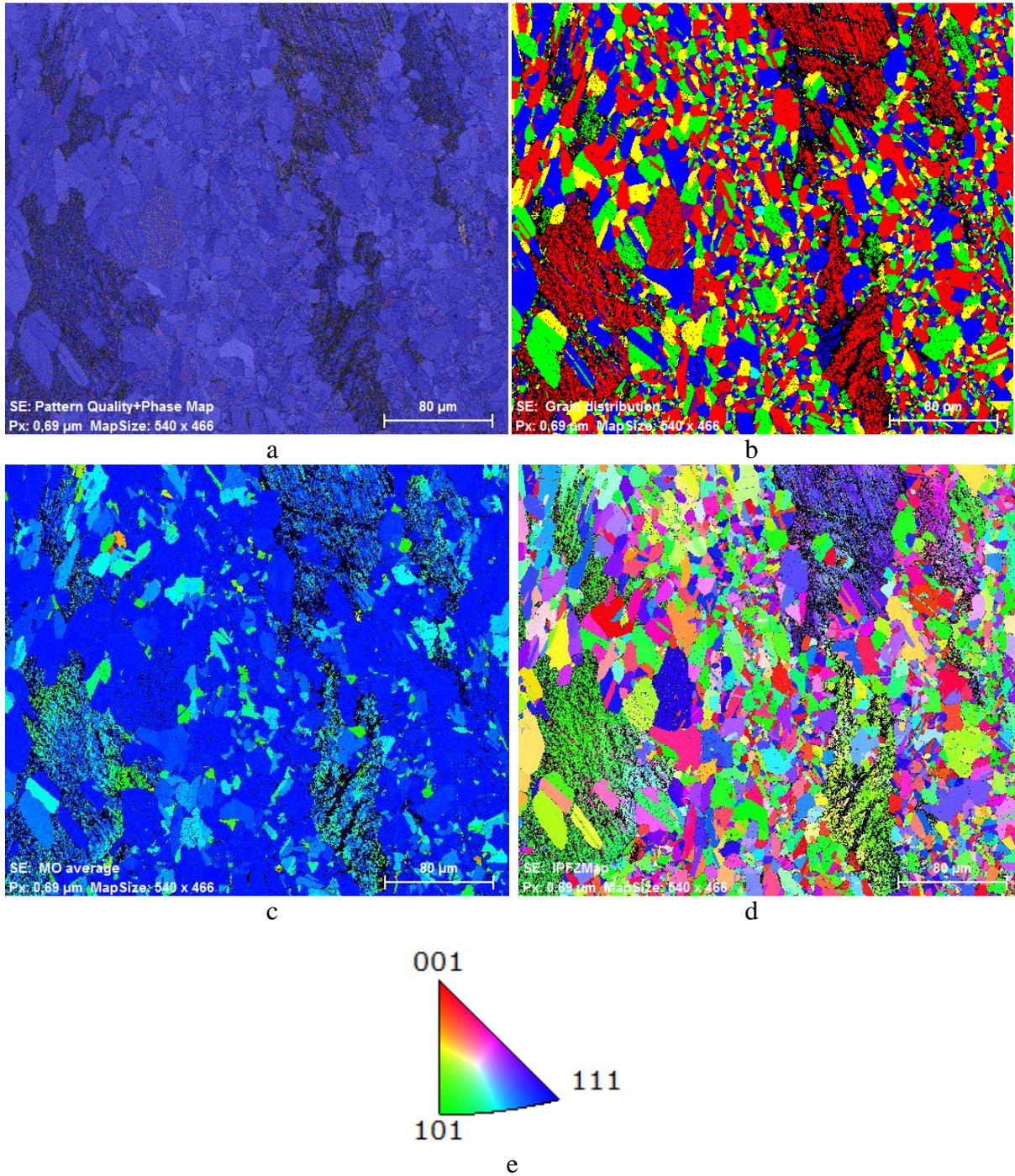


FIG. 5.34: Imagens de EBSD para amostra 0P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

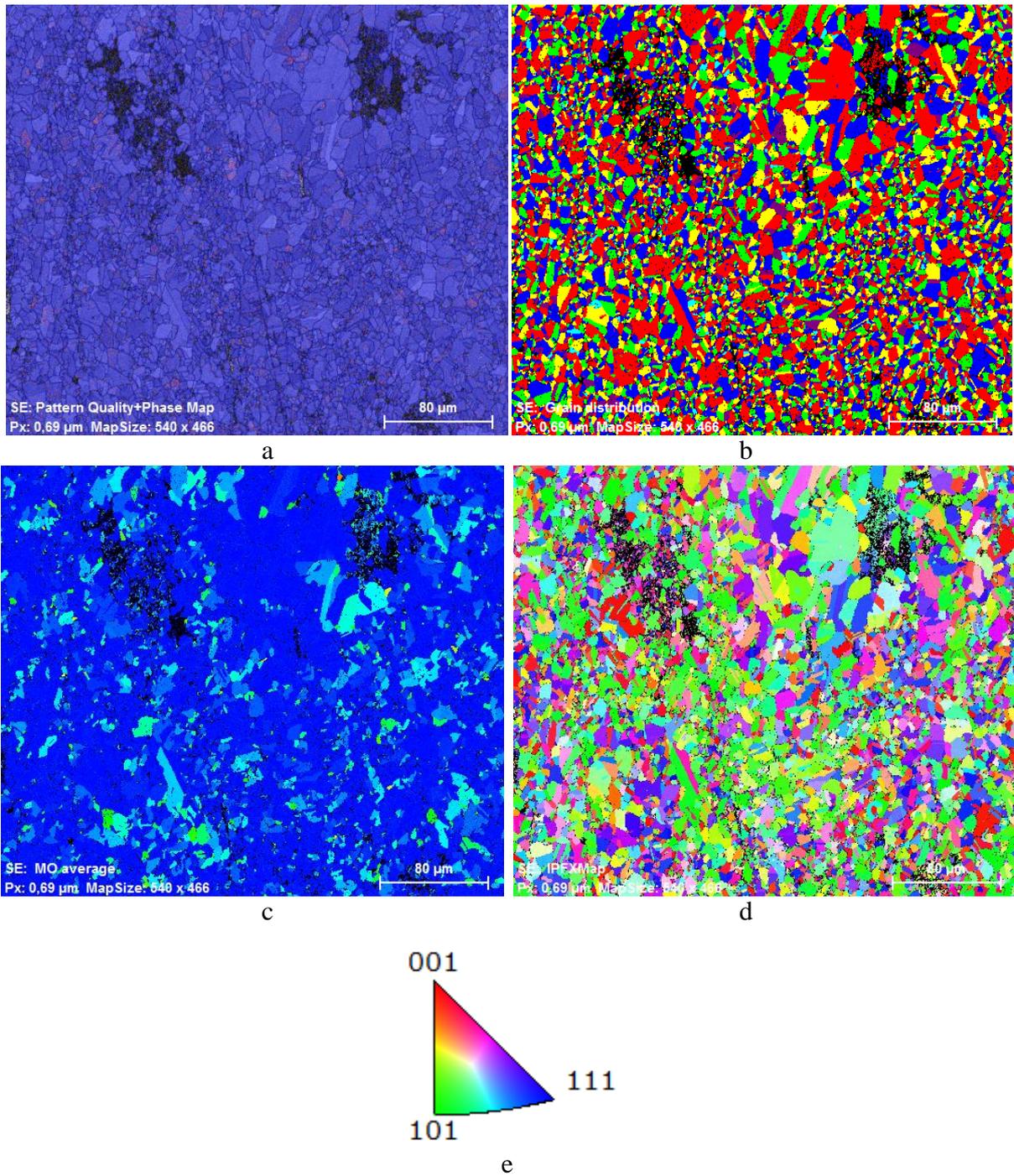


FIG. 5.35: Imagens de EBSD para amostra 1P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

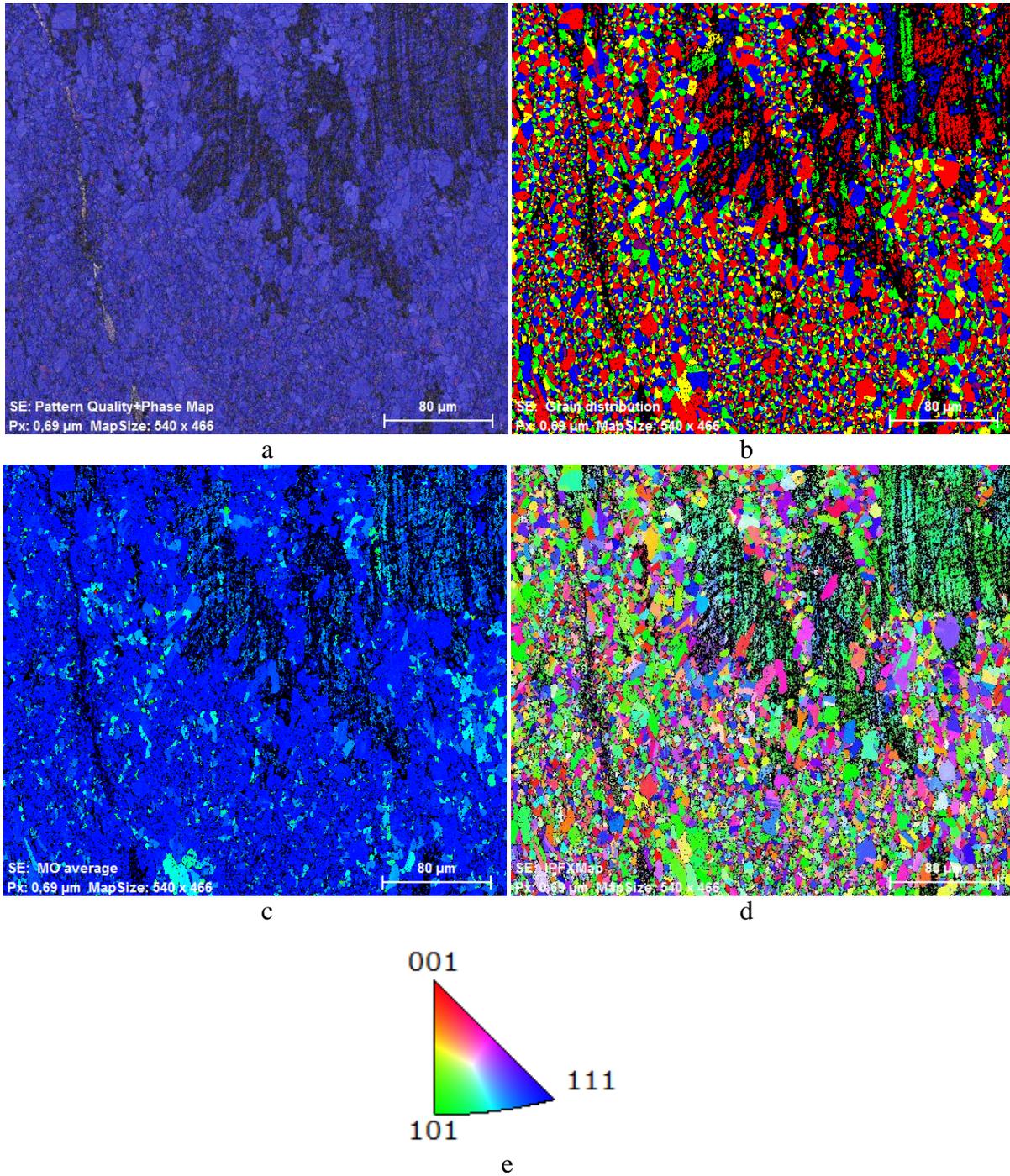


FIG. 5.36: Imagens de EBSD para amostra 2P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

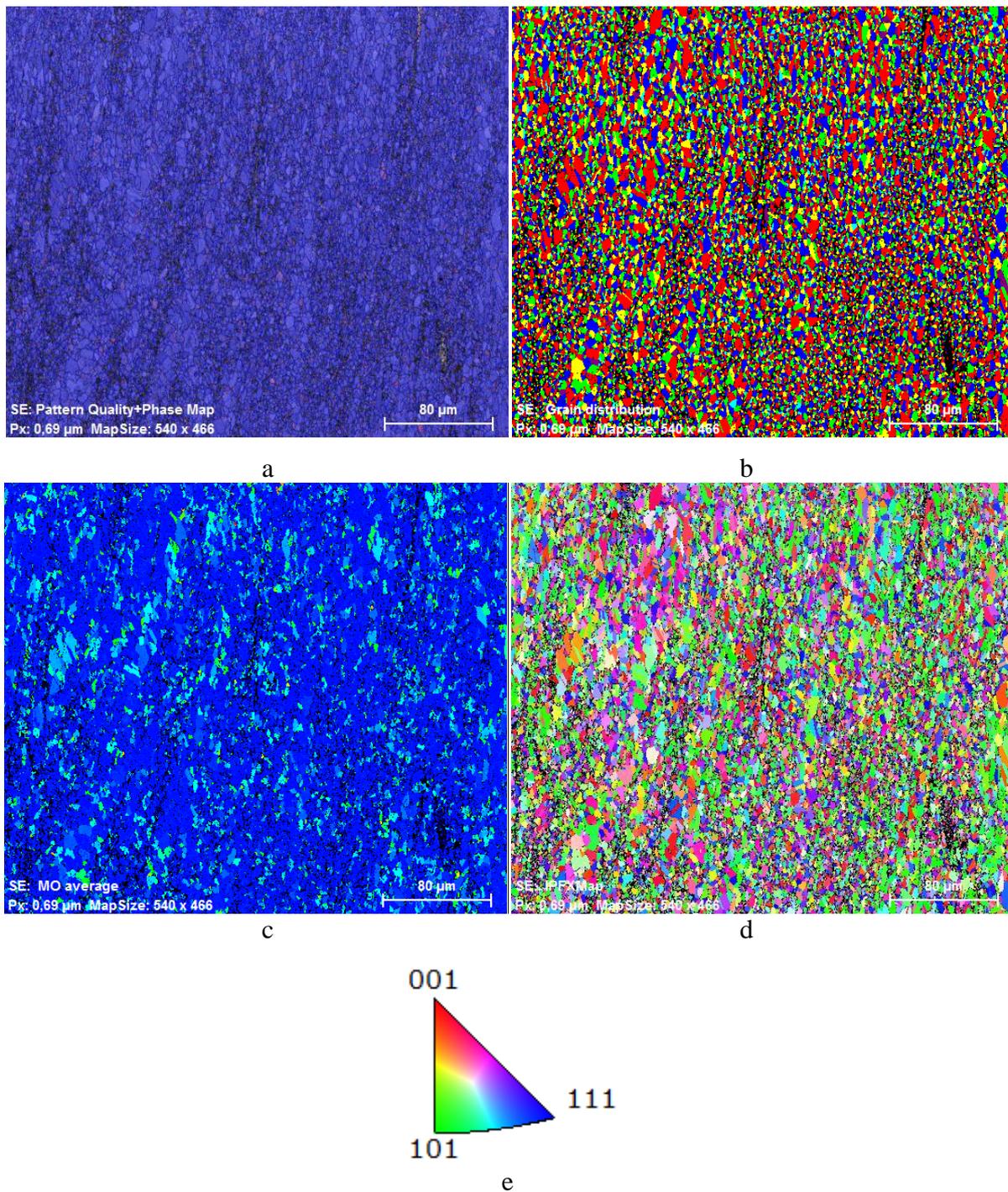


FIG. 5.37: Imagens de EBSD para amostra 3P-FR-R: a) mapas de fase, b) de grãos, c) Misorientação, d) de mapa de orientação e e) figura de polo inversa.

O processo de recuperação que aconteceu na microestrutura durante o ECAP a morno, proporcionou a formação de uma estrutura de subgrãos que colaborou para redução do tamanho de grão do material. Com a adição do forjamento rotativo novas estruturas surgiram no material, fruto de uma componente mecânica de deformação a frio, que proporcionou o

encruamento e o desenvolvimento de uma nova fase (martensita  $\alpha'$ ). A realização do tratamento térmico de reversão incrementou ao sistema a componente térmica, que propiciou a transformação da martensita  $\alpha'$  em austenita, a recuperação e recristalização parcial da austenita encruada. Vários núcleos de austenita surgem durante este processo, ocorre a competição de crescimento e quando eles se tangenciam ocorre a interrupção do crescimento.

Tem-se na FIG. 5.38, o gráfico de frequência dos tamanhos de grãos encontrados nas amostras durante as análises de EBSD. Não foi encontrada em nenhuma das amostras a evidência de grãos finos. A redução prévia dos tamanhos dos grãos produzidos pelo ECAP contribuiu de forma significativa para maior homogeneização da microestrutura. Visto que, para amostra 0P-FR-R-35%, a maior fração dos grãos é composta por grãos grandes, já para a amostra 1P-FR-R-35%, segue a tendência de redução e estabilização da microestrutura. Para as amostras 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35% a tendência é mantida e em sua maioria a microestrutura é composta por grãos médios.

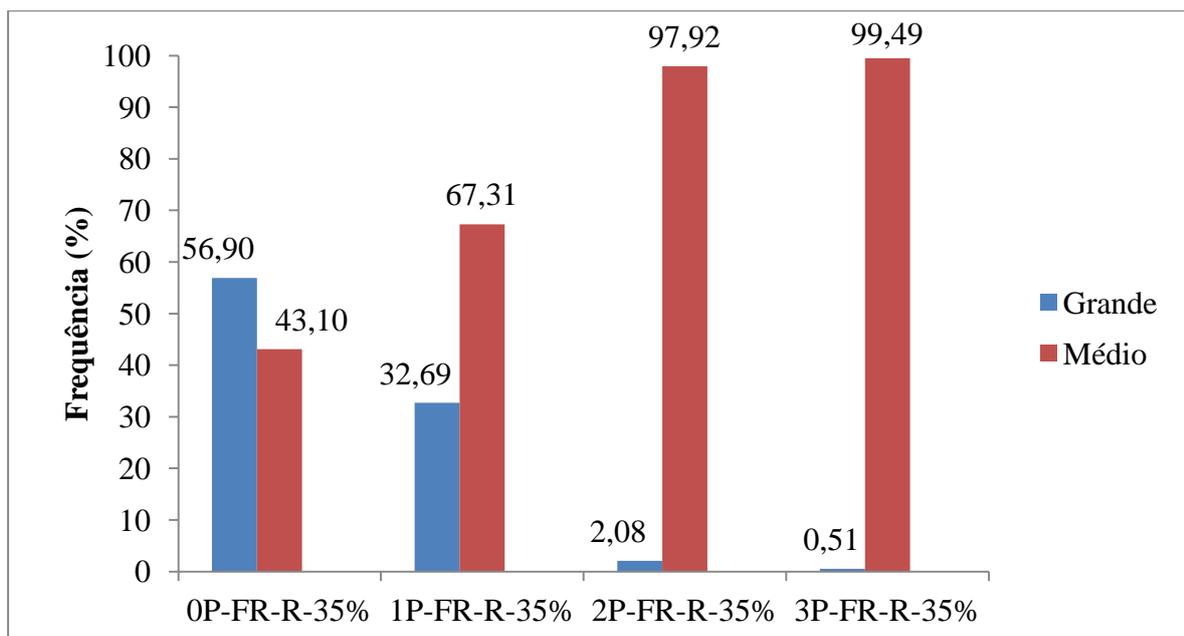


FIG. 5.38: Gráfico de distribuição dos tamanhos de grão das amostras processadas após o tratamento térmico de reversão.

#### 5.5.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Foram realizados ensaios de tração para as amostras 0P-FR-R-35% (FIG. 5.39), 1P-FR-R-35% (FIG. 5.40), 2P-FR-R-35% (FIG. 5.41) e 3P-FR-R-35% (FIG. 5.42). Na TAB. 5.10 tem o intuito de sintetizar as principais informações coletadas nesse estudo. Na TAB. 9.5 (anexos) é mostrado todos os resultados obtidos na tese.

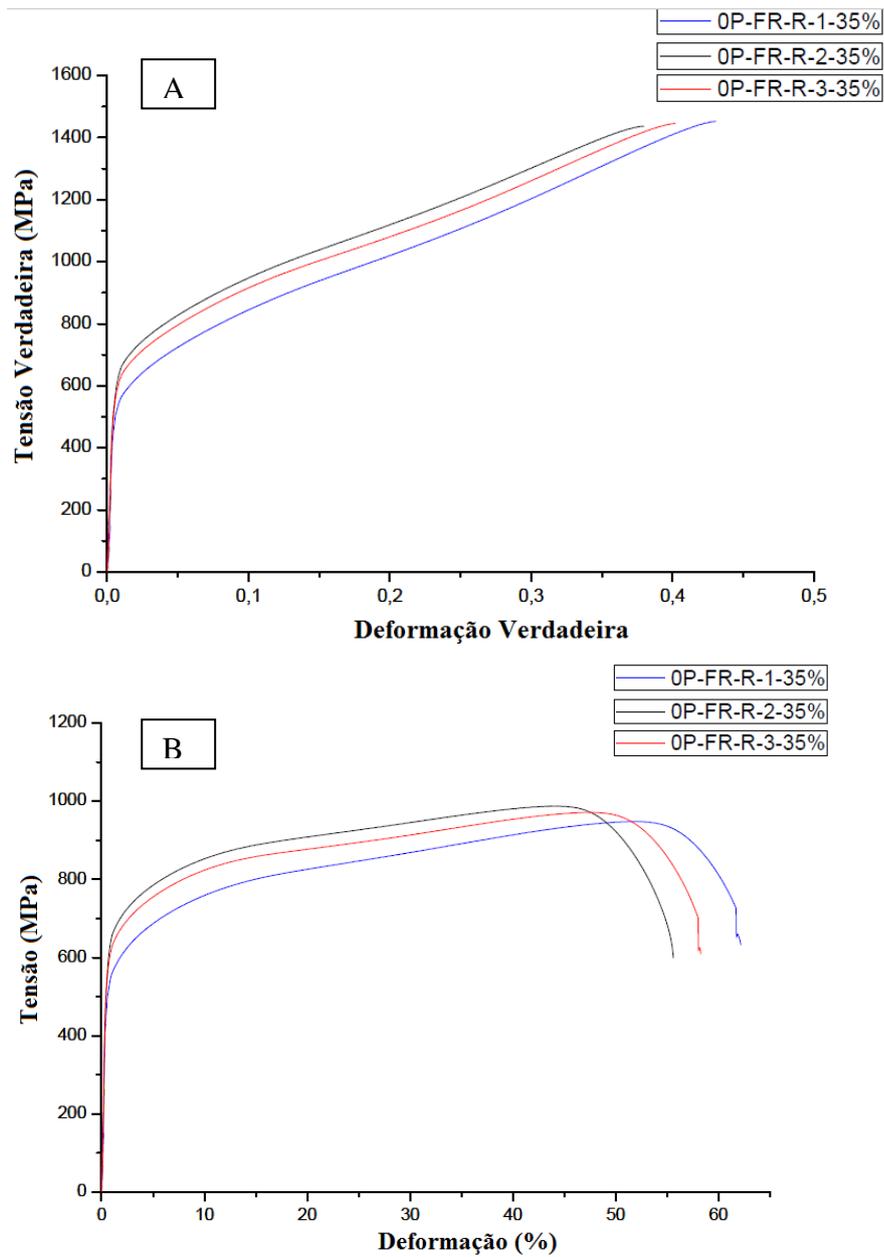


FIG. 5.39: Curvas tensão *versus* deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 0P-FR-R-35%

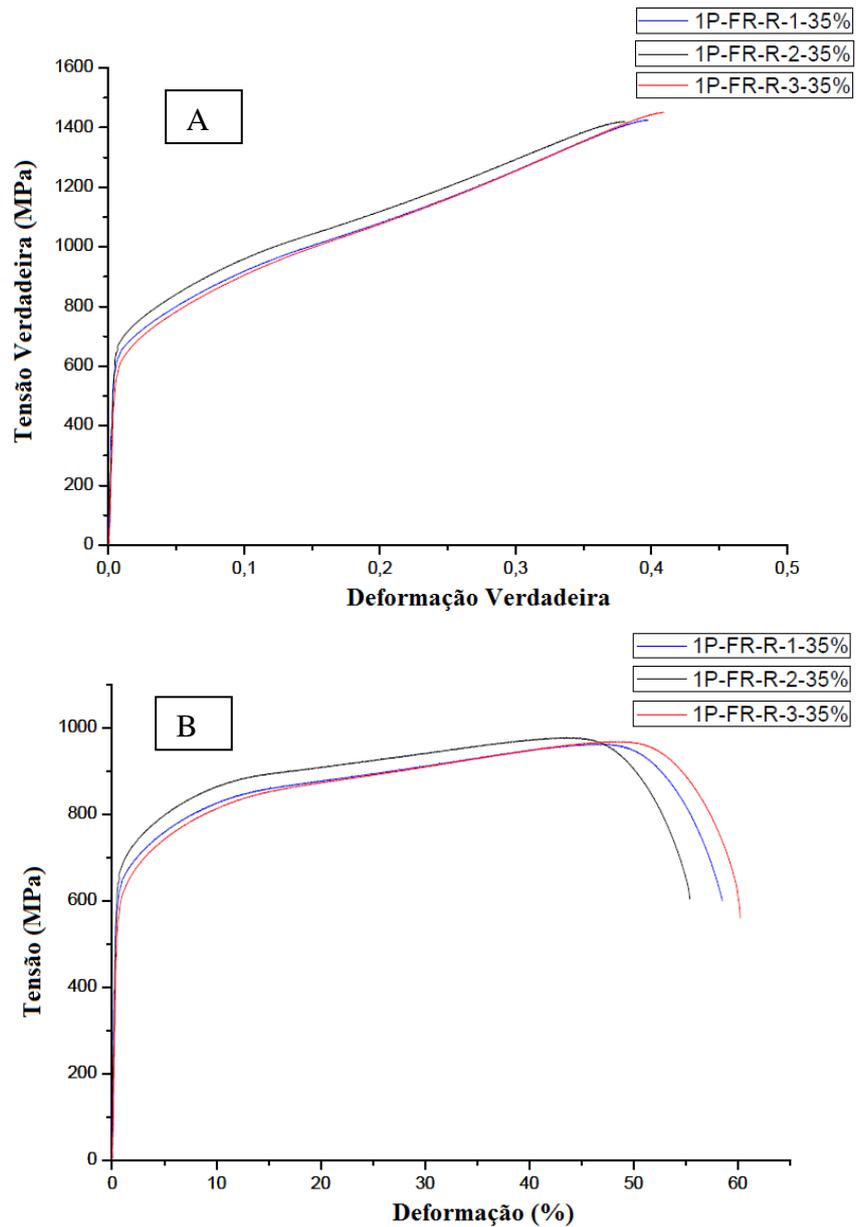


FIG. 5.40: Curvas tensão *versus* deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 1P-FR-R-35%

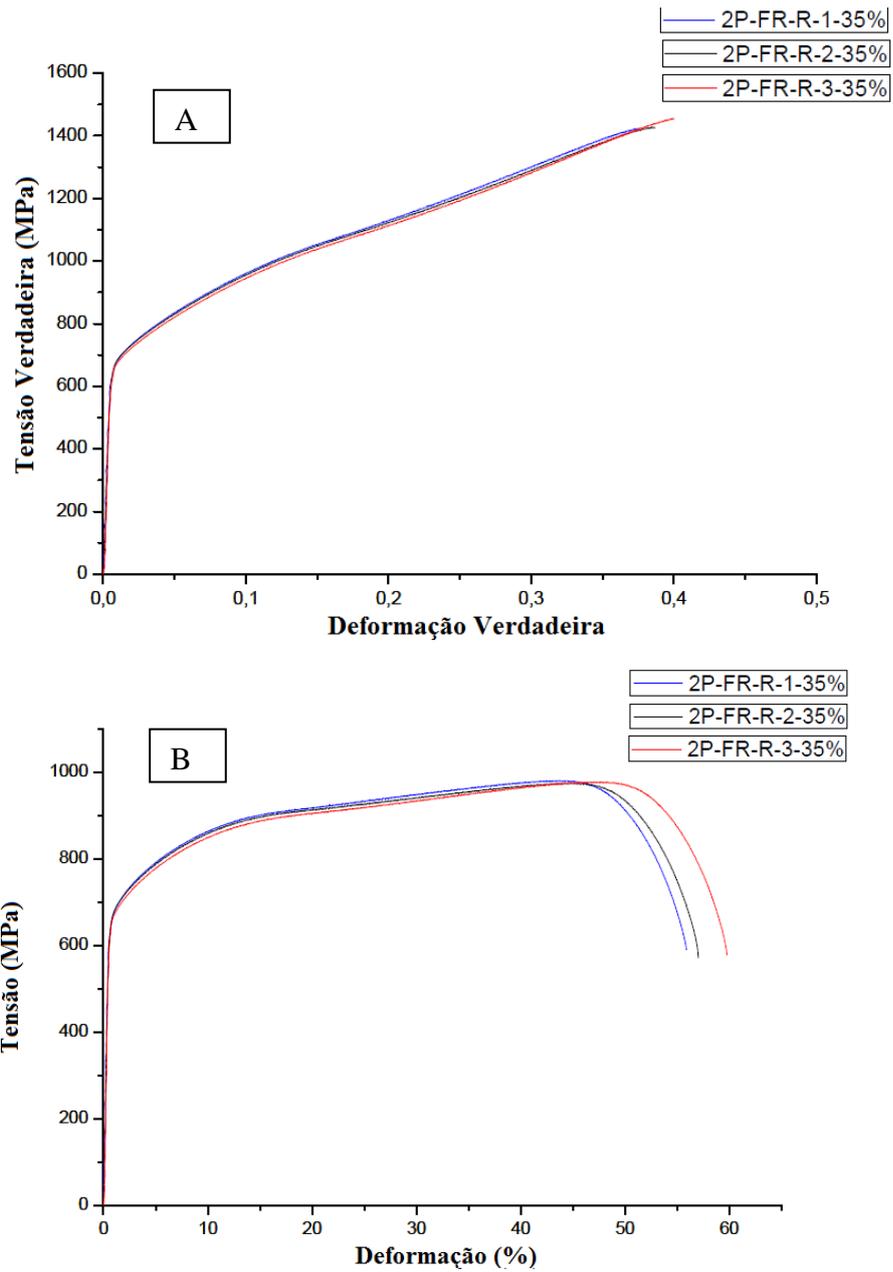


FIG. 5.41: Curvas tensão *versus* deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 2P-FR-R-35%

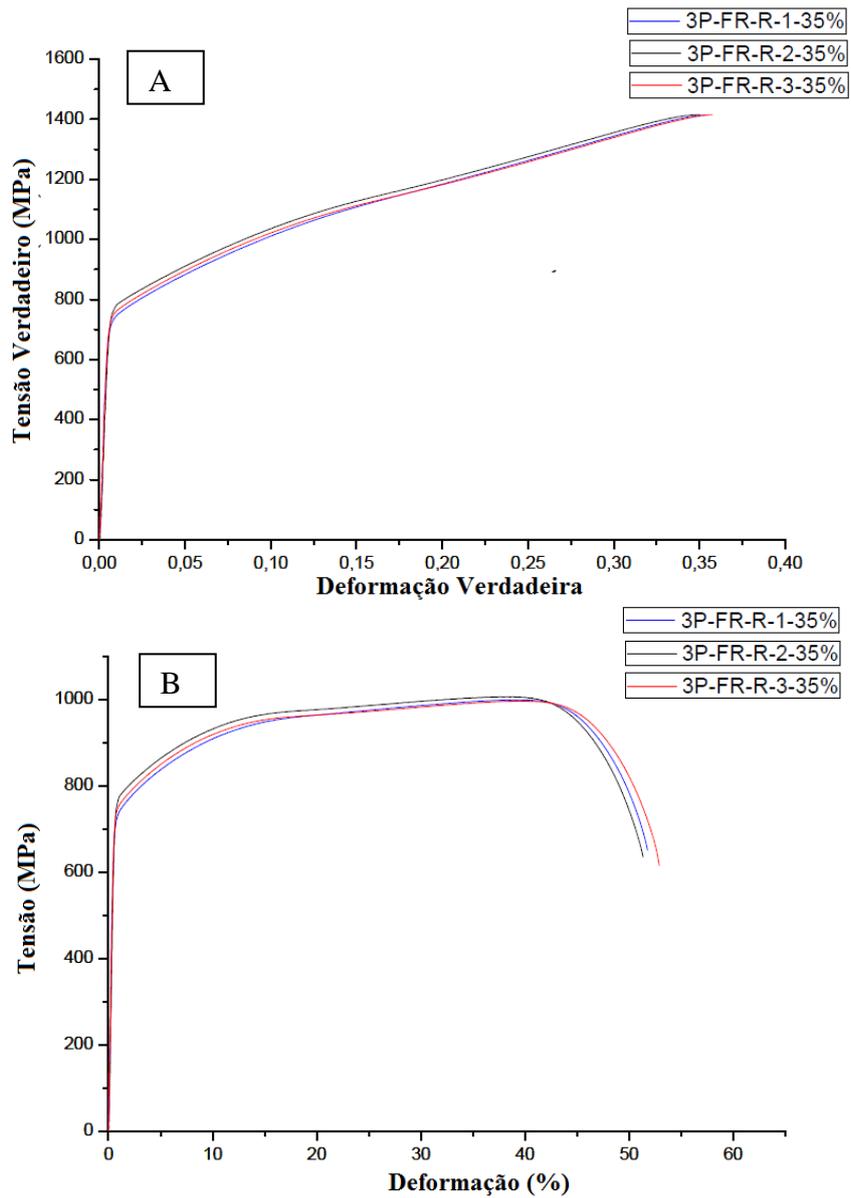


FIG. 5.42: Curvas tensão *versus* deformação: A) curvas verdadeiras e B) curvas de engenharia para amostra 3P-FR-R-35%

TAB. 5.10: Valores médios de limite de escoamento, tensão máxima, deformação total, microdureza Vickers e tamanho de grão.

Amostras	$\delta_{0,2\%}$ (MPa)	$\delta$ (MPa)	$\delta_V$ (MPa)	$\epsilon_T$ (%)	HV	TG ( $\mu\text{m}$ )	RE	$n_M$
0P-FR-R-35%	556	969	1446	59	$268 \pm 9,86$	19,7	0,57	0,26
1P-FR-R-35%	603	971	1434	58	$277 \pm 10,77$	11,5	0,62	0,24
2P-FR-R-35%	641	978	1439	58	$301 \pm 10,19$	9,33	0,65	0,23
3P-FR-R-35%	731	1001	1415	52	$286 \pm 11,73$	5,8	0,73	0,21

$\delta_{0,2\%}$  - Limite de Escoamento;  $\delta$  - Limite de resistência a tração;  $\epsilon_T$  - Deformação total; HV - Microdureza Vickers; D - Diâmetro médio dos grãos; RE - Razão Elástica;  $n_M$  - Coeficiente de encruamento médio.

A princípio pode-se notar um aumento no limite de escoamento e limite de resistência a tração. Em contrapartida houve redução do tamanho de grão, redução na deformação total e no coeficiente de encruamento.

Nota-se uma redução no coeficiente de encruamento, logo a sua diminuição é benéfica para o material, uma vez que ele vai encruar menos e ocorrerá maior transformação martensítica. Como característica apresentada pelo material foi observado nas curvas das amostras, dois regimes de encruamento. Isso implica que o material sofreu transformação durante o ensaio (FIG. 5.43).

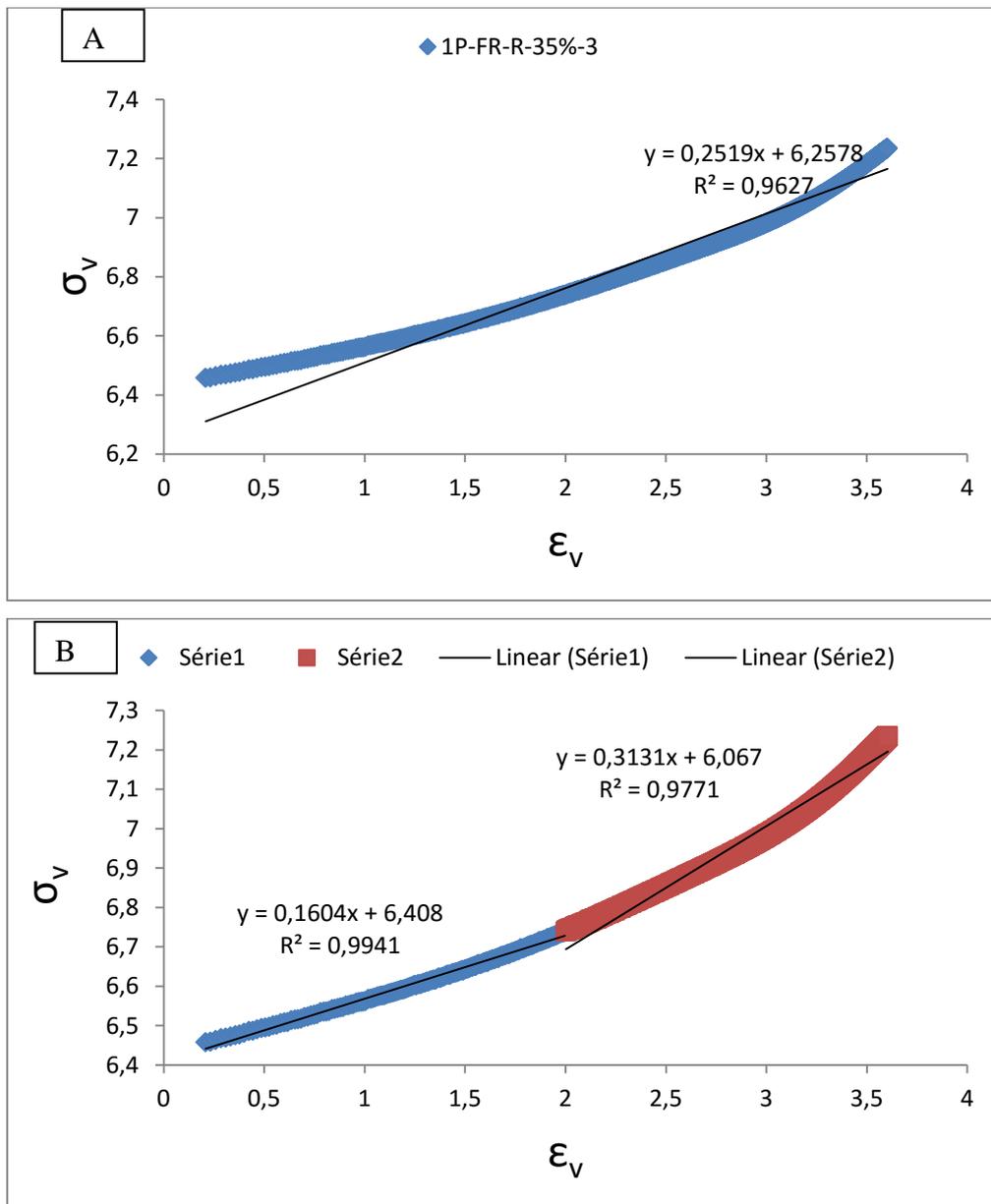


FIG. 5.43: A) curva do coeficiente de encruamento para 1P-FR-R-35% -3 e B) dois regimes de encruamento.

Quando comparado com o catálogo da empresa fornecedora do material de estudo (APERAM - limite de resistência de 700 MPa, limite de escoamento 500 MPa e alongamento (50 mm) de 45), percebe-se que houve uma melhora no limite de escoamento e tensão de máxima de ruptura. Vale ressaltar que ocorre um decréscimo na deformação total para as amostras 3P-FR-R-35% em relação às outras amostras, entretanto  $\epsilon_T$  acima de 50% é bem considerável. Já para as amostras 1P-FR-R-35% e 2P-FR-35% a deformação total são similares.

Em virtude da dispersão nos ensaios de tração para a OP-FR-R-35%, conforme pode ser visto na FIG. 5.39, decidiu-se realizar o perfil de dureza para apresentou uma grande disparidade nos ensaios de tração. Levantando a suspeita que o FR pode ter gerado uma heterogeneidade nas propriedades mecânicas do material. Para verificar, foi realizado um perfil de dureza da amostra da OP-FR-R-35%. Na TAB. 5.11 foram apresentadas as medidas de microdureza Vickers tiradas da cabeça do CP de tração, foram realizadas 12 medidas em duas direções (vide FIG. 5.44).

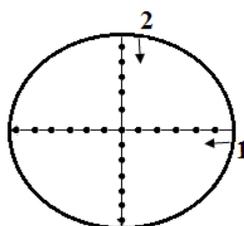


FIG. 5.44: Imagem representativa das direções que foram realizadas o perfil de dureza.

TAB. 5.11: Perfil de dureza da amostra CP's de tração da amostra OP-FR-R-35%.

OP-FR-R-1		OP-FR-R-3		
Posição 1	Posição 2	Posição 1	Posição 2	
HV		HV		
292,32	370,92	331,7	362,54	
304,63	286,45	358,45	346,6	
295,33	289,36	350,49	346,6	
297,96	295,33	346,6	328,12	
275,22	301,48	307,83	324,6	
280,75	328,12	311,7	301,48	
314,38	298,38	283,58	304,63	
283,58	267,22	304,63	301,48	
301,48	277,96	295,33	314,38	
298,38	272,51	299,32	370,92	
262,08	289,36	317,73	350,49	
366,69	283,58	358,45	301,48	
Média	297,73	296,72	322,15	329,44
Desvio Padrão	24,83	26,95	24,99	24,26

Através do resultado do perfil de dureza pode-se concluir que a ocorreu um endurecimento maior nas bordas do que no centro. Não foi realizado o perfil para as amostras 1P-FR-R-35%, 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35%, pois percebeu-se que para os CP's previamente processados por ECAP, houve uma alteração boa repetibilidade dos resultados e com aumento dos passes, as curvas ficam cada vez mais homogêneas.

## 6. CONCLUSÕES

O mecanismo de refinamento microestrutural via deformação plástica severa por ECAP, geralmente, ocorre através da multiplicação de discordâncias e a migração dos contornos de alto ângulo. No primeiro passe percebe-se o efeito da recuperação, pois nas análises via EBSD são observadas delimitações de grãos parecidas com o material inicial (CR e 0P). Em virtude da baixa energia de falha de empilhamento do material, o mecanismo de restauração da estrutura deformada acumulada até 2º e 3º passes de ECAP foi a recristalização dinâmica contínua (cDRX).

A quantificação de fases via ferritoscopia mostrou-se muito eficiente para valores médios de martensita. A deformação prévia via ECAP não teve influência na quantidade de martensita formada no forjamento rotativo, isso revela que a fração de martensita formada é dependente do grau de deformação a frio e da temperatura de processamento.

O tratamento térmico (a 750 °C por 15 minutos) foi capaz de proporcionar a reversão completa da martensita em austenita e ainda promover a recristalização parcial da austenita que foi encruada no processo de forjamento rotativo.

Foi possível através da análise qualitativa via difração de raios X verificar que durante o processo de ECAP a morno, não houve transformação de fases, pois os únicos picos encontrados são característicos da fase austenítica. Para o forjamento rotativo a frio houve o aparecimento de picos típicos da fase martensítica no difratograma. Com auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhado foi possível realizar medições do tamanho de grãos, onde foi observado o refinamento dos mesmos durante o ECAP. Foi conferida através da frequência dos tamanhos dos grãos a formação de grãos pequenos (Pequeno:  $TG < 1 \mu m$ ), sobretudo para amostra 3P (2,55  $\mu m$ ). Pelo mapa de fases foi possível corroborar as análises de difração de raios X e verificar que não houve transformação de fases durante o processo de ECAP a morno. Para os materiais submetidos ao tratamento térmico de reversão foi verificada a redução do tamanho de grão final, conforme visto para amostra 3P-FR-R-35% (5,8  $\mu m$ ). Foi conferido novamente através da frequência dos tamanhos de grãos, que para as amostras 2P-FR-R-35% (9,33  $\mu m$ ) e 3P-FR-R-35% (5,8  $\mu m$ ) a grande maioria dos grãos estão distribuídos na forma de grãos médios (Médio:  $10 \mu m > TG > 1 \mu m$ ). Com auxílio do mapa de fases não foi encontrado resquícios da presença da fase martensítica nas amostras.

Os resultados de microdureza Vickers evidenciaram o endurecimento significativo do material, uma vez que, partiu-se de 236 HV da amostra como recebida para 268 HV (0P-FR-R-35%), 277 HV (1P-FR-R-35%), 301 HV (2P-FR-R-35%) e 286 HV (3P-FR-R-35%). Foi evidenciado um relevante aumento no limite de escoamento (0P-FR-R-35% - 556 MPa, 1P-FR-R-35% - 603 MPa, 2P-FR-R-35% - 641MPa, e 3P-FR-R-35% - 731 MPa) e no limite de resistência a tração (0P-FR-R-35% - 969 MPa, 1P-FR-R-35% - 971 MPa, 2P-FR-R-35% - 978 MPa, e 3P-FR-R-35% - 1001 MPa) quando comparado com os valores registrados no catálogo da empresa fornecedora do material, que indica limite de escoamento 500 MPa e limite de resistência de 700 MPa.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliação das propriedades de mecânicas via ensaio de tração das amostras submetidas até a etapa de forjamento rotativo.
- Análises de microscopia eletrônica de transmissão (MET), em todas as etapas de processamento (ECAP, FR e Tratamento térmico de Reversão) desenvolvidas nesse trabalho, com objetivo de analisar falhas de empilhamento, EFE, bandas de cisalhamentos, densidades de discordâncias, fases martensíticas  $\alpha'$  e  $\epsilon$ .
- Análises de EBSD das amostras submetidas ao forjamento rotativo, para averiguar o nível de redução do tamanho de grão, as características da martensita formada, etc.
- Realizar mais passes de ECAP com intuito de alcançar uma granulometria de grãos totalmente finos.
- Modificar a solução de ataque sugere-se a solução de ácido nítrico e a realização de imagens com detector de elétrons retroespalhados para obter melhores imagens do material com final com estrutura de grãos austenítico refinada.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDULSTAAR, M. A., EL-DANAF, E. A., WALUYO, N. S., & WAGNER, L. . **“Severe plastic deformation of commercial purity aluminum by rotary swaging: Microstructure evolution and mechanical properties”**. Materials Science and Engineering: A, v. 565, p. 351-358, 2013.
- ABREU, H. F. G. D., CARVALHO, S. S. D., LIMA NETO, P. D., SANTOS, R. P. D., FREIRE, V. N., SILVA, P. M. D. O., & TAVARES, S. S. M.. **Deformation induced martensite in an AISI 301LN stainless steel: characterization and influence on pitting corrosion resistance**. Materials Research, v. 10, n. 4, p. 359-366, 2007.
- ALLAIN, S., CHATEAU, J. P., BOUAZIZ, O., MIGOT, S., & GUELTON, N.. **Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys**. Materials Science and Engineering: A, v. 387, p. 158-162, 2004.
- ANDRADE-CAMPOS, A., TEIXEIRA-DIAS, F., KRUPP, U., BARLAT, F., RAUCH, E. F., & GRÁCIO, J. J.. **Effect of strain rate, adiabatic heating and phase transformation phenomena on the mechanical behaviour of stainless steel**. Strain, v. 46, n. 3, p. 283-297, 2010.
- ANTUNES, A. E. B., ANTUNES, L. M. D., & SAMPAIO, M.. **Comportamento plástico no escoamento de aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis**. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 30, n. 1-2, p. 18-23, 2014.
- APERAM SERVIÇOS, [www.aperamserviços.com.br](http://www.aperamserviços.com.br) – acessado em Janeiro de 2019 - <http://www.aperamserviços.com.br/pdf/resumo-tecnico.pdf>.
- ASM International Austenitic Stainless Steels [Seção do Livro] // Stainless Steels for Design Engineers. - 2008
- AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D. Y., MICARI, F., LAHOTI, G. D., & YANAGIDA, A. **Severe plastic deformation (SPD) processes for metals**. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 57(2), 716-735, 2008.
- BADDOO, N. R. **Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities**. Journal of Constructional Steel Research, v. 64, n. 11, p. 1199-1206, 2008.

- 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 201 austenitic stainless steel.** *Materials Science and Engineering: A*, 636, 593-599, 2015.
- BAGHERPOUR, E., REIHANIAN, M., PARDIS, N., EBRAHIMI, R., & LANGDON, T. G. **“Ten years of severe plastic deformation (SPD) in Iran, part I: equal channel angular pressing (ECAP)”.** *Iranian Journal of Materials Forming*, v. 5, n. 1, p. 71-113, 2018.
- BAY, B., HANSEN, N., HUGHES, D. A., & KUHLMANN-WILSDORF, D. **Overview no. 96 evolution of fcc deformation structures in polyslip.** *Acta metallurgica et materialia*, v. 40, n. 2, p. 205-219, 1992.
- 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(8), 3524-3531, 2013.
- BEHJATI, P., KERMANPUR, A., KARJALAINEN, L. P., JÄRVENPÄÄ, A., JASKARI, M., BAGHBADORANI, H. S., & HAMADA, A. **Influence of prior cold rolling reduction on microstructure and mechanical properties of a reversion annealed high-Mn austenitic steel.** *Materials Science and Engineering: A*, v. 650, p. 119-128, 2016.
- BHADESHIA, H. K. D. H. **Geometry of crystals.** Institute of Materials, London, 2001.
- BHADESHIA, H.; HONEYCOMBE, R. **Steels: microstructure and properties.** Butterworth-Heinemann, 2011.
- CIOS, G., TOKARSKI, T., ŻYWCZAK, A., DZIURKA, R., STĘPIEŃ, M., MARCISZKO, M., & BAŁA, P. **The Investigation of Strain-Induced Martensite Reverse Transformation in AISI 304.** *Austenitic Stainless Steel. Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 48, n. 10, p. 4999-5008, 2017.
- COMINS, N.R.; CLARK, J.B. **Special steels and hard materials.** Oxford: Pergamon Press, 1983. 466 p.
- COHEN, M.; WAYMAN, C. M. **Fundamentals of martensitic reactions.** *Metallurgical Treatises*, p. 445-468, 1981.

- CHEN, S.; JIN, X.; RONG, L.. **“Improving the strength and ductility of reduced activation ferritic/martensitic steel by cold-swaging and post-annealing”**. Materials Science and Engineering: A, v. 631, p. 139-143, 2015.
- CHRISTIAN, John Wyrill. **The theory of transformations in metals and alloys**. Newnes, 2002.
- CROOKERS, R. Pickling and Passivating Stainless Steel, Materials and Applications Series, ed. Euro Inox, v. 4, p. 2, 2004.
- DA SILVA, Carolline Serafim. **Formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN**. Dissertação de Mestrado, Instituto Militar de Engenharia, 2017.
- DE VINCENTIS, N. S., KLIAUGA, A., FERRANTE, M., AVALOS, M., BROKMEIER, H. G., & BOLMARO, R. E.. **Evaluation of microstructure anisotropy on room and medium temperature ECAP deformed F138 steel**. Materials Characterization, v. 107, p. 98-111, 2015.
- DIETER G. **Mechanical Metallurgy** [Livro]. - [s.l.] : McGraw-Hill Book Co, 1988. - 2ª.
- EICHELMAN, G.H; HULL, F.C. **The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18-8-type stainless steel**. Transactions of the American Society for Metals, v. 45, p. 77-104, 1953.
- EL-DANAF, Ehab A. **“Texture evolution and fraction of favorably oriented fibers in commercially pure aluminum processed to 16 ECAP passes”**. Materials Science and Engineering: A, v. 492, n. 1-2, p. 141-152, 2008
- ESTRIN, Yuri; VINOGRADOV, Alexei. **Extreme grain refinement by severe plastic deformation: a wealth of challenging science**. Acta materialia, v. 61, n. 3, p. 782-817, 2013.
- FENN-TORIN: <https://www.fenn-torin.com>. Acessado em Janeiro de 2019.  
<https://www.fenn-torin.com/wp-content/uploads/115-006-V0918-Swager-Feeders-Sellsheet.pdf>
- FIGUEIREDO, ROBERTO B.; LANGDON, TERENCE G.. **Fabricating ultrafine-grained materials through the application of severe plastic deformation: a review of developments in Brazil**. Journal of Materials Research and Technology, v. 1, n. 1, p. 55-62, 2012.

- FOROUZAN, F., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., HEDAYATI, A., & Surkialiabad, R. **Production of nano/submicron grained AISI 304L stainless steel through the martensite reversion process**. *Materials Science and Engineering: A*, 527(27), 7334-7339, 2010.
- FURUKAWA, M., IWAHASHI, Y., HORITA, Z., NEMOTO, M., & LANGDON, T. G.. **The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing**. *Materials Science and Engineering*: v. 257, n. 2, p. 328-332, 1998.
- GLAGE, A.; WEIDNER, A.; BIERMANN, H. **Effect of austenite stability on the low cycle fatigue behavior and microstructure of high alloyed metastable austenitic cast TRIPsteels**. *Procedia Engineering*, v. 2, n. 1, p. 2085-2094, 2010.
- GAVRILJUK, Valentin G. **High Nitrogen Steels. Nitrogen in Iron and Steel**. *ISIJ international*, v. 36, n. 7, p. 738-745, 1996.
- GAVRILJUK, V. G., TYSHCHENKO, A. I., RAZUMOV, O. N., PETROV, Y. N., SHANINA, B. D., & BERNS, H.. **Corrosion-resistant analogue of Hadfield steel**. *Materials Science and Engineering: A*, 420.1, 47-54, 2006.
- GOMES, Tiago Evangelista. **“Efeitos da temperatura de laminação na formação e na reversão de martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304L”**. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo, 2012.
- GUY, K. B; BUTLER, E. P; WEST, D.R.F. **“Reversion of bcc  $\alpha'$ -martensite in Fe-Cr-Ni austenitic stainless steels”**. *Metal Science*, vol 17, p. 167 - 176, 1983.
- HAEBNER, F., Plaut, R. L., & Padilha, A. F. **“Separation of static recrystallization and reverse transformation of deformation-induced martensite in an austenitic stainless steel by calorimetric measurements”**. *ISIJ international*, v. 43, n. 9, p. 1472-1474, 2003.
- 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”**. *Materials Science and Engineering: A*, 559, 336-344, 2013.
- HAMADA, A. S., KISKO, A. P., SAHU, P., & KARJALAINEN, L. P.. **“Enhancement of mechanical properties of a TRIP-aided austenitic stainless steel by controlled reversion annealing”**. *Materials Science and Engineering: A*, v. 628, p. 154-159, 2015.

- HAASE, C., KREMER, O., HU, W., INGENDAHL, T., LAPOVOK, R., & MOLODOV, D. A. . **"Equal-channel angular pressing and annealing of a twinning-induced plasticity steel: Microstructure, texture, and mechanical properties."** Acta Materialia, v. 107, p. 239-253, 2016.
- HEDAYATI, A., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., & FOROUZAN, F.. **"The effect of cold rolling regime on microstructure and mechanical properties of AISI 304L stainless steel"**. Journal of Materials Processing Technology, v. 210, n. 8, p. 1017-1022, 2010.
- HUANG, C. X., YANG, G., GAO, Y. L., WU, S. D., & ZHANG, Z. F.. **"Influence of processing temperature on the microstructures and tensile properties of 304L stainless steel by ECAP"**. Materials Science and Engineering: A, v. 485, n. 1, p. 643-650, 2008.
- HUANG, C. X., YANG, G., WANG, C., ZHANG, Z. F., & WU, S. D.. **"Mechanical behaviors of ultrafine-grained 301 austenitic stainless steel produced by equal-channel angular pressing"**. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 42, n. 7, p. 2061-2071, 2010.
- HUGHES, D. A.; HANSEN, N. **High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms.** Acta materialia, v. 45, n. 9, p. 3871-3886, 1997.
- ISSF **WORLDSTAINLESS.ORG [Online]**. - 2014. – Acessado em Agosto de 2016. - [http://www.worldstainless.org/Files/ISSF/non-image-files/PDF/ISSF\\_Stainless\\_Steel\\_in\\_Figures\\_2015\\_English.pdf](http://www.worldstainless.org/Files/ISSF/non-image-files/PDF/ISSF_Stainless_Steel_in_Figures_2015_English.pdf). ISSF
- ITO, Yuki; HORITA, Zenji. **Microstructural evolution in pure aluminum processed by high-pressure torsion.** Materials Science and Engineering: A, v. 503, n. 1-2, p. 32-36, 2009.
- KAPOOR, R.. **Severe plastic deformation of materials.** In Materials Under Extreme Conditions (pp. 717-754). Elsevier, 2017.
- KIM, H.S., SEO, M.H., HONG, S.I., **Finite element analysis of equal channel angular pressing of strain rate sensitive metals.** Journal of Materials Processing Technology, vol. 130- 131, pp. 497-503, 2002.
- KISKO, A., MISRA, R. D. K., TALONEN, J., & KARJALAINEN, L. P.. **The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15Cr–9Mn–Ni–Cu stainless steel.** Materials Science and Engineering: A, v. 578, p. 408-416, 2013.

- KLIAUGA, A. M., SORDI, V. L., & DOBATKIN, S. V.. DOBATKIN. "**Microstructural evolution of a F138 austenitic stainless steel after deformation by ECAP and HPT.**" Materials Science Forum. Vol. 775. Trans Tech Publications, 2014.
- KRUPP, U., ROTH, I., CHRIST, H. J., KÜBBELER, M., & FRITZEN, C. P.. **In situ SEM observation and analysis of martensitic transformation during short fatigue crack propagation in metastable austenitic steel.** Advanced Engineering Materials, v. 12, n. 4, p. 255-261, 2010.
- KUHFUSS, Bernd; MOUMI, Eric; PIWEK, Volker. **Micro rotary swaging: process limitations and attempts to their extension.** Microsystem Technologies, v. 14, n. 12, p. 1995, 2008.
- KUMAR, B. R., SHARMA, S., MAHATO, B. **Formation of ultrafine grained microstructure in the austenitic stainless steel and its impact on tensile properties.** Materials Science and Engineering: A, v. 528, n. 6, p. 2209-2216, 2011.
- LEE, S. J.; PARK, Y. M.; LEE, Y. K.. **Reverse transformation mechanism of martensite to austenite in a metastable austenitic alloy.** Materials Science and Engineering: A, v. 515, n. 1, p. 32-37, 2009.
- LEE, T. H., SHIN, E., OH, C. S., HA, H. Y., & KIM, S. J.. **Correlation between stacking fault energy and deformation microstructure in high-interstitial-alloyed austenitic steels.** Acta Materialia, v. 58, n. 8, p. 3173-3186, 2010.
- LEUTENECKER, R., WAGNER, G., LOUIS, T., GONSER, U., GUZMAN, L., & MOLINARI, A.. **Phase transformations of a nitrogen-implanted austenitic stainless steel (X10 CrNiTi 18-9).** Materials Science and Engineering: A, v. 115, p. 229-244, 1989.
- LIM, S. J., CHOI, H. J., & LEE, C. H. . **Forming characteristics of tubular product through the rotary swaging process.** Journal of Materials Processing Technology, v. 209, n. 1, p. 283-288, 2009.
- LIU, Q; HANSEN, N.. "**Macroscopic and microscopic subdivision of a cold-rolled aluminium single crystal of cubic orientation.**" Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. Vol. 454, No. 1978, pp. 2555-2592, 1998.
- LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. **Recent developments in stainless steels.** Materials Science and Engineering: R: Reports, v. 65, n. 4, p. 39-104, 2009.

- MAKI, T.. **Stainless steel: progress in thermomechanical treatment**. Current Opinion in Solid State and Materials Science, v. 2, n. 3, p. 290-295, 1997.
- MALLICK, P., TEWARY, N. K., GHOSH, S. K., & CHATTOPADHYAY, P. P. . **Microstructure-tensile property correlation in 304 stainless steel after cold deformation and austenite reversion**. Materials Science and Engineering: A, v. 707, p. 488-500, 2017.
- MENDES FILHO, A. D. A., PRADOS, E. F., VALIO, G. T., RUBERT, J. B., SORDI, V. L., & FERRANTE, M.. **Severe plastic deformation by equal channel angular pressing: product quality and operational details**. Materials Research, v. 14, n. 3, p. 335-339, 2011.
- MISRA, R. D. K., KUMAR, B. R., SOMANI, M., & KARJALAINEN, P.. **Deformation processes during tensile straining of ultrafine/nanograined structures formed by reversion in metastable austenitic steels**. Scripta Materialia, v. 59, n. 1, p. 79-82, 2008.
- MISRA, R. D. K., NAYAK, S., MALI, S. A., SHAH, J. S., SOMANI, M. C., & KARJALAINEN, L. P.. **On the significance of nature of strain-induced martensite on phase-reversion-induced nanograined/ultrafine-grained austenitic stainless steel**. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 41, n. 1, p. 3-12, 2010.
- MOALLEMI, M., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., & REZAEI, A.. **Effect of reversion annealing on the formation of nano/ultrafine grained structure in 201 austenitic stainless steel**. Materials Science and Engineering: A, v. 530, p. 378-381, 2011.
- MOALLEMI, M., KERMANPUR, A., NAJAFIZADEH, A., & REZAEI, A.. **Formation of nano/ultrafine grain structure in a 201 stainless steel through the repetitive martensite thermomechanical treatment**. Materials Letters, 89, 22-24, 2012.
- NICKEL INSTITUT **Practical guidelines for the fabrication of high performance austenitic stainless steels** [Livro]. - 2010.
- NISHIYAMA, Z. **Martensitic transformation**. Elsevier, 2012.
- OLSSON, C.-O.A.; LANDOLT, D. **Passive films on stainless steels—chemistry, structure and growth**. Electrochimica acta, v. 48, n. 9, p. 1093-1104, 2003.
- OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30; **“Determination the ferrite content of austenitic and DUPLEX stainless steel and determination of the ratio of martensite**

**in austenitic stainless steels,”** Institut für Elektronik und Messtechnik, Sindelfingen Germany, 2008, pp.240

OSHIMA, T; HABARA, Y; KURODA, K. **Efforts to save nickel in austenitic stainless steels.** ISIJ international, v. 47, n. 3, p. 359-364, 2007.

OUTOKUMPU STAINLESS, A. B. **Handbook of Stainless Steel.** Avesta: Outokumpu Stainless AB, 2013.

PADILHA, A. F.; RIOS, P. R. **Decomposition of austenite in austenitic stainless steels.** ISIJ international, v. 42, n. 4, p. 325-327, 2002.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades,** Hemus, S. 1994.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. **Annealing of cold-worked austenitic stainless steels.** ISIJ international, v. 43, n. 2, p. 135-143, 2003.

PAULA, A.S.. **Tratamentos Termomecânicos de Ligas do Sistema Ni-Ti – Caracterização Estrutural e Otimização das Propriedades Associadas ao Efeito de Memória de Forma,** Universidade Nova de Lisboa, Dissertação de Doutorado, 2006.

PINTO, A. L.; LOPES, A. M. **A utilização da técnica EBSD em estudos de microtextura e mesotextura.** Cap. 20. En: Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. Universidade de São Paulo, 2003. p. 441-459. 2003.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.. **Phase Transformations in Metals and Alloys,** (Revised Reprint). CRC Press, 1992.

PRADOS, E. F.; SORDI, V. L.; FERRANTE, M.. **The effect of Al 2 Cu precipitates on the microstructural evolution, tensile strength, ductility and work-hardening behaviour of a Al-4wt.% Cu alloy processed by equal-channel angular pressing.** Acta Materialia, v. 61, n. 1, p. 115-125, 2013.

RAJASEKHARA, S.; FERREIRA, P. J.. **“Martensite→ austenite phase transformation kinetics in an ultrafine-grained metastable austenitic stainless steel”.** Acta Materialia, v. 59, n. 2, p. 738-748, 2011.

REZAEI, A., KERMANPUR, A., NAJAFIZADEH, A., & MOALLEMI, M.. **“Production of nano/ultrafine grained AISI 201L stainless steel through advanced thermo-mechanical treatment”.** Materials Science and Engineering: A, v. 528, n. 15, p. 5025-5029, 2011(a).

- REZAEI, A., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., & MOALLEMI, M.. **“The influence of reversion annealing behavior on the formation of nanogained structure in AISI 201L austenitic stainless steel through martensite treatment”**. Materials & Design, v. 32, n. 8, p. 4437-4442, 2011(b).
- REZAEI, A., KERMANPUR, A., NAJAFIZADEH, A., MOALLEMI, M., & BAGHBADORANI, H. S.. **“Investigation of cold rolling variables on the formation of strain-induced martensite in 201L stainless steel”**. Materials & Design, 46, 49-53, 2013.
- RIOS, P. R.; PADILHA, A. F.. **Transformações de fase**. Artliber, 2007.
- ROA, J. J., FARGAS, G., CALVO, J., JIMÉNEZ-PIQUÉ, E., & MATEO, A.. **“Plastic deformation and damage induced by fatigue in TWIP steels”**. Materials Science and Engineering: A, v. 628, p. 410-418, 2015.
- SALOUT, S. A., SHIRAZI, H., & NILI-AHMADABADI, M.. **“Fine grained 304 ASS processed by a severe plastic deformation and subsequent annealing; microstructure and mechanical properties evaluation.”** AIP Conference Proceedings. Vol. 1920. No. 1. AIP Publishing, 2018
- SCHAEFFLER, Anton L. **“Selection of austenitic electrodes for welding dissimilar metals”**. Weld J, v. 26, p. 601-620, 1947.
- SHEN, Y. F., LI, X. X., SUN, X., WANG, Y. D., & ZUO, L.. **“Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel”**. Materials Science and Engineering: A, v. 552, p. 514-522, 2012.
- SHEWMON, Paul G. **“Transformations in metals”**. McGraw-Hill, 1969.
- SHIRDEL, M.; MIRZADEH, H.; PARSA, M. H. **“Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect”**. Materials Characterization, v. 103, p. 150-161, 2015.
- SILVA, A.L.DA C., MEI. P.R. **Aços e ligas especiais**. Sumaré-SP: Eletrometal S.A. metais especiais. (2.ed.). 1988.
- SOLOMON, N.; SOLOMON, I. **“Deformation induced martensite in AISI 316 stainless steel”**. Revista de metalurgia, v. 46, n. 2, p. 121-128, 2010.
- SORDI, V. L., FERRANTE, M., KAWASAKI, M., & LANGDON, T. G. **“Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular**

**pressing and by rolling**". Journal of Materials Science, v. 47, n. 22, p. 7870-7876, 2012.

SOUSA, Talita Gama de, "**Resistência mecânica e condutividade elétrica da Liga comercial CuCrZr processada por ECAP**", Tese de Doutorado, IME, julho de 2018.

SOUSA, Talita Gama de; SORDI, Vitor Luiz; BRANDÃO, Luiz Paulo. "**Dislocation Density and Texture in Copper Deformed by Cold Rolling and Ecap**". Materials Research, v. 21, n. 1, 2018.

SOUZA, C.O., DA SILVA, C. S., ALVES, J. M., PAULA, A. S., BRANDÃO, L. P., CASANOVA, A. B. C., DE OLIVEIRA, I. S.. "**Estudo comparativo para distintas condições de laminação a frio e recozimento para reversão de um aço inoxidável austenítico 201In**". p. 1034-1045. In: *73º Congresso Anual da ABM*, São Paulo, 2018.

SUMITA, M.; HANAWA, T.; TEOH, S. H. "**Development of nitrogen-containing nickel-free austenitic stainless steels for metallic biomaterials—review**". Materials Science and Engineering: C, v. 24, n. 6, p. 753-760, 2004.

TAKAKI, S.; TOMIMURA, K.; UEDA, S.. "**Effect of Pre-cold-working on Diffusional Reversion of Deformation Induced Martensite in Metastable Austenitic Stainless Steel**". ISIJ international, v. 34, n. 6, p. 522-527, 1994.

TAVARES, S. S. M., PARDAL, J. M., DA SILVA, M. G., ABREU, H. F. G., & DA SILVA, C. R.. "**Deformation induced martensitic transformation in a 201 modified austenitic stainless steel**". Materials Characterization, v. 60, n. 8, p. 907-911, 2009.

TIMOKHINA, I. B.; MEDVEDEV, A.; LAPOVOK, R.. "**Severe plastic deformation of a TWIP steel**". Materials Science and Engineering: A, v. 593, p. 163-169, 2014.

TALONEN, J.; HÄNNINEN, H. "**Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels**". Acta materialia, v. 55, n. 18, p. 6108-6118, 2007.

TOMIMURA, K.; TAKAKI, S.; TOKUNAGA, Y.. "**Reversion Mechanism from Deformation Induced Martensite to Austenite in Metastable Austenitic Stainless Steels**". ISIJ international, v. 31, n. 12, p. 1431-1437, 1991.

TOTH, L.; S.; G., "**Chengfan. Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation**". Materials Characterization, v. 92, p. 1-14, 2014.

UENO, H., KAKIHATA, K., KANEKO, Y., HASHIMOTO, S., & VINOGRADOV, A.. "**Nanostructurization assisted by twinning during equal channel angular pressing**

**of metastable 316L stainless steel**". Journal of materials science, v. 46, n. 12, p. 4276-4283, 2011.

VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V.. **"Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation"**. Progress in materials science, v. 45, n. 2, p. 103-189, 2000.

VALIEV, Ruslan. **"Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties"**. Nature materials, v. 3, n. 8, p. 511-516, 2004.

VALIEV, R. Z., ESTRIN, Y., HORITA, Z., LANGDON, T. G., ZECHETBAUER, M. J., & ZHU, Y. T.. **"Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation"**. Jom, 58(4), 33-39, 2006.

VALIEV, R. Z., & LANGDON, T. G... **"Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement"**. Progress in Materials Science, v. 51, n. 7, p. 881-981, 2006.

VERBEKEN, K., CAENEGEM N. V., RAABE, D. **"Identification of  $\epsilon$  martensite in a Fe-based shape memory alloy by means of EBSD"**. Micron, vol. 40, págs. 151- 156, 2009.

XU, C., FURUKAWA, M., HORITA, Z., & LANGDON, T. G.. **The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP**. Materials Science and Engineering: A, v. 398, n. 1, p. 66-76, 2005.

YAMAMOTO, Y., SANTELLA, M. L., LIU, C. T., EVANS, N. D., MAZIASZ, P. J., & BRADY, M. P.. **Evaluation of Mn substitution for Ni in alumina-forming austenitic stainless steels**. Materials Science and Engineering: A, v. 524, n. 1, p. 176-185, 2009.

YAN, F. K., LIU, G. Z., TAO, N. R., & LU, K.. **Strength and ductility of 316L austenitic stainless steel strengthened by nano-scale twin bundles**. Acta Materialia, v. 60, n. 3, p. 1059-1071, 2012.

ZHANG, Qi; JIN, Kaiqiang; MU, Dong. **Tube/tube joining technology by using rotary swaging forming method**. Journal of Materials Processing Technology, v. 214, n. 10, p. 2085-2094, 2014.

ZHENG, Z. J., GAO, Y., LIU, J. W., & ZHU, M.. **A hybrid refining mechanism of microstructure of 304 stainless steel subjected to ECAP at 500° C**. Materials Science and Engineering: A, v. 639, p. 615-625, 2015.

ZHU, Y. T., LOWE, T. C., & LANGDON, T. G.. **Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation.** Scripta Materialia, v. 51, n. 8, p. 825-830, 2004.

## 9. ANEXOS

### 9.1 NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS

TAB. 9.1: Nomenclatura das amostras.

Amostra	Condição
CR	Como recebida
0P	Tratada termicamente a 1050° C por 1h
1P	1 Passe ECAP
2P	2 Passes ECAP
3P	3 Passes ECAP
0P-FR-20%	Tratada termicamente – Forjamento rotativo 20%
1P-FR-20%	1P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo 20%
2P-FR-20%	2P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo 20%
3P-FR-20%	3P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo 20%
0P-FR-35%	Tratada termicamente – Forjamento rotativo 35%
1P-FR-35%	1P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo 35%
2P-FR-35%	2P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo 35%
3P-FR-35%	3P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo 35%
0P-FR-R-35%	Tratada termicamente – Forjamento rotativo – Tratamento de Reversão
1P-FR-R-35%	1P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo – Tratamento de Reversão
2P-FR-R-35%	2P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo – Tratamento de Reversão
3P-FR-R-35%	3P (ECAP) submetida ao Forjamento rotativo – Tratamento de Reversão

## 9.2 RELAÇÃO DE MATRIZES DISPONÍVEIS PARA O FORJAMENTO ROTATIVO

TAB. 9.2: Relação de matrizes para o forjamento rotativo a frio.

Diâmetro (polegada)	Diâmetro (mm)	% redução em diâmetro	Redução (mm)	% redução em área
Entrada máxima 16 mm				
0,625	15,875	–	–	–
0,575	14,605	8,000	1,27	15,36
0,551	13,487	7,650	1,118	14,72
0,490	12,446	7,720	1,041	14,85
0,450	11,430	8,160	1,016	15,66
0,410	10,414	8,890	1,016	16,99
0,375	9,525	8,540	0,889	16,34
0,343	8,712	8,530	0,813	16,34
0,312	7,925	9,040	0,787	17,26
0,280	7,112	10,260	0,813	19,46
0,250	6,350	10,710	0,762	20,28
0,230	5,842	8,000	0,508	15,36
0,210	5,334	8,700	0,508	16,64
0,190	4,826	9,520	0,508	18,14
0,172	4,369	9,470	0,457	18,05
0,155	3,937	9,880	0,432	18,79
0,140	3,556	9,680	0,381	18,42
0,125	3,175	10,710	0,381	20,28
0,112	2,845	10,400	0,33	19,72
0,100	2,540	10,710	0,305	20,28

### 9.3 PARÂMETROS INSTRUMENTAIS UTILIZADOS NA TÉCNICA DE EBSD APÓS O ECAP

TAB. 9.3: Condições instrumentais utilizadas nas análises de EBSD para amostras CR, 0P, 1P, 2P e 3P.

		Amostras				
	Parâmetros Valores	CR	0P	1P	2P	3P
	MEV	25	25	25	25	25
	Spot size	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5
	Aumento	800	500	500	500	500
MEV	Distancia	20	20	20	20	20
	Inclinação	70	70	70	70	70
Detector de	Distância	16	16	16	16	16
EBSD	Inclinação	10,4	10,3-10,4	10,4-10,5	10,4-10,5	10,4-10,5
	Ganho	96	96	96	96	96
	Contraste	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Software	Tempo de exposição	7	7	20	15	10
	IC	99%	99%	99%	99%	99%
	Step size	0,69	0,91	0,43	0,23	0,23

#### 9.4 PARÂMETROS INSTRUMENTAIS UTILIZADOS NA TÉCNICA DE EBSD APÓS A O TRATAMENTO TÉRMICO DE REVERSÃO

TAB. 9.4: Condições instrumentais utilizadas nas análises de EBSD para amostras 0P-FR-R-35%, 1P-FR-R-35%, 2P-FR-R-35% e 3P-FR-R-35%.

		Amostras			
Parâmetros	0P-FR-R-35%	1P-FR-R-35%	2P-FR-R-35%	3P-FR-R-35%	
MEV	25	25	25	25	
Spot size	5,5	5,5	5,5	5,5	
Aumento	800	800	800	800	
MEV	Distancia	20	20	20	20
	Inclinação	70	70	70	70
Detector	Distância	16	16	16	16
de EBSD	Inclinação	10,3-10,4	10,4	10,4	10,4
	Ganho	96	96	96	96
	Contraste	0,1	0,1	0,1	0,1
	Tempo de exposição	7	15	10	15
Software	IC	99%	99%	99%	99%
	Step size	0,69	0,69	0,69	0,69
	Frame	1	1	1	1

## 9.5 DADOS DE RESISTÊNCIA MECÂNICA

Abaixo segue a tabela completa com os dados obtidos pelo ensaio de tração, dureza e tamanho de grão.

TAB. 9.5: Valores de limite de escoamento, tensão máxima, deformação total, microdureza Vickers e tamanho de grão.

Amostras	$\delta_{0,2\%}$ (MPa)	$\delta$ (MPa)	$\delta_V$ (MPa)	$\epsilon_T$ (%)	HV	TG ( $\mu\text{m}$ )	RE	n
OP-FR-R-1	510	948	1454	62,17			0,54	0,294
OP-FR-R-2	586	988	1438	55,61	268	19,7	0,59	0,235
OP-FR-R-4	572	971	1447	58,32			0,59	0,249
1P-FR-R-1	597	964	1427	58,5			0,62	0,230
1P-FR-R-2	643	979	1421	55,39	277	11,5	0,66	0,227
1P-FR-R-3	569	969	1454	60,22			0,59	0,252
2P-FR-R-1	635	981	1427	55,89			0,65	0,233
2P-FR-R-2	650	976	1429	57,03	301	9,33	0,67	0,230
2P-FR-R-3	637	978	1460	59,83			0,65	0,222
3P-FR-R-1	710	1000	1416	51,78			0,71	0,206
3P-FR-R-2	751	1007	1415	51,38	286	5,8	0,75	0,217
3P-FR-R-4	732	997	1415	52,89			0,73	0,208

$\delta_{0,2\%}$  - Limite de Escoamento;  $\delta$  - Limite de resistência à tração;  $\delta_V$  - Limite de resistência a tração verdadeira;  $\epsilon_T$  - Deformação total; HV - Microdureza Vickers; D - Diâmetro médio dos grãos; RE - Razão Elástica; n - Coeficiente de encruamento médio.