

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

# **Envelhecimento dinâmico em um aço inoxidável ferrítico 430**

Autor: Guilherme Corrêa Soares  
Orientador: Prof. Leandro de Arruda Santos

Belo Horizonte  
2017

Guilherme Corrêa Soares

**Envelhecimento dinâmico  
em um aço inoxidável ferrítico 430**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, para obtenção do grau de mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia Física  
Orientador: Prof. Leandro de Arruda Santos

Escola de Engenharia  
Universidade Federal de Minas Gerais  
Belo Horizonte  
2017



*Dedico este trabalho à minha família, amigos e colegas,  
que me acompanharam durante essa intrigante jornada.*

# AGRADECIMENTOS

Ao professor Leandro de Arruda Santos e à professora Berenice Mendonça Gonzalez, pelos inúmeros ensinamentos, pelo grande apoio e paciência ao longo desses anos.

Ao professor Rhelman Rossano Urzêdo Queiroz pela compreensão e grande auxílio na realização deste trabalho.

Ao professor Dagoberto Brandão Santos e aos integrantes do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos, pelo auxílio na preparação metalográfica das amostras utilizadas nesta dissertação.

Aos professores Vicente Tadeu Lopes Bueno e Andréia Bicalho Henriques, ao Samuel Barbosa Lima e aos outros integrantes dos laboratórios de raios X e de análises térmicas, pela colaboração na realização deste estudo.

À doutora Daniella Gomes Rodrigues, por toda assistência na análise e preparação das amostras para a microscopia eletrônica de transmissão.

Aos meus colegas de laboratório, Suzanny Cristina Soares Martins e Guilherme Simões Pandolfi, pela convivência e companheirismo no dia a dia.

À Maria Aparecida Pacheco, Nelson Antônio de Azevedo e Patrícia Mara Trigueiro de Azevedo pelo suporte dado no período de realização deste trabalho.

A todos que contribuíram de forma direta ou indireta para que a elaboração desta dissertação fosse possível.

Agradecimentos especiais à Universidade Federal de Minas Gerais, ao Centro de Microscopia da UFMG e ao Instituto Federal de Minas Gerais - Campus Ouro Preto que colaboraram para a realização deste trabalho.

Agradecimentos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo fomento e à Aperam South America pelo material fornecido.

Agradeço especialmente ao meu pai, Wellington Antonio Soares, que me auxiliou na confecção desta dissertação e sempre me apoiou na escolha de seguir uma carreira acadêmica.

*"I think nature's imagination,  
is so much greater than man's,  
She's never going to let us relax."  
(Richard Feynman)*

## RESUMO

O envelhecimento dinâmico é um fenômeno metalúrgico associado a instabilidades plásticas promovidas pela interação de átomos de soluto com deslocamentos durante a deformação plástica. Esse fenômeno causa variações nas propriedades mecânicas de ligas metálicas, possuindo relevância para processos de conformação e aplicações que operem em temperaturas acima da temperatura ambiente. O objetivo deste estudo foi investigar a susceptibilidade de um aço ferrítico 430 ao envelhecimento dinâmico por meio de ensaios de tração realizados em uma faixa de temperatura de 25 a 600°C e taxa de deformação fixa de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . A análise das propriedades mecânicas foi realizada em termos do limite de escoamento, limite de resistência, aumento de resistência total, deformação uniforme, deformação total, deformação não-uniforme, expoente de encruamento e coeficiente de resistência. O comportamento de encruamento foi avaliado por meio das análises de Crussard-Jaoul modificada, curvas da capacidade de encruamento e do expoente instantâneo de encruamento. A evolução da subestrutura de deslocamentos em função da temperatura foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de transmissão. A variação das propriedades mecânicas e a ocorrência do efeito Portevin–Le Chatelier indicaram a ocorrência do envelhecimento dinâmico em temperaturas na faixa de 250 a 500°C. No regime do envelhecimento dinâmico, observou-se uma sensibilidade negativa à taxa de deformação, um máximo na resistência mecânica e no aumento total de resistência, enquanto que, na deformação uniforme, observou-se um comportamento decrescente ao longo de todas as temperaturas estudadas. A análise da subestrutura de deslocamentos de amostras deformadas em aproximadamente 7%, a 25, 400 e 600°C, revelou uma subestrutura celular nas amostras deformadas a 25 e 400°C; sendo que, a 400°C, um arranjo de deslocamentos retas e paralelas foi observado em conjunto à subestrutura celular; uma subestrutura de subgrãos e a formação de uma fina dispersão de precipitados foi observada na amostra deformada a 600°C. Uma superfície de fratura dúctil, caracterizada por uma rede de *dimples* e vazios, foi observada em todas as temperaturas investigadas; um refinamento do tamanho dos *dimples* foi observado no regime do envelhecimento dinâmico e um aumento no tamanho dos *dimples* em altas temperaturas. As análises por microscopia eletrônica de transmissão e da largura a meia altura dos difratogramas indicaram um aumento na multiplicação de deslocamentos devido ao envelhecimento dinâmico. A análise de encruamento revelou três etapas para as temperaturas investigadas, sendo identificada uma etapa extra no regime do envelhecimento dinâmico, associada à influência desse fenômeno sobre a interação e multiplicação das deslocamentos durante a deformação plástica. O envelhecimento dinâmico no aço inoxidável ferrítico 430 originou um aumento na resistência mecânica e nos parâmetros de encruamento, acompanhado de uma redução na deformação uniforme. Essas modificações mecânicas foram atribuídas a um aumento na densidade de deslocamentos, a uma diminuição na recuperação dinâmica e à formação de arranjos paralelos de deslocamentos. A variação no tamanho de *dimples* das fraturas foi relacionada à variação da deformação não-uniforme. Pesquisas futuras são recomendadas para a determinação do exato mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico no aço estudado.

**Palavras-chaves:** Envelhecimento dinâmico. Aço inoxidável ferrítico. Subestrutura de deslocamentos. Comportamento de encruamento

# ABSTRACT

Dynamic strain aging is a metallurgical phenomenon associated with solute-dislocation interaction induced plastic instabilities during plastic deformation. This phenomenon leads to mechanical properties variation in metallic alloys, thus, being relevant for forming procedures and applications which operate at temperatures above room temperature. The objective of this study was to investigate the susceptibility of a ferritic stainless steel 430 to dynamic strain aging by means of tensile tests performed at a temperature range of 25 to 600°C and a fixed strain rate of  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Mechanical properties analysis was performed in terms of the yield strength, ultimate tensile strength, total strain hardening, uniform elongation, total elongation, non-uniform elongation, strain hardening exponent and resistance coefficient. Strain hardening behavior was assessed via modified Crussard-Jaoul analyses, strain hardening rate and the instantaneous strain hardening exponent curves. Dislocation substructure development with deformation temperature was evaluated by means of transmission electron microscopy. Mechanical properties alteration and the occurrence of the Portevin–Le Chatelier effect indicated dynamic strain aging occurrence from 250 to 500°C. In the dynamic strain aging regime, negative strain rate sensitivity was observed, as well as a maximum in mechanical strength and in total strain hardening, while uniform deformation presented a decreasing behavior throughout all the investigated temperatures. Dislocation substructure analyses of samples deformed in approximately 7% at 25, 400 and 600°C revealed a cellular substructure in the samples deformed at 25 and 400°C; at 400°C, an array of straight and parallel dislocations was observed in conjunction with the cellular substructure; a substructure of subgrains and the formation of a fine precipitate dispersion was observed at 600°C. A ductile surface fracture, characterized by a network of dimples and voids, was observed at all investigated temperatures, with a refinement in dimple size being observed on the dynamic strain aging regime and an increase of dimple size in high temperatures. Transmission electron microscopy and full width at half maximum analyses indicated an increase in dislocation multiplication as a result of dynamic strain aging. Strain hardening analysis revealed three stages in the investigated temperatures; an extra stage was identified in the dynamic strain aging regime and associated with dynamic strain aging's influence on dislocation interaction and multiplication during plastic deformation. Dynamic strain aging in a ferritic stainless steel 430 resulted in an increase in mechanical strength and strain hardening parameters, accompanied by a reduction in uniform elongation. These variations were attributed to an increase in dislocation density, a decrease in dynamic recovery and the formation of a parallel dislocation array. Dimple size variation in fracture surface was related to the fluctuation of the non-uniform elongation. Future research is recommended to accurately establish the mechanism responsible for dynamic strain aging in the studied steel.

**Key-words:** Dynamic strain aging. Ferritic stainless steel. Dislocation substructure. Strain hardening behavior

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|  |    |
|--|----|
| Figura 1 – Microestrutura de um aço inoxidável ferrítico AISI 430 analisada por microscopia óptica (a) e microscopia eletrônica de varredura (b). DL representa a direção de laminação e DN representa a direção normal. . . . .   | 21 |
| Figura 2 – (a) Mapa atômico de C de uma atmosfera de Cottrell formada durante a laminação a morno de um aço de baixo carbono e (b) perfil de variação da concentração de C nas proximidades de uma deslocação . . . . .  | 23 |
| Figura 3 – Comportamento normal e serrilhado de um aço carbono de baixo carbono submetido à tração a 25 e 85°C e taxa de deformação de $1,6 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$   | 24 |
| Figura 4 – Classificação de serrilhados na curva tensão-deformação. . . . .  | 26 |
| Figura 5 – Bandas de PLC formadas em uma liga de alumínio-cobre durante processos de conformação. . . . .  | 27 |
| Figura 6 – Esquema do funcionamento da difusão por meio da linha de deslocação durante o envelhecimento dinâmico. . . . .  | 29 |
| Figura 7 – Mapa da energia de ligação de um átomo de soluto Mg com uma deslocação aresta em Al. As setas no detalhe exibem a região do núcleo da deslocação parcial, região na qual se encontra a maior diferença entre as energias de ligação e onde ocorreria a difusão “ <i>cross-core</i> ”. . . . .   | 30 |
| Figura 8 – Simulação do arraste de soluto em deslocações movimentando-se em velocidades elevadas de $5,97 \cdot 10^{-4} \text{ m/s}$ (a) e $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ (b). A escala de $c$ representa a concentração atômica de Mg. . . . .   | 31 |
| Figura 9 – Microscopia de transmissão de alta resolução (a) e análise de espectroscopia por perda de energia de elétrons (b) de um aço AISI 304 modificado deformado em $\epsilon=0,06$ , a 600°C e com uma taxa de deformação de cerca de $1,3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ; Mapa 2D da concentração do soluto Mg em ambos os lados de uma deslocação em uma liga Al-Mg. . . . . | 32 |
| Figura 10 – Superfície de fratura de um aço AISI 430 tratado termicamente a 800°C por 20 segundos. . . . .   | 40 |
| Figura 11 – Fractografias do aço P92 deformado em temperaturas de (a) 27°C, 300°C e 600°C com uma taxa de deformação de $1,26 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . . . . .   | 41 |
| Figura 12 – Imagens de microscopia de transmissão de um aço 316L deformado em metade de sua deformação total a uma taxa de deformação de $10^{-2} \text{s}^{-1}$ . (a) $T=400^\circ\text{C}$ , subestrutura planar formada devido ao envelhecimento dinâmico; (b) $T=600^\circ\text{C}$ , subestrutura celular formada devido à recuperação dinâmica plena. . . . .                | 44 |
| Figura 13 – Formato e indicação das dimensões do projeto de corpo de prova padrão  | 48 |

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| Figura 14 | – Difratoograma padrão da fase ferrítica . . . . .  | 52 |
| Figura 15 | – Curvas de tensão <i>versus</i> deformação de um aço inoxidável ferrítico 430 tracionado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600 °C e com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . .  | 55 |
| Figura 16 | – Propriedades mecânicas de um aço inoxidável ferrítico 430 em função da temperatura de deformação: (a) Limite de resistência, $\sigma_R$ , limite de escoamento, $\sigma_e$ , e aumento de resistência total, $\Delta\sigma$ , em função da temperatura. (b) Deformação total, $e_t$ , deformação uniforme, $e_u$ , deformação não-uniforme, $e_{nu}$ , e deformação no patamar de escoamento, $e_{Lüders}$ em função da temperatura para uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . . | 56 |
| Figura 17 | – Evolução do (a) expoente de encruamento, $n$ , e (b) coeficiente de resistência, $K$ , em função da temperatura para uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . .   | 57 |
| Figura 18 | – Evolução da morfologia dos serrilhados associados ao efeito PLC em relação à temperatura de deformação para uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Os serrilhados estão classificados de acordo com o apresentado na seção 3.2.1 . . . . .  | 58 |
| Figura 19 | – Curvas de engenharia de um aço inoxidável ferrítico 430 tracionado a 400 °C e com uma taxa de deformação de $10^{-3}$ e $10^{-2}\text{s}^{-1}$ . . . . .  | 59 |
| Figura 20 | – Dureza em função da temperatura de tratamento térmico . . . . .   | 60 |
| Figura 21 | – Difratoograma do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido. Os planos identificados indicam uma estrutura cristalina ferrítica . . . . .   | 60 |
| Figura 22 | – Difratogramas de amostras do aço inoxidável ferrítico 430 deformadas a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600 °C e com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . .   | 61 |
| Figura 23 | – Largura à meia altura dos picos de difração de raios X em função da temperatura de deformação . . . . .   | 62 |
| Figura 24 | – Microestrutura da seção longitudinal do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido, laminado a frio e recozido, obtida por microscopia óptica com um aumento de (a)500X e (b)1000X. Ataque: Vilella . . . . .   | 63 |
| Figura 25 | – Histograma da distribuição de tamanho de grão da amostra de aço inoxidável ferrítico 430 como recebida. . . . .   | 63 |
| Figura 26 | – Microestrutura da seção longitudinal do aço inoxidável ferrítico 430 deformado até a ruptura a 600°C, obtida por microscopia óptica. As imagens revelam (a) grãos de ferrita alongados pela deformação plástica e (b) região de corrosão excessiva apresentada pela amostra em questão de segundos após imersa no reagente. Ataque: Kallings . . . . .  | 64 |

|           |  |    |
|-----------|--|----|
| Figura 27 | –(a) Microestrutura da seção longitudinal do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido, laminado a frio e recozido, obtida pela análise de elétrons secundários por microscopia eletrônica de varredura. Ataque: Vilella (b) Mapa de KAM da amostra como recebida . . . . .   | 64 |
| Figura 28 | –Imagens de microscopia eletrônica de transmissão da subestrutura de deslocações de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado em $\epsilon=0.0714$ a $25^{\circ}\text{C}$ . As imagens revelam uma (a) subestrutura celular bem definida, (b) subestrutura celular mal definida, (c) distribuição uniforme de deslocações em uma célula e (d) emaranhado de deslocações no interior de um grão . . . . .   | 66 |
| Figura 29 | –Imagens de microscopia eletrônica de transmissão da subestrutura de deslocações de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado em $\epsilon=0.0749$ a $400^{\circ}\text{C}$ . As imagens revelam regiões com (a) a formação de paredes de deslocações e uma subestrutura paralela de deslocações, (b) subestrutura celular mal definida e uma tendência paralela das deslocações, (c) parede densa de deslocações e emaranhado de deslocações e (d) subestrutura celular bem definida por paredes densas de deslocações . . . . . | 67 |
| Figura 30 | –Imagens de microscopia eletrônica de transmissão da subestrutura de deslocações de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado em $\epsilon=0.0564$ a $600^{\circ}\text{C}$ . (a) Subestrutura de subgrãos, (b) distribuição de precipitados nanométricos na matriz ferrítica, (c) contornos de baixo ângulo e (d) dispersão de finos precipitados formados no contorno de grão . . . . .   | 68 |
| Figura 31 | –Precipitados selecionados para análise de EDS, EELS e SAED . . . . .  | 69 |
| Figura 32 | –Análise de espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS) de três precipitados observados em uma amostra deformada em 7,49% a $400^{\circ}\text{C}$ . . . . .   | 69 |
| Figura 33 | –Análise de espectroscopia por perda de energia de elétrons (EELS) de três precipitados observados em uma amostra deformada em 7,49% a $400^{\circ}\text{C}$ . . . . .   | 70 |
| Figura 34 | –Análise de difração de elétrons de área selecionada dos precipitados (a) 1, (b) 2 e (c) 3 . . . . .   | 71 |
| Figura 35 | –Imagem de uma deslocação reta e um emaranhado de deslocações por MET em campo escuro (a). Sinal da varredura de EELS da mesma região (d), mapas da distribuição de concentração de Cr (b), Fe (c), C (e) e sobreposição dos mapas de distribuição de concentração de Cr, Fe e C (f) . . . . .   | 72 |
| Figura 36 | –Curvas de fluxo de um aço inoxidável ferrítico 430 testado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e $600^{\circ}\text{C}$ com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . .  | 72 |

|           |  |    |
|-----------|--|----|
| Figura 37 | –Curvas da capacidade de encruamento (a) e do expoente instantâneo de encruamento (b) em função da deformação verdadeira de um aço inoxidável ferrítico 430 testado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500e 600 °C com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . .  | 73 |
| Figura 38 | –Curvas da utilizadas para análise modificada de C-J em amostras testadas com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ e temperaturas de deformação de (a) 25°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C, (f) 400°C, (g) 450°C, (h) 500°C e (i) 600°C. . . . .  | 74 |
| Figura 39 | –Curvas de fluxo, capacidade de encruamento e etapas de encruamento em função da deformação verdadeira de amostras testadas com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ e temperaturas de deformação de (a) 25°C, (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C, (g) 400°C, (h) 450°C, (i) 500°C e (j) 600°C. Todos os gráficos compartilham da mesma escala. . . . .             | 76 |
| Figura 40 | –Curvas do expoente instantâneo de encruamento, $n_i$ , e etapas de encruamento em função da deformação verdadeira de amostras testadas com uma taxa de deformação de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ e temperaturas de deformação de (a) 25°C, (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C, (g) 400°C, (h) 450°C, (i) 500°C e (j) 600°C. Todos os gráficos compartilham da mesma escala. . . . . | 77 |
| Figura 41 | –Análise da superfície de fratura das amostras deformadas a (a) 25°C, (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 350°C, (e) 400°C, (f) 450°C, (g) 500°C e (h) 600°C . . . . .   | 78 |
| Figura 42 | –Deformação uniforme em função da temperatura dos aços inoxidáveis ferríticos 430, APMT <sup>TM</sup> , P92, 9Cr1Mo, de um aço inoxidável martensítico 403, de um aço <i>Dual Phase</i> e de um aço carbono 1008 . . . . .   | 81 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 1 – Síntese das informações sobre o envelhecimento dinâmico em aços inoxidáveis . . . . .  | 33 |
| Tabela 2 – Composição química do aço investigado . . . . .  | 47 |
| Tabela 3 – Dimensões nominais dos corpos de prova usinados de acordo com a norma ASTM A370-14 (mm) . . . . .  | 48 |
| Tabela 4 – Propriedades mecânicas de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado a 400°C e taxas de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ) de $10^{-2}$ e $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . . . . . | 59 |
| Tabela 5 – Composição química dos precipitados identificados e da matriz, obtida por análise de EDS . . . . .   | 65 |
| Tabela 6 – Análise semiquantitativa da porcentagem atômica de Fe e Cr realizada por EDS. . . . .  | 69 |
| Tabela 7 – Composição de três precipitados realizada por EELS em uma amostrada deformada em 7,49% a 400°C . . . . .   | 70 |

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|       |   |
|-------|---|
| AISI  | American Iron and Steel Institute                       |
| APT   | Tomografia por sonda atômica                            |
| ASTM  | American Society for Testing and Materials              |
| C-J   | Crussard–Jaoul  |
| DRX   | Difração de raios X                                     |
| EBSD  | Difração de elétrons retroespalhados                    |
| EDS   | Espectrometria de raios X por energia dispersiva        |
| EELS  | Espectroscopia por perda de energia de elétrons         |
| FWMH  | Largura à meia altura                                   |
| HRTEM | Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução |
| IFMG  | Instituto Federal de Minas Gerais                       |
| ISSH  | Endurecimento por solução sólida                        |
| KAM   | Desorientação Média de Núcleo                           |
| MET   | Microscopia eletrônica de transmissão                   |
| PLC   | Portevin–Le Chatelier                                   |
| SAED  | Difração de elétrons de área selecionada                |
| UFMG  | Universidade Federal de Minas Gerais                    |

# LISTA DE SÍMBOLOS

|                             |                                      |
|-----------------------------|--------------------------------------|
| C                           | Carbono                              |
| $C$                         | Coefficiente de resistência de Swift |
| Cr                          | Cromo                                |
| $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ | Capacidade de encruamento            |
| $\Delta\sigma$              | Aumento total de resistência         |
| $e_u$                       | Deformação uniforme                  |
| $e_t$                       | Deformação total                     |
| $e_{nu}$                    | Deformação não-uniforme              |
| $e_{Lüders}$                | Deformação no patamar de escoamento  |
| $\epsilon$                  | Deformação verdadeira                |
| $\epsilon_0$                | Deformação plástica inicial          |
| Fe                          | Ferro                                |
| $K$                         | Coefficiente de resistência          |
| $m$                         | Expoente de encruamento de Swift     |
| Mn                          | Manganês                             |
| $n$                         | Expoente de encruamento              |
| $n_i$                       | Expoente instantâneo de encruamento  |
| N                           | Nitrogênio                           |
| Nb                          | Nióbio                               |
| $Q$                         | Energia de ativação                  |
| $\sigma$                    | Tensão verdadeira                    |
| $\sigma_e$                  | Limite de escoamento                 |
| $\sigma_R$                  | Limite de resistência                |
| V                           | Vanádio                              |

# SUMÁRIO

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>1</b> | <b>INTRODUÇÃO</b>   | <b>17</b> |
| <b>2</b> | <b>OBJETIVOS</b>  | <b>19</b> |
| 2.1      | Objetivo Geral  | 19        |
| 2.2      | Objetivos Específicos   | 19        |
| <b>3</b> | <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>                                    | <b>20</b> |
| 3.1      | Aços Inoxidáveis Ferríticos                                     | 20        |
| 3.1.1    | Características Microestruturais                                | 20        |
| 3.1.2    | Comportamento Mecânico em Temperaturas Elevadas                 | 22        |
| 3.2      | Envelhecimento Dinâmico   | 22        |
| 3.2.1    | Aspectos Gerais   | 22        |
| 3.2.2    | Energia de Ativação Associada ao Envelhecimento Dinâmico        | 28        |
| 3.2.3    | Modelos de Envelhecimento Dinâmico                              | 28        |
| 3.2.4    | Envelhecimento Dinâmico em Aços Inoxidáveis                     | 33        |
| 3.2.5    | Envelhecimento Dinâmico em Outras Ligas                         | 37        |
| 3.2.6    | Efeito do Envelhecimento Dinâmico sobre a Superfície de Fratura | 39        |
| 3.3      | Deformação Plástica de Aços Inoxidáveis                         | 41        |
| 3.3.1    | Comportamento de Encruamento                                    | 42        |
| 3.4      | Formação da Subestrutura de Deslocações                         | 43        |
| <b>4</b> | <b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>                                      | <b>47</b> |
| 4.1      | Material  | 47        |
| 4.2      | Caracterização do Comportamento Mecânico                        | 47        |
| 4.2.1    | Ensaio de Tração em Diferentes Temperaturas                     | 48        |
| 4.2.2    | Análise das Propriedades Mecânicas                              | 49        |
| 4.2.3    | Análise do Comportamento de Encruamento                         | 50        |
| 4.3      | Caracterização Microestrutural e da Subestrutura de Deslocações | 51        |
| 4.3.1    | Difratometria de Raios X  | 51        |
| 4.3.2    | Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura                    | 52        |
| 4.3.3    | Microscopia Eletrônica de Transmissão                           | 53        |
| <b>5</b> | <b>RESULTADOS</b>   | <b>55</b> |
| 5.1      | Caracterização Mecânica   | 55        |
| 5.2      | Difratometria de Raios X  | 59        |
| 5.3      | Caracterização Microestrutural                                  | 62        |

|          |  |            |
|----------|--|------------|
| 5.3.1    | Microscopia Óptica . . . . .   | 62         |
| 5.3.2    | Microscopia Eletrônica de Varredura . . . . .                            | 63         |
| 5.3.3    | Microscopia Eletrônica de Transmissão . . . . .                          | 65         |
| 5.4      | Comportamento de Encruamento . . . . .                                   | 71         |
| 5.5      | Caracterização da Superfície de Fratura . . . . .                        | 75         |
| <b>6</b> | <b>DISCUSSÃO . . . . .</b>   | <b>79</b>  |
| 6.1      | Caracterização Microestrutural . . . . .                                 | 79         |
| 6.2      | Caracterização do Comportamento Mecânico . . . . .                       | 79         |
| 6.3      | Evolução da Subestrutura de Deslocações . . . . .                        | 82         |
| 6.4      | Análise do Comportamento de Encruamento . . . . .                        | 86         |
| 6.5      | Influência do Envelhecimento Dinâmico na Superfície de Fratura . . . . . | 90         |
| 6.6      | Efeito Portevin–Le Chatelier . . . . .                                   | 91         |
| 6.7      | Aspectos Fenomenológicos do Envelhecimento Dinâmico . . . . .            | 93         |
| <b>7</b> | <b>CONCLUSÕES . . . . .</b>  | <b>99</b>  |
| <b>8</b> | <b>RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS . . . . .</b>                               | <b>100</b> |
| <b>9</b> | <b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS . . . . .</b>                        | <b>101</b> |
|          | <b>REFERÊNCIAS . . . . .</b>   | <b>102</b> |

# 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis apresentam uma excelente combinação de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, que viabiliza uma notável gama de aplicações em diversos setores da indústria, como o automotivo, químico e de eletrodomésticos. Em função da grande procura por essa classe de aços, o setor industrial tem investido na pesquisa e desenvolvimento desses aços, buscando o aperfeiçoamento de suas propriedades e redução de custos. Em virtude da instabilidade do preço do níquel no mercado, os aços inoxidáveis ferríticos são uma alternativa de menor custo aos aços inoxidáveis austeníticos, possuindo propriedades adequadas para aplicações menos nobres que não necessitem de grande estampabilidade ou resistência à corrosão, como utensílios de cozinha e sistemas de exaustão automotivos.

Os aços inoxidáveis ferríticos se destacam pelas propriedades mecânicas em altas temperaturas e resistência à corrosão sob tensão, propriedades que em conjunto com o menor coeficiente de expansão térmica e maior coeficiente de condução térmica, os tornam apropriados para aplicações em componentes estruturais para altas temperaturas, como tubulações de usinas nucleares de quarta geração. O aço inoxidável ferrítico 430 é o aço inoxidável mais utilizado na atualidade, sobressaindo-se pela combinação de baixo custo, boa conformabilidade, resistência mecânica e boa resistência à corrosão e oxidação.

O envelhecimento estático é um fenômeno metalúrgico baseado no ancoramento de deslocações devido à interação elástica deslocações-átomos de soluto, que leva ao aumento na resistência mecânica. O envelhecimento dinâmico consiste em um ancoramento das deslocações similar, devido à interação de átomos de soluto com deslocações, durante a deformação plástica em temperaturas intermediárias. A mobilidade dos átomos de soluto é essencial para a ocorrência do envelhecimento dinâmico, por consequência, esse fenômeno ocorre em uma determinada faixa de temperaturas e taxa de deformação. De maneira geral, o envelhecimento causa um aumento na resistência mecânica, nos parâmetros de encruamento e uma diminuição na ductilidade dos materiais. As instabilidades plásticas geradas pelo ancoramento e desancoramento das deslocações são observadas na curva de tensão-deformação e são conhecidas como o efeito Portevin–Le Chatelier; essas instabilidades produzem bandas de deformação na superfície, podendo gerar problemas de acabamento superficial e estruturais durante processos de conformação mecânica.

As mudanças observadas no comportamento mecânico, devidas ao envelhecimento dinâmico, estão relacionadas a um aumento na multiplicação de deslocações e à uma diminuição da mobilidade das deslocações durante a deformação plástica no regime do envelhecimento dinâmico. Em aplicações nas quais se preza a confiabilidade dos componentes em serviço, a manutenção das propriedades mecânicas em altas temperaturas e a compreensão do comportamento de fadiga são parâmetros importantes durante a fase de

planejamento, avaliação de falhas em projeto e inspeções baseadas em risco.

Nesse cenário, torna-se pertinente um aprofundamento na compreensão da influência do envelhecimento dinâmico no comportamento mecânico, na subestrutura de deslocamentos, no comportamento de encruamento e fratura dos aços inoxidáveis ferríticos. O propósito desta dissertação é investigar a influência do envelhecimento dinâmico nas propriedades mecânicas e nos parâmetros de encruamento de um aço inoxidável ferrítico, por meio de ensaios de tração realizados em uma faixa de temperaturas de 25°C a 600°C. Os resultados dos ensaios mecânicos deste estudo foram analisados em termos da evolução das propriedades mecânicas e do comportamento de encruamento, sendo correlacionados à subestrutura de deslocamentos e morfologia da superfície de fratura, investigadas por meio de microscopia eletrônica de transmissão, microscopia eletrônica de varredura, microscopia óptica e difração de raios X.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é caracterizar a susceptibilidade de um aço inoxidável ferrítico 430 ao envelhecimento dinâmico, em uma faixa de temperaturas de 25°C a 600°C, em termos de suas propriedades mecânicas, subestrutura de deslocações, comportamento de encruamento e superfície de fratura.

### 2.2 Objetivos Específicos

Para que o objetivo geral seja alcançado, foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- Investigar a influência do envelhecimento dinâmico e da temperatura de deformação sobre as propriedades mecânicas e comportamento de encruamento do aço inoxidável ferrítico 430, por meio de ensaios de tração em diferentes temperaturas;
- Caracterizar a subestrutura de deslocações, estrutura cristalina e superfície de fratura de um aço inoxidável ferrítico 430 após deformado em diferentes temperaturas, a fim de investigar a influência do envelhecimento dinâmico e correlacioná-la com a variação das propriedades mecânicas e parâmetros de encruamento.

## 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 3.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos apresentam elevada resistência à corrosão, custos relativamente baixos e estabilidade de preço. O aço inoxidável ferrítico 430 é um dos aços ferríticos com teor intermediário de cromo mais comumente empregado, sendo amplamente utilizado na indústria química, automotiva, alimentícia e de utensílios domésticos. Essa classe de aços não é comumente empregada na indústria de construção; entretanto é extensamente aplicada em tubulações para sistemas exaustores de veículos e usinas de geração de energia elétrica (1, 2, 3).

Em virtude do baixo coeficiente de expansão térmica, alta condutividade térmica e imunidade à corrosão sob tensão, os inoxidáveis ferríticos se sobressaem aos austeníticos em aplicações nas quais o comportamento mecânico em altas temperaturas é relevante (2, 3). Como consequência da variação do preço do níquel no mercado mundial, a demanda e aplicações de aços ferríticos inoxidáveis, que apresenta uma concentração consideravelmente menor de níquel em sua composição, está aumentando e tem inclusive podem substituído os aços austeníticos em algumas aplicações (4, 5).

Na ocasião em que são aplicados em construções, os aços inoxidáveis ferríticos são usualmente utilizados em aplicações internas, entretanto, alguns aços ferríticos também são apropriadas para aplicações externas e estruturais. Como consequência, essa classe de aços tem se tornado cada vez mais relevantes para a indústria da construção civil (6, 7).

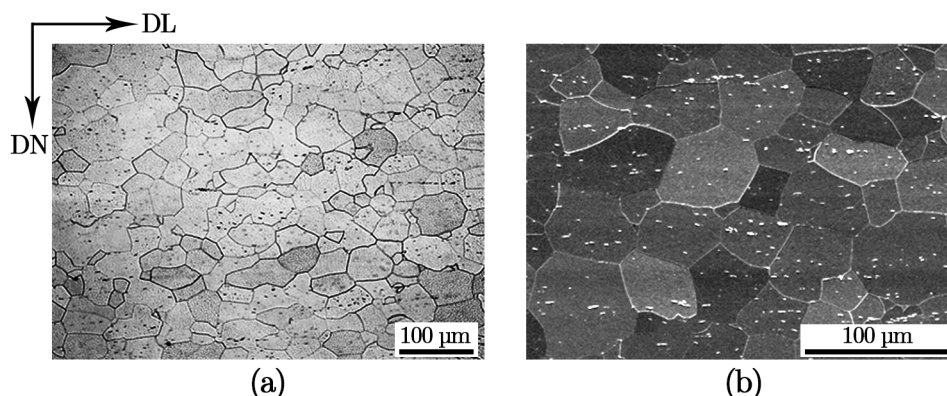
À temperatura ambiente, essa classe de aços apresenta uma boa deformabilidade, resistência à corrosão e oxidação adequadas. Entretanto, em temperaturas intermediárias podem ocorrer problemas como diminuição na ductilidade e na tenacidade (1).

#### 3.1.1 Características Microestruturais

A microestrutura dos aços inoxidáveis ferríticos, em seu estado recozido, pode ser descrita como uma matriz de grãos equiaxiais de ferrita, com uma fina dispersão de precipitados ligeiramente alinhados com a direção de laminação (8). Na Figura 1 ilustra-se a microestrutura de um aço inoxidável ferrítico analisada por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

Os aços inoxidáveis ferríticos podem apresentar um conjunto de diferentes precipitados em sua microestrutura: a microestrutura do aço AISI 430 é composta por uma matriz ferrítica e precipitados de  $M_{23}C_6$  (4); o aço AISI 441 apresenta nitretos de titânio (TiN), carbonetos de nióbio (NbC) e fase de Laves (3); o aço inoxidável ferrítico P92 apresenta endurecimento por precipitação de carbonetos  $M_{23}C_6$  e uma fina distri-

Figura 1 – Microestrutura de um aço inoxidável ferrítico AISI 430 analisada por microscopia óptica (a) e microscopia eletrônica de varredura (b). DL representa a direção de laminação e DN representa a direção normal. Adaptado de Malta *et al.* (8)



buição de carbonitretos do tipo MX (9); O aço 9Cr-1Mo apresenta finos precipitados de  $M_{23}C_6$  e MX, precipitados do tipo do tipo (V,N) e Nb(C,N) (10); o aço Fe-24Cr-4Al pode apresentar finas partículas de  $M_{23}C_6$  ao longo dos contornos de grão (5).

Os aços inoxidáveis ferríticos que apresentam nióbio (Nb) e titânio em sua composição para aprisionar elementos intersticiais, como nitrogênio (N) e carbono (C), são classificados como aços estabilizados. A presença de Nb e Ti leva à formação de nitretos e carbonetos que consomem os elementos intersticiais em solução sólida na matriz. Os precipitados formados nesses aços são estáveis em alta temperatura e funcionam como barreiras para o escorregamento de deslocações e crescimento de grão (2).

Ao serem expostas a temperaturas de 250 a 500°C, ligas ferríticas de Fe-Cr podem apresentar um fenômeno conhecido como fragilização a 475°C. Esse fenômeno de fragilização ocorre devido à decomposição da ferrita em duas fases distintas, que ocasionam em uma redução na ductilidade e tenacidade do material. Como consequência, esses materiais não são apropriados para aplicação em temperaturas de serviço nessa faixa de temperaturas (1, 11). Os aços inoxidáveis ferríticos utilizados como materiais estruturais para aplicações nucleares podem também sofrer fragilização por radiação (12). Kaçar *et al.* (13) relataram uma diminuição de ductilidade em um aço AISI 430 envelhecido em temperaturas entre 370 e 480°C, que foi atribuída à precipitação de intermetálicos como  $\alpha'$ ,  $M_{23}C_6$  e  $M_{23}(C,N)_6$  durante o envelhecimento.

A deformação cíclica desses aços na faixa de temperaturas de 250 a 500°C pode levar à formação de linhas e bandas de deslizamento na matriz ferrítica, que tendem a ser retilíneas nas condições em que o envelhecimento dinâmico atua e onduladas naquelas em que o efeito do mesmo é brando. Nessa faixa de temperatura, se é esperada a formação de carbonetos. A 500°C, existe também a possibilidade do coalescimento de carbonetos até o ponto no qual os mesmos passam a não dificultar a mobilidade das deslocações, causando então um efeito de amaciamento (1).

### 3.1.2 Comportamento Mecânico em Temperaturas Elevadas

O comportamento mecânico dos aços inoxidáveis se difere dos aços carbono principalmente devido à elevada concentração de elementos de liga. Os aços inoxidáveis geralmente apresentam melhores propriedades mecânicas em temperaturas elevadas; como resultado, esses materiais são mais adequados para aplicações que precisem suportar a condições de incêndio (14).

O comportamento mecânico dos aços ferríticos em elevadas temperaturas é relativamente pouco abordado na literatura (2). Essa classe de aços geralmente apresentam menores valores de deformação uniforme e encruamento em comparação com os aços austeníticos e duplex (15).

Em razão da interação dos carbonetos e nitretos com a movimentação de deslocamentos e contornos de grão, os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados apresentam uma maior resistência mecânica em elevadas temperaturas (2, 3). Além disso, em temperaturas elevadas, os átomos substitucionais como Cr, Nb e Ti promovem endurecimento por solução sólida (3).

Os valores do limite de escoamento e resistência do aço inoxidável ferrítico 430 em temperaturas de 200 a 400°C são aproximadamente constantes, o que pode ser associado à ocorrência de envelhecimento dinâmico nessa faixa de temperaturas. Para valores de temperatura acima de 600°C, esse aço se deforma por fluência em estágio estacionário, apresentando encruamento desprezível e uma acentuada diminuição da resistência mecânica com o aumento de temperatura. O módulo de elasticidade apresenta um comportamento decrescente com o aumento de temperatura, destacando-se a notável redução dessa propriedade na faixa de 600 a 800°C (2).

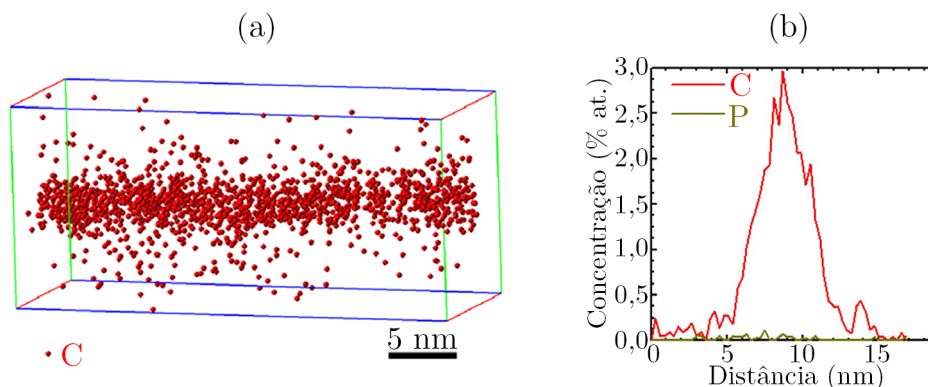
## 3.2 Envelhecimento Dinâmico

### 3.2.1 Aspectos Gerais

O envelhecimento dinâmico é um processo de envelhecimento que ocorre durante a deformação plástica. O mesmo ocorre em uma determinada faixa de temperaturas e taxa de deformação na qual a interação entre átomos de soluto e deslocamentos resultam em um ancoramento, perturbando a mobilidade dessas deslocamentos (1). A formação da atmosfera de soluto e conseqüente ancoramento das deslocamentos ocorre por meio da difusão de intersticiais ou substitucionais de soluto até deslocamentos móveis, que se encontram temporariamente paralisadas em obstáculos na rede cristalina (9, 16). Esse ancoramento leva a um aumento de tensão, de modo que as deslocamentos superem esses obstáculos ou novas deslocamentos sejam geradas (1). Na Figura 2, está ilustrado um mapa atômico de C de uma atmosfera de Cottrell (Figura 2(a)) formada durante a laminação a morno e um exemplo de perfil da variação da concentração C nas proximidades de uma deslocamento

(Figura 2(b)) em um aço de baixo carbono.

Figura 2 – a) Mapa atômico de C de uma atmosfera de Cottrel formada durante a laminação a morno de um aço de baixo carbono e (b) perfil de variação da concentração de C nas proximidades de uma deslocação. Adaptado de Pereloma *et al.* (17)



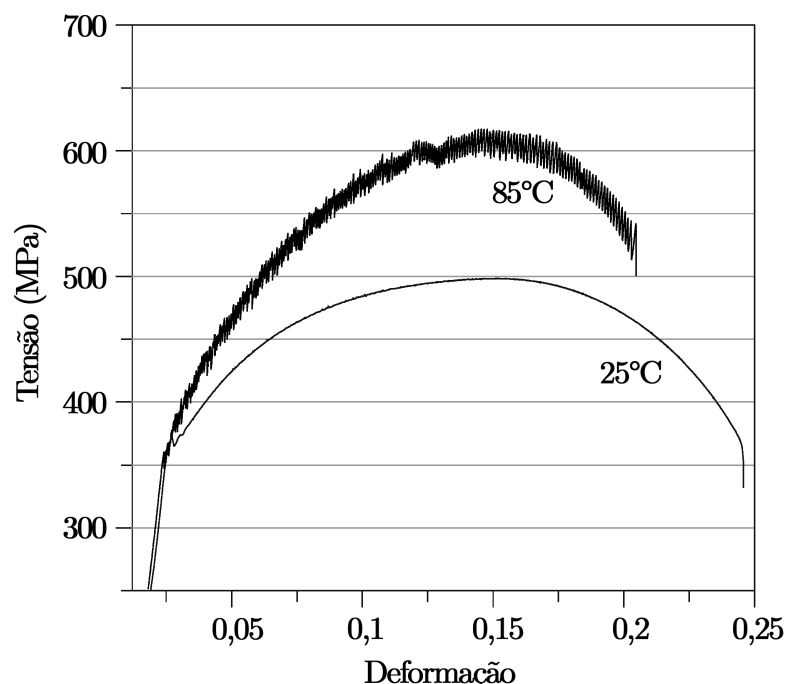
O envelhecimento dinâmico depende da temperatura e da taxa de deformação, parâmetros que governam a difusividade dos átomos de soluto e velocidade de escorregamento das deslocações (18). Altas temperaturas e baixas taxas de deformação resultam em maiores atmosferas de soluto ao redor de deslocações, em razão do aumento na difusibilidade e no tempo para a difusão dos átomos de soluto até as deslocações, respectivamente (9, 19). O envelhecimento dinâmico é típico de materiais com uma estrutura cúbica de corpo centrado que contém elementos intersticiais como o C, N e boro (2, 20). A difusão efetiva de uma elevada concentração de átomos de soluto livre é essencial para ocorrência do envelhecimento dinâmico (3).

A ocorrência do envelhecimento dinâmico está usualmente associada à ocorrência de serrilhados na curva tensão-deformação, bem como à presença de um máximo nos valores de resistência mecânica e da capacidade de encruamento, de um mínimo de ductilidade e de uma sensibilidade à taxa de deformação negativa (9, 21). O aumento na resistência mecânica e na capacidade de encruamento está supostamente associado à uma multiplicação acentuada de deslocações e ao atraso na recuperação dinâmica (9). A sensibilidade à taxa de deformação negativa indica que um material tem uma redução em sua resistência mecânica com o aumento da taxa de deformação; no caso de materiais que apresentam o envelhecimento dinâmico, o seu valor negativo está relacionado ao transporte de soluto e à eficiência das atmosferas de soluto em paralisar as deslocações móveis; nesses materiais, o aumento da taxa de deformação promove um bloqueio menos efetivo das deslocações e um menor aumento de resistência mecânica (11, 22).

Como representado na Figura 3, a ocorrência desse fenômeno pode normalmente ser identificada por meio do comportamento serrilhado na curva tensão-deformação, denominado de efeito Portevin–Le Chatelier (PLC), resultante do ancoramento e desancoramento constante de deslocações. A forma dos serrilhados observados na curva tensão-deformação pode fornecer informações sobre as diferentes interações entre átomos e deslocações (1, 2, 16). Geralmente, observa-se um aumento na intensidade dos serrilhados

associados ao efeito PLC com o aumento de deformação plástica, de temperatura e diminuição da taxa de deformação, indicando um aumento na intensidade do ancoramento causado pelos solutos (9, 19). Embora o envelhecimento dinâmico seja associado a serrilhados na curva tensão-deformação, ensaios de fadiga de baixo ciclo demonstraram que o domínio do envelhecimento dinâmico se inicia antes do efeito PLC (18).

Figura 3 – Comportamento normal e serrilhado de um aço carbono de baixo carbono submetido à tração a 25 e 85°C e taxa de deformação de  $1,6 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ . Adaptado de Yilmaz (16)



Uma característica distinta do efeito PLC é uma deformação localizada, chamada de banda de PLC, que se forma e se propaga durante a deformação plástica. Essas bandas de PLC tem cerca de alguns milímetros e são inclinadas em aproximadamente  $55^\circ$  em relação à direção de deformação. Cada queda de tensão na curva de tensão-deformação está associada à formação de uma banda macroscópica na amostra, a qual pode se formar em uma ou mais regiões do comprimento útil do corpo de prova (16). A formação dessas bandas de PLC está relacionada a instabilidades locais que surgem durante a deformação plástica. Essas instabilidades ocorrem em razão da sensibilidade à taxa de deformação negativa, que reduz a resistência de regiões que apresentam um aumento local da taxa de deformação (23).

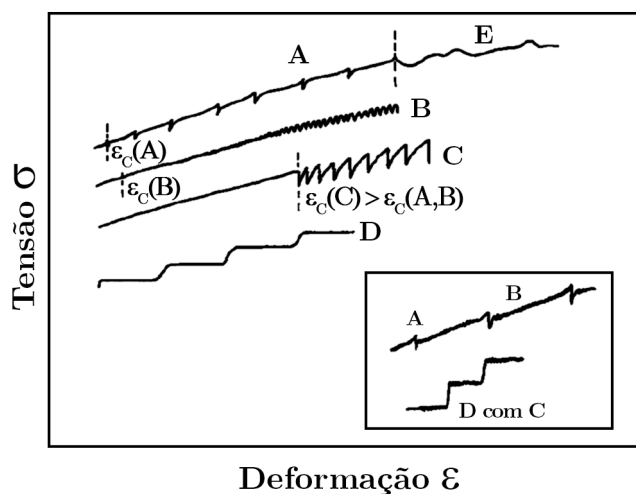
A fração volumétrica, a natureza dos precipitados e dispersão de partículas em uma matriz afeta as condições de instabilidade para a ocorrência do efeito PLC (16, 24). No estudo de ligas de Al, Pink *et al.* (25) observaram um aumento súbito da intensidade dos serrilhados em valores de deformação elevados em ligas envelhecidas. Pink *et al.* concluíram que esse comportamento estava possivelmente relacionado ao início do cisalhamento de precipitados.

Segundo a literatura (9, 26, 27, 28), o efeito PLC pode ser classificado em cinco tipos de serrilhados, como representado na Figura 4. Com base nessa classificação, a morfologia dos diferentes tipos de serrilhados, a deformação crítica para sua ocorrência, os fenômenos associados e possíveis combinações de serrilhados podem ser sumarizados como:

- Serrilhados tipo A são caracterizados por um aumento súbito de tensão, seguido por quedas bruscas abaixo ou no nível da média da curva tensão-deformação. O aumento de tensão nesse tipo de serrilhado está associado à difusão de átomos de soluto para deslocações móveis temporariamente paralisadas por algum obstáculo e à formação de uma atmosfera de soluto. As quedas de tensão estão relacionadas ao desvencilhamento das deslocações dessa atmosfera de soluto. Esse tipo de serrilhado ocorre em baixas temperaturas ou em altas taxas de deformação do regime de envelhecimento dinâmico;
- Serrilhados tipo B são definidos por rápidas e constantes flutuações que ocorrem próximas à média da curva de tensão-deformação. Essas flutuações estão associadas ao rápido ancoramento e desancoramento de deslocações devido à elevada mobilidade dos átomos de soluto. Esse tipo de serrilhado usualmente se desenvolve a partir dos serrilhados de tipo A com o aumento de deformação, ou inicia em conjunto com o escoamento descontínuo. A ocorrência desse serrilhado está associada a altas temperaturas ou a baixas taxas de deformação. Os serrilhados do tipo B podem ocorrer simultaneamente com os do tipo A;
- Serrilhados tipo C são identificados por quedas de tensão abaixo do nível médio da curva tensão deformação. Esses serrilhados são atribuídos ao desancoramento de deslocações. Esse tipo de serrilhado geralmente ocorre em maiores temperaturas e menores taxas de deformação do que as relacionadas aos tipos A e B. Além disso, a deformação crítica para sua ocorrência é normalmente maior do que aquelas associadas aos tipos A e B;
- Serrilhados tipo D são evidenciados por patamares sem nenhum encruamento e podem ocorrer em conjunto com serrilhados do tipo C. A ocorrência desse tipo de serrilhado está associada a altas temperaturas e a baixas taxas de deformação;
- Serrilhados tipo E são similares aos do tipo A; entretanto, não são periódicos e apresentam encruamento irrisório ou inexistente. Esse tipo de serrilhado está associado a deformações em baixas temperaturas, a altos valores de taxa de deformação e a elevados valores de deformação plástica.

A amplitude dos serrilhados ( $\Delta\sigma$ ) é considerada como uma medida da força do ancoramento das deslocações pelos átomos de soluto (19), podendo ser utilizada para avaliar a intensidade dos eventos de instabilidade plástica durante o efeito PLC (29).

Figura 4 – Classificação de serrilhados na curva tensão-deformação. Adaptado de Rodriguez (27)



Para o início do efeito PLC em ligas substitucionais, é necessário que uma deformação crítica,  $\epsilon_C$ , seja alcançada. Essa deformação crítica para o início dos serrilhados depende da temperatura e da taxa de deformação. O valor  $\epsilon_C$  associado aos serrilhados dos tipos A e B diminuem com o aumento da temperatura e com a diminuição da taxa de deformação; esses serrilhados são considerados “efeito PLC normal”. Entretanto, o valor de  $\epsilon_C$  associado ao serrilhado do tipo C cresce com o aumento de temperatura e com a diminuição de taxa de deformação; por essa razão esse tipo de serrilhado é denominado “efeito PLC inverso”. De forma geral, o valor de  $\epsilon_C$  diminui com a redução do tamanho de grão, devido ao aumento da quantidade de contornos de grão e o consequente aumento de regiões preferenciais para ocorrência do envelhecimento dinâmico (19, 27, 30).

Segundo a teoria de Cottrell, essa deformação crítica está relacionada a uma concentração crítica de lacunas necessária para aumentar o coeficiente de difusividade dos solutos envolvidos. A partir do momento em que o coeficiente de difusividade é elevado o suficiente, os átomos de soluto saturam a deslocação durante a sua paralisação em algum obstáculo e produzem uma atmosfera de soluto (11). A deformação crítica pode também estar conectada à necessidade de se alcançar um valor crítico de capacidade de encruamento, de taxa de multiplicação de deslocações ou de densidade de deslocações móveis (12).

O desaparecimento de serrilhados no decorrer da deformação está possivelmente associado ao esgotamento dos solutos responsáveis pelo envelhecimento dinâmico. Esse esgotamento poderia ocorrer pela difusão dos solutos para sumidouros ou por meio de reações de precipitação nas proximidades das deslocações (9, 19). A ausência de serrilhados em altas temperaturas pode também estar associada à mobilidade da atmosfera de soluto ser grande o suficiente para acompanhar as deslocações, resultando na falta ou ineficiência do ancoramento (19, 31). Em contrapartida, a ausência de serrilhados em condições de altas taxas de deformação pode estar associada à incapacidade dos mecanismos de difusão

em acompanhar a velocidade de movimentação das deslocções (22). Nikulin & Kaibyshev (31) argumentaram que o desaparecimento do envelhecimento dinâmico em um aço AISI 304 modificado pode estar relacionado à dissolução das nuvens de Cr em temperaturas superiores a 550°C.

O fenômeno de endurecimento por solução sólida (ISSH) tem sido atribuído à resistência mecânica de aços ligados com molibdênio, manganês e Cr ou microligados com Nb, titânio e vanádio (V). O efeito ISSH promove uma redução na mobilidade das atmosferas de soluto, deslocando a ocorrência do envelhecimento dinâmico para temperaturas mais elevadas e podendo ser utilizado para aumentar a resistência à fluência (32). Nikulin & Kaibyshev (31) confirmaram que a adição de elementos como o W, Nb, V e N ao AISI 304 estende a ocorrência do efeito de envelhecimento dinâmico para temperaturas mais elevadas.

Esse fenômeno é um problema tecnológico considerável em aplicações industriais que operam em temperaturas intermediárias (1), como evidenciado na estampagem a morno de um aço *dual phase* por Cai *et al.* (33). A deformação localizada, ocasionada pelo envelhecimento dinâmico está associada a problemas de superfície e estruturais, como por exemplo a formação de uma superfície áspera, bandas de deformação e a limitação das aplicações por estampagem. Na Figura 5 estão representadas bandas de PLC formadas em uma liga de alumínio-cobre durante processos de conformação (16, 34).

Figura 5 – Bandas de PLC formadas em uma liga de Al-Cu durante processos de conformação (16)



O envelhecimento dinâmico reduz a resistência à fadiga, sendo um empecilho para equipamentos industriais e peças estruturais que operem em uma temperatura acima da temperatura ambiente (1, 35). Essa redução da resistência à fadiga ocorre devido à indução de altas taxas de endurecimento cíclico e ao favorecimento da iniciação e propagação de trincas. Quando deformado ciclicamente em vácuo, o envelhecimento dinâmico pode aumentar drasticamente a resistência à fadiga de um material, evidenciando a importância do ambiente de teste para análise do comportamento de fadiga de um material (35).

### 3.2.2 Energia de Ativação Associada ao Envelhecimento Dinâmico

Devido ao envelhecimento dinâmico ser um processo termicamente ativado, associado com a interação entre solutos e deslocamentos, os mecanismos responsáveis por esse fenômeno podem ser identificados pela comparação da energia de ativação para a ocorrência e desaparecimento do envelhecimento dinâmico com valores da literatura (18). Composição química, tamanho de grão, distribuição de precipitados e pré-deformação são características do material que influenciam no envelhecimento dinâmico (19, 36).

Existem diversas maneiras de se aferir a energia de ativação,  $Q$ , relativa ao início ou fim da ocorrência do envelhecimento dinâmico, que no geral se baseiam na aparição de serrilhados na curva-tensão deformação, das quais se destacam as seguintes(11, 18, 37, 38):

- 1)  $Q$  pode ser obtida pela relação entre deformação crítica, temperatura e taxa de deformação para o início dos serrilhados na curva tensão-deformação;
- 2)  $Q$  pode ser obtida por meio da relação entre as temperaturas e taxas de deformação relativas ao início dos serrilhados na curva tensão-deformação;
- 3)  $Q$  pode ser calculada por meio da amplitude dos serrilhados ( $\Delta\sigma$ ) na curva tensão-deformação;
- 4) O método de intercepto permite o cálculo de  $Q$  por meio da associação de temperaturas e taxas de deformação que produzem uma mesma deformação crítica.

Trabalhos na literatura relatam que o cálculo de  $Q$  utilizando diferentes métodos propicia resultados similares (18, 37).

Baixos valores de energia de ativação para a ocorrência do envelhecimento dinâmico em ligas substitucionais tem sido fundamentados em fenômenos como difusão induzida por deformação, difusão por meio da linha de deslocação (*pipe diffusion*) e difusão ao longo do núcleo das deslocações (11, 18).

Segundo Samantaray *et al.* (39), a difusão por volume prevalece em condições de alta temperatura e baixas tensões, enquanto a difusão por meio da linha de deslocação (*pipe diffusion*) predomina em baixas temperaturas e elevadas tensões. A contribuição de cada mecanismo de difusão é função da temperatura e da densidade de deslocações.

Keh *et al.* interpretaram a energia de ativação para o fim dos serrilhados como a soma da energia de ligação dos solutos às deslocações e a energia de ativação para a difusão em volume dos átomos de soluto (40).

### 3.2.3 Modelos de Envelhecimento Dinâmico

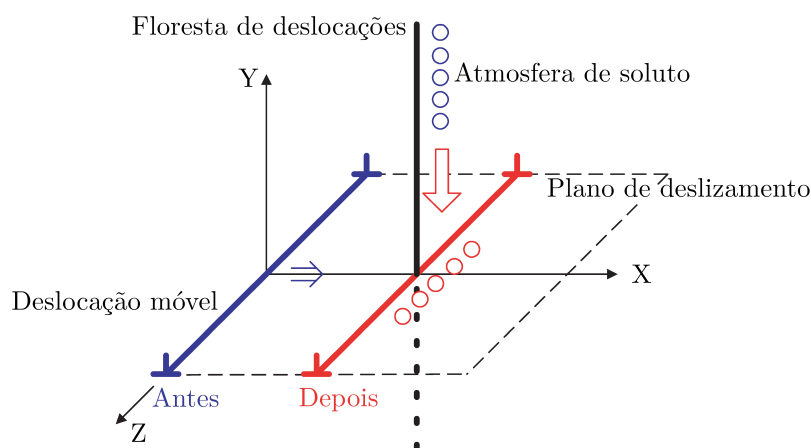
Diversos modelos foram propostos para explicar a ocorrência do envelhecimento dinâmico. O modelo inicial foi desenvolvido por Cottrell e considera que os átomos de soluto teriam mobilidade para formarem nuvens ao redor de deslocações móveis e para acompanhá-las durante sua movimentação pela rede cristalina. Esse processo aumentaria a força de fricção para as deslocações móveis, que se moveriam como objetos em um fluido

viscoso até uma velocidade crítica, acima da qual as mesmas se libertariam dessa nuvem de soluto e se moveriam livremente (30, 41).

O modelo de ancoramento proposto por McCormick e Van Den Beukel descreve o envelhecimento dinâmico como a difusão em volume de átomos de soluto para deslocações móveis temporariamente imobilizadas em obstáculos, como florestas de deslocações. Por conseguinte, a concentração de soluto que interage com as deslocações ancoradas está relacionada ao coeficiente de difusão dos átomos de soluto e ao tempo de imobilização. Esse modelo se utiliza da diminuição do tempo de imobilização das deslocações em obstáculos como a justificativa para a sensibilidade à taxa de deformação negativa (41, 42).

O modelo de Sleswyk (18) propõe que atmosferas de soluto se formam em florestas de deslocações; os átomos de soluto seriam drenados por meio de difusão por meio da linha de deslocação (*pipe diffusion*) para deslocações móveis que estejam temporariamente paralisadas. Esse modelo não requer difusão por volume ou o ancoramento de toda a deslocação paralisada, apenas da formação da atmosfera de soluto na porção que corta a floresta de deslocações (18). Na Figura 6 apresenta-se um esquema de como a difusão por meio da linha de deslocação auxiliaria a ocorrência do envelhecimento dinâmico. Legros *et al.* (43) observaram a ocorrência desse tipo de difusão em uma única deslocação por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET) in-situ. Os autores calcularam uma difusividade de até três ordens de magnitude maiores em relação à difusão em volume.

Figura 6 – Esquema do funcionamento da difusão por meio da linha de deslocação durante o envelhecimento dinâmico. Adaptado de Hong & Lee (18)



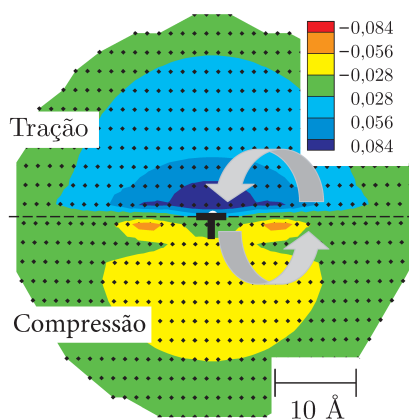
Em razão do envelhecimento dinâmico ter uma maior influência sobre o limite de resistência que sobre o limite de escoamento, o modelo de Mulford e Kocks propõe que a formação de nuvens de soluto afetaria um componente do encruamento, em oposição à uma tensão de atrito. O mecanismo responsável nesse modelo se baseia naquele sugerido por Sleswyk, atribuindo o envelhecimento dinâmico à difusão de solutos por meio da linha de deslocações (*pipe diffusion*) que estão temporariamente imobilizadas (41).

Embora tenha sido sugerido que a difusão por meio da linha de deslocação (*pipe*

*diffusion*) permitiria a difusão de átomos substitucionais com uma energia de ativação de 0,4-0,7 vezes menor que a da difusão em volume (18), há evidências que esse mecanismo reduziria a energia de ativação da difusão em apenas cerca de 20% e que não poderia ser responsável pelo envelhecimento dinâmico devido a limitações cinéticas e/ou pela falta de força motriz (41).

Curtin *et al.* (23) propuseram que o mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico e pela sensibilidade negativa à taxa de deformação negativa estaria relacionado a pulos atômicos de solutos através do plano de escorregamento por meio dos núcleos de deslocações parciais, da região de compressão para a de tensão. Esse mecanismo de difusão “*cross-core*” apresentaria uma elevada força motriz termodinâmica devido à grande diferença de entalpia entre os lados do núcleo da deslocação, possuindo assim uma energia de ativação consideravelmente menor que a da difusão por volume. Modelamentos realizados por Curtin *et al.* (23) indicaram que a difusão “*cross-core*” seria capaz de transportar grande parte dos solutos do plano de escorregamento sob compressão para a parte sob tensão. Na Figura 7, ilustra-se um mapa da energia de ligação de um único átomo substitucional de Mg com uma deslocação aresta em Al, que foi obtido por meio de estatística molecular, no qual pode-se observar uma maior diferença de energia de ligação nas regiões do núcleo das deslocações parciais.

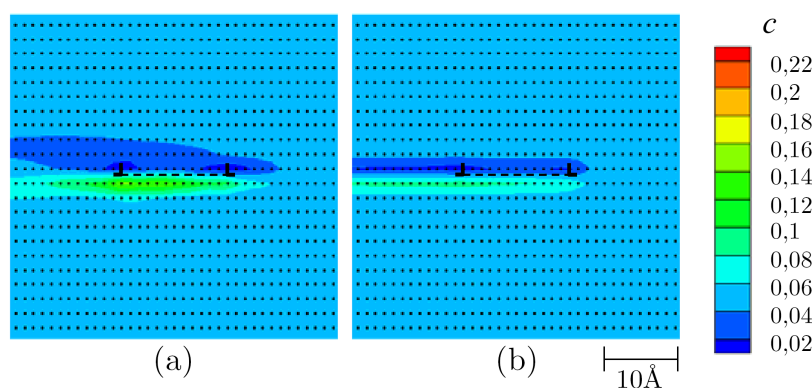
Figura 7 – Mapa da energia de ligação de um átomo de soluto Mg com uma deslocação aresta em Al. As setas no detalhe exibem a região do núcleo da deslocação parcial, região na qual se encontra a maior diferença entre as energias de ligação e onde ocorreria a difusão “*cross-core*”. Adaptado de Curtin *et al.* (23)



Segundo Zhang & Curtin (22), a difusão por volume é o mecanismo predominante para condições estáticas e deslocações móveis em baixas velocidades ( $2,98 \cdot 10^{-6}$ - $1,49 \cdot 10^{-5}$  m/s). Em velocidades elevadas ( $5,97 \cdot 10^{-4}$ - $1,5 \cdot 10^{-3}$  m/s), a difusão em volume não é capaz de acompanhar as deslocações e a nuvem de soluto se forma ao redor do núcleo das deslocações. Em condições de alta velocidade, a difusão “*cross-core*” é o mecanismo responsável pelo arraste de soluto e promove a formação de uma longa e fina “cauda” de escassez e excesso de soluto, que acompanha o movimento da deslocação. Na Figura 8 representa-se

a simulação do arraste de soluto realizada por Zhang & Curtin (22) para elevadas velocidades; Por meio dessa figura, evidencia-se a assimetria e diferença da concentração de soluto ao redor da deslocação.

Figura 8 – Simulação do arraste de soluto em deslocações movimentando-se em velocidades elevadas de  $5,97 \cdot 10^{-4}$  m/s (a) e  $1,5 \cdot 10^{-3}$  m/s (b). A escala de  $c$  representa a concentração atômica de Mg. Adaptado de Zhang & Curtin (22)

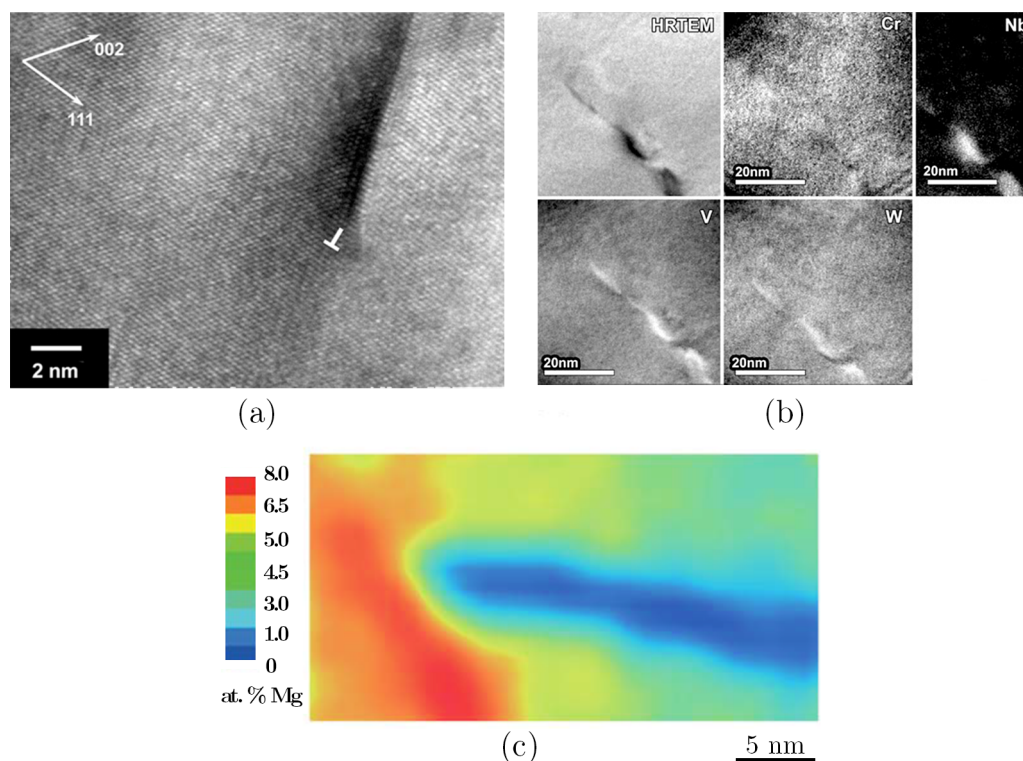


Na última década, alguns estudos realizaram análises que aparentemente corroboraram o modelo de Curtin. Em seu estudo sobre o envelhecimento dinâmico em um aço AISI 304 modificado, Nikulin & Kaibyshev (31) observaram uma fina e longa nuvem de soluto em forma de “cauda”, por meio de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM) e espectroscopia por perda de energia de elétrons (EELS). A análise de HRTEM (Figura 9 (a)) permitiu a visualização de uma concentração acentuada de solutos em um dos lados da deslocação. Complementarmente, a análise de EELS (Figura 9 (b)) possibilitou a caracterização dos átomos de soluto que compunham uma nuvem de soluto como sendo os substitucionais Nb, V e tungstênio.

Em sua investigação em nível atômico sobre o envelhecimento dinâmico em uma liga Al-Mg, Aboufadel *et al.* (34) forneceram evidências experimentais de que o arranjo atômico ao redor de deslocações é aquele previsto pelo modelo de Curtin. A análise de tomografia por sonda atômica (APT) permitiu a elaboração de um mapa 2D de concentração (Figura 9 (c)), evidenciando a distribuição de soluto Mg em torno de uma deslocação. É perceptível a semelhança entre a região alongada com baixa concentração de soluto na simulação de Zhang *et al.* (Figura 8) e o mapa de concentração de Aboufadel *et al.* (Figura 9 (c)).

Soare & Curtin (44, 45) elaboraram uma teoria constitutiva e desenvolveram um modelo cinético do envelhecimento dinâmico que incorporou os resultados dos cálculos em escala atômica de trabalhos anteriores (23, 22). O modelo presume que dois fenômenos contribuem para o envelhecimento dinâmico: a difusão de átomos de soluto até deslocações estagnadas e a paralisação de deslocações por florestas de deslocações, sendo que a resistência das florestas de deslocações aumenta com o tempo devido à difusão de átomos de soluto até as mesmas. Esse modelo relaciona, por meio de expressões analíticas diretas,

Figura 9 – Microscopia de transmissão de alta resolução (a) e análise por espectroscopia por perda de energia de elétrons (b) de um aço AISI 304 modificado deformado em  $\epsilon=0,06$ , a  $600^{\circ}\text{C}$  e com uma taxa de deformação de cerca de  $1,3 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ ; Mapa 2D da concentração do soluto Mg em ambos os lados de uma deslocação em uma liga Al-Mg (c). Adaptadas de Nikulin & Kaibyshev (31) e Aboulfadl *et al.* (34)



a interação entre solutos e núcleo de deslocações com o comportamento mecânico macroscópico para diferentes taxa de deformação. Com exceção dos parâmetros da evolução das florestas de deslocações, os parâmetros empregados no modelo podem ser obtidos de estudos em escala atômica, de maneira que o mesmo não dependa de parâmetros ajustáveis (46).

Zhang *et al.* (46) implementaram o modelo cinético de Soare-Curtin por meio de elementos finitos. Como o modelo Soare-Curtin usa parâmetros que podem ser obtidos por simulações atomísticas, as simulações por elementos finitos de Zhang *et al.* completaram um modelo multi-escala que é capaz de prever a influência da composição química na conformabilidade de ligas leves. As simulações numéricas de Zhang *et al.* apresentaram boa concordância com as medidas experimentais; entretanto, não apresentaram serrilhados na curva-tensão deformação ou a formação de bandas PLC. Segundo Zhang *et al.*, a incapacidade do modelo Soare-Curtin em prever a formação de bandas PLC e uma redução na ductilidade sugere que o modelo deva estar caracterizando algum fenômeno físico incorretamente. Keralavarma *et al.* (47) aprimoraram o modelo de Zhang *et al.* (46), em um modelo multi-escala que fielmente transporta informações da escala nanoscópica e microscópica para a escala macroscópica, prevendo quantitativamente a ductilidade como função da composição química e condições do ensaio. Além disso, em temperaturas tipicamente associadas ao envelhecimento dinâmico, esse modelo apresentou serrilhados e

bandas de deformação semelhantes àqueles associados ao efeito PLC.

### 3.2.4 Envelhecimento Dinâmico em Aços Inoxidáveis

O fenômeno do envelhecimento dinâmico e o efeito PLC nos aços inoxidáveis foram estudados por diversos autores: Manninen & Säynäjäkangas (2), Avalos *et al.* (1), Choudhary *et al.* (9, 19), Zhou *et al.* (48), Tjong *et al.* (5), Peng *et al.* (49), Nikulin & Kaibyshev (31), Östman *et al.* (3), Gironès *et al.* (11), Gupta *et al.* (12), Hong & Lee (18), Guria *et al.* (50, 51) e Yu *et al.* (42).

O envelhecimento dinâmico nos aços inoxidáveis foi observado em uma extensa faixa de temperaturas e taxas de deformação, sendo acompanhado pelos diferentes tipos de serrilhados associados ao efeito PLC. Na Tabela 1 apresenta-se uma síntese dessas informações para diversas classes de aços inoxidáveis.

Tabela 1 – Síntese das informações sobre o envelhecimento dinâmico em aços inoxidáveis

| Tipo de aço            | Tipo de serrilhado | T (C°)  | Taxa de Deformação (s <sup>-1</sup> )         | Q (kJ/mol)         | Ref      |
|------------------------|--------------------|---------|---|--------------------|----------|
| P91                    | A,B                | 250-500 | 3.10 <sup>-5</sup> -3.10 <sup>-3</sup>        | 73-202             | (48)     |
| APMT <sup>TM</sup>     | A,A+C,B,D          | 250-350 | 3.10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-2</sup>          | 142-212            | (50, 51) |
| 316                    | A,B,E              | 250-450 | 10 <sup>-3</sup> -10 <sup>-5</sup>            | -                  | (42)     |
| 9Cr1Mo                 | A,A+B,E            | 250-350 | 10 <sup>-4</sup>                              | 58 <sup>b</sup>    | (52)     |
| P92                    | D,A+B,D+C,A        | 250-400 | 3,16.10 <sup>-5</sup> - 1,23.10 <sup>-3</sup> | 94-256             | (53)     |
| 9Cr1Mo                 | A,A+B,C            | 250-400 | 3,16.10 <sup>-4</sup>                         | 95-150             | (19)     |
| 430                    | -                  | 300-500 | 3,33.10 <sup>-3</sup>                         | -                  | (2)      |
| 304m                   | E,A,A+B            | 530-680 | 6,7.10 <sup>-6</sup> -1,3.10 <sup>-2</sup>    | 220-355            | (31)     |
| 430F <sup>a</sup>      | -                  | 300-500 | 10 <sup>-3</sup>                              | -                  | (1)      |
| P91                    | -                  | 300-400 | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-2</sup>            | 64-80 <sup>b</sup> | (54)     |
| 316L <sup>a</sup>      | A,B                | 200-650 | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-2</sup>            | 75,3-227,3         | (18)     |
| 316L                   | D,A+B+E            | 300-700 | 10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-2</sup>            | -                  | (55)     |
| 304                    | -                  | 350-500 | 5.10 <sup>-2</sup> -5.10 <sup>-4</sup>        | 138,67-172,93      | (49)     |
| Superduplex            | A,B,B+C            | 275-425 | 6,6.10 <sup>-5</sup> -6,6.10 <sup>-4</sup>    | 220 <sup>b</sup>   | (11)     |
| 403                    | -                  | 250-400 | 2.10 <sup>-4</sup> -2.10 <sup>-3</sup>        | 130 <sup>b</sup>   | (12)     |
| Fe24Cr4Al <sup>a</sup> | -                  | 300-600 | 2.10 <sup>-4</sup> -2.10 <sup>-3</sup>        | -                  | (5)      |
| 316                    | A,B,E              | 250-450 | 10 <sup>-3</sup> -10 <sup>-5</sup>            | -                  | (42)     |

<sup>a</sup>Estudos baseados em fadiga de baixo ciclo <sup>b</sup>Valores de energia de ativação referentes ao início dos serrilhados

Manninen & Säynäjäkangas (2) constataram serrilhados na curva tensão-deformação de um aço AISI 430 deformado a  $3,3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$  para uma faixa de temperaturas de 300-500°C. Essa faixa de temperaturas também esteve associada à uma diminuição na ductilidade e uma sensibilidade à taxa de deformação negativa, características típicas do envelhecimento dinâmico.

Avalos *et al.* (1) constataram que, durante fadiga de baixo ciclo, um aço AISI 430F deformado a uma taxa de deformação de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ , apresenta o efeito de envelhecimento

dinâmico em faixa de temperaturas de 200-450°C. Por meio do cálculo do coeficiente de difusão dos átomos associados com o envelhecimento dinâmico, concluiu-se que, esse fenômeno está associado ao ancoramento de deslocações por átomos de C no aço AISI 430F.

Choudhary *et al.* (9, 19) investigaram a família de aços inoxidáveis ferríticos com 9% de Cr, especificamente os aços P9, P91 e P92. Esses aços apresentaram serrilhados na curva tensão-deformação e variações nas propriedades mecânicas compatíveis com o envelhecimento dinâmico na faixa de temperaturas de 250-400°C. Por meio de medidas das energias de ativação, argumentou-se que o envelhecimento dinâmico nessa família de aços está associado à difusão de um átomo intersticial como o C.

Conforme Zhou *et al.* (48), a energia de ativação para o início do efeito PLC no aço P91 está em conformidade com aquela que seria necessária para a difusão de átomos intersticiais. Entretanto, a energia de ativação para o fim dos serrilhados é consideravelmente maior, possivelmente devido a estar associada à soma da energia de ativação para a difusão do C com a energia de ligação do C às deslocações.

Tjong *et al.* (5) constataram a ocorrência do envelhecimento dinâmico no aço inoxidável ferrítico Fe-24Cr-4Al para temperaturas de 300 a 600°C e taxas de deformação de  $2 \cdot 10^{-4}$  a  $2 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Os autores identificaram serrilhados do tipo C sob fadiga de baixo ciclo, associando a mesma ao desancoramento de deslocações que estivessem previamente paralisadas por atmosferas de solutos substitucionais. Por meio de uma estimativa da tensão necessária para que a maioria das deslocações escapassem de sua atmosfera de soluto, os autores concluíram que o Al seria responsável pelo envelhecimento nesse aço e que a influência do Cr seria reduzida.

Guria *et al.* (50, 51) estudaram o envelhecimento dinâmico em um aço inoxidável ferrítico APMT<sup>TM</sup>. Os autores observaram o início do efeito PLC relativamente próximo ao início da deformação plástica e os serrilhados foram observados durante toda a deformação plástica em todas as taxas de deformação investigadas. Com base no cálculo das energias de ativação do serrilhados, Guria *et al.* (50) associaram o início dos serrilhados à difusão de C com sua mobilidade reduzida devido a interação com o Cr, enquanto o término dos serrilhados foi relacionado à difusão do Cr.

Gupta *et al.* (12) concluíram que o envelhecimento dinâmico no aço AISI 403 está possivelmente associado à difusão de Cr, facilitada pela produção de lacunas induzida por deformação, devido à energia de ativação calculada ter sido 0,5 vezes o valor da energia de ativação para a difusão por volume para o Cr .

Östman *et al.* (3) observaram o efeito PLC em aços AISI 441 e 444 deformados a uma taxa de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  e temperatura de 600°C. Além disso, foi constatado que um tratamento térmico de 120 horas a 600°C atenuou o envelhecimento dinâmico em um aço AISI 441, devido à precipitados (nucleação e coalescimento) de NbC e TiN durante o tratamento térmico e consequente empobrecimento da matriz em átomos de soluto.

Em seu estudo sobre o envelhecimento estático do aço AISI 430, Buono *et al.* (56) encontraram evidências que corroboram a difusão de solutos para os campos de deformações nas vizinhanças de deslocações. A energia de ativação determinada foi razoavelmente maior do que a energia de ativação da difusão do C na ferrita. Essa disparidade foi justificada pela possibilidade da afinidade do Cr pelo C ser capaz de modificar a energia para a difusão do mesmo.

Gironès *et al.* (11) argumentaram que o efeito do envelhecimento dinâmico é máximo sob as condições em que a taxa de difusão média das atmosferas de soluto coincide com a taxa de escorregamento das deslocações. Segundo os autores, essas condições propiciam um bloqueio mais efetivo das deslocações móveis, resultando em um envelhecimento dinâmico mais eficiente. De acordo com Gironès *et al.*, a faixa de temperaturas para a ocorrência do envelhecimento dinâmico no caso dos aços ferríticos inoxidáveis se situa entre 300 e 600°C. Gironès *et al.* concluíram que o envelhecimento dinâmico em um aço superduplex inoxidável ocorreu devido à difusão de átomos de Cr para os núcleos de deslocação, sendo esse efeito mais pronunciado na ferrita devido à maior difusividade e concentração de Cr nessa fase.

Roy *et al.* (54) relataram a ocorrência do envelhecimento dinâmico em um aço inoxidável P91 com diferentes concentrações de Si, que variaram de 0,5 a 2,0% em massa. Os autores observaram um máximo na densidade de deslocações a 400°C, que foi atribuído à diminuição da mobilidade das deslocações devido à formação de precipitados.

Peng *et al.* (49) constataram que a energia de ativação para o envelhecimento dinâmico em um aço 304 é maior que a energia para a difusão de elementos intersticiais e menor que a de elementos substitucionais. Peng *et al.* associaram essa discrepância à difusão de solutos substitucionais por meio do núcleo da deslocação, que seria possível com uma energia de ativação 0,4-0,7 vezes menor que a energia para a difusão em volume. Conclui-se que o mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico no aço 304 seria o ancoramento das deslocações por atmosferas de (C,Ni) na faixa inferior de temperaturas e em maiores temperaturas para atmosferas de (C,Cr). Ademais, observou que em um material deformado na região do envelhecimento dinâmico, os átomos de soluto se difundem com velocidade suficiente para alcançar deslocações em movimento e formar atmosferas de ancoramento.

Por meio de uma análise de EELS em um aço AISI 304 modificado, Nikulin & Kaibyshev (31) detectaram uma concentração de átomos de Nb, V e W nas proximidades do núcleo de uma deslocação após deformação no domínio do envelhecimento dinâmico. Essa é uma evidência direta da formação de atmosfera de soluto nas proximidades do núcleo de uma deslocação. Embora o Cr seja um elemento abundante nesse aço, não foi detectada a formação de uma atmosfera de Cr, o que contraria as conclusões de Peng *et al.* (49) e sugere que a energia de ligação das atmosferas de W, Nb e V são maiores do que aquela para os átomos de Cr. Como consequência, esses átomos seriam responsáveis

pela ocorrência do envelhecimento dinâmico após a dissolução das nuvens de Cr.

Yu *et al.* (42) investigaram a influência do envelhecimento dinâmico nas propriedades de tração, de fadiga e deformação cíclica de um aço inoxidável Z2CND18.12N. Segundo os autores, embora o efeito PLC tenha sido observado nas temperaturas investigadas, não foi constatada uma sensibilidade à taxa de deformação negativa e um mínimo no limite de resistência foi observado nesse material. Além disso, foi verificado um encruamento cíclico aumentado e uma diminuição na resistência à fadiga na faixa de temperaturas associada ao envelhecimento dinâmico.

Hong & Lee (55) investigaram o envelhecimento em um aço inoxidável austenítico AISI 316L por meio de ensaios de tração e de fadiga de baixo ciclo. Os autores associaram o envelhecimento dinâmico em temperaturas abaixo de 350°C à difusão de intersticiais, como o C e N, até as deslocações. Em temperaturas de 400 a 650°C, os autores consideraram que a formação de lacunas induzida por deformação facilita a difusão de átomos de Cr, possibilitando o envelhecimento de deslocações por atmosferas de Cr. Com base nos ensaios de fadiga de baixo ciclo, os autores encontraram evidências que indicam a ocorrência do envelhecimento dinâmico sem a manifestação do efeito PLC. Hong & Lee (18) calcularam valores para a energia de ativação em um aço AISI 316L que foram cerca de 0,57-0,74 vezes o valor da energia de ativação para a difusão por volume.

Almeida *et al.* (57) associaram diferentes mecanismos ao envelhecimento dinâmico em aços inoxidáveis austeníticos, diferenciando-o em dois regimes de temperatura. O primeiro regime, relativo a baixas temperaturas, foi associado à reorientação de pares de átomos intersticiais com lacunas em regiões nas quais as deslocações são desaceleradas ou ancoradas. Segundo os autores, esse regime é controlado pela concentração e difusão de lacunas para defeitos cristalográficos, que funcionam como sumidouros para as lacunas geradas durante a deformação plástica.

Os autores detectaram uma faixa de temperaturas intermediária na qual não foram detectadas instabilidades plásticas, embora os efeitos do envelhecimento dinâmico tenham continuado observáveis nas propriedades mecânicas e sensibilidade à taxa de deformação. A ausência do efeito PLC nessa faixa de temperaturas foi relacionada à alta mobilidade das lacunas nessas temperaturas, em conjunto com o aumento da concentração de lacunas no equilíbrio e a diminuição de lacunas criadas devido à deformação plástica, que resultam em uma distribuição uniforme de pares de intersticiais com lacunas. Como consequência, nenhuma região com uma maior concentração de pares se formou e nenhuma instabilidade plástica ocorreu (57).

No início do segundo regime, relativo a temperaturas mais elevadas, os pares de intersticiais com lacunas tem mobilidade suficiente para produzir uma área de defeitos pontuais em regiões de desaceleração das deslocações. Com o aumento de temperatura, há uma redução nos átomos intersticiais disponíveis para o envelhecimento dinâmico devido à precipitação de carbonetos de Cr e ao aumento da mobilidade dos pares de lacunas com

intersticiais. O desaparecimento do envelhecimento dinâmico em temperaturas ainda mais elevadas, foi associado ao aumento na precipitação de carbonetos devido à mobilidade dos intersticiais e autodifusão (57).

Os autores relataram que quanto menor a concentração de átomos intersticiais, maior é a energia necessária para promover instabilidade plástica. Além disso, a variação da temperatura para ocorrência do envelhecimento dinâmico está relacionada à soma das concentrações dos intersticiais e não à concentração de um intersticial específico. Com base nisso, os autores concluíram que a contribuição desses átomos para o envelhecimento dinâmico deve ser equivalente. Os autores descartam a possibilidade do Cr ser responsável pelo envelhecimento dinâmico em altas temperaturas, devido à baixa mobilidade do grupo na temperatura de início do segundo regime de serrilhados (57).

### 3.2.5 Envelhecimento Dinâmico em Outras Ligas

No estudo do envelhecimento dinâmico em uma liga Inconel 625, Maj *et al.* (38) analisaram minuciosamente o comportamento dos serrilhados do efeito PLC com a ajuda de uma análise estatística. Por meio de ensaios de tração, os autores constataram a ocorrência de serrilhados dos tipos A, B e C em uma faixa de temperaturas de 250 a 700°C e taxas de deformação na faixa de  $2 \cdot 10^{-3}$ - $5 \cdot 10^{-2} \text{s}^{-1}$ . Além disso, Maj *et al.* (38) também realizaram ensaios de compressão em altas taxas de deformação de 0,1, 1 e  $10 \text{s}^{-1}$ , nos quais foram observados o efeito PLC e sensibilidade à taxa de deformação negativa, confirmando a ocorrência do envelhecimento dinâmico mesmo em ensaios com uma elevada taxa de deformação.

No estudo de uma liga a base de níquel, Ekaputra *et al.* (37) observaram serrilhados do tipo B em baixas temperaturas (24-200°C), do tipo A+B em temperaturas intermediárias (200-700°C) e do tipo C em temperaturas elevadas (700-950°C). Eles associaram os serrilhados do tipo C, em uma liga 617, à difusão de átomos substitucionais, devido à elevada energia de ativação. Os autores atribuíram o envelhecimento dinâmico em baixas temperaturas à difusão por meio da linha de deslocação (*pipe diffusion*) de átomos intersticiais por meio do núcleo de deslocação. Em temperaturas intermediárias, a difusão em volume de átomos intersticiais seria a responsável, enquanto a difusão por meio da linha de deslocação (*pipe diffusion*) de átomos substitucionais seria responsável pelo envelhecimento dinâmico em temperaturas elevadas.

Han *et al.* (58) investigaram o comportamento mecânico de uma superliga a base de níquel GH3535. Os autores observaram o efeito PLC, especificamente os tipos de serrilhado A, A+B e C, em conjunto com a sensibilidade à taxa de deformação negativa em uma faixa de temperaturas de 500-800°C, para taxas de deformação de  $8,33 \cdot 10^{-5}$ - $8,33 \cdot 10^{-3}$ . Com base na energia de ativação calculada para o início dos serrilhados de  $190 \text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ , Han *et al.* (58) propuseram que o envelhecimento dinâmico nessa liga é baseado na difusão de átomos substitucionais como o Cr e Mo, presentes na constituição dessa liga. A difusão de

C não foi considerada como explicação para a ocorrência desse envelhecimento dinâmico nesse material, devido à difusividade do C ser muito elevada nas temperaturas em que o efeito PLC foi observado, de maneira que não seria possível a formação de atmosferas de C.

Gopinath *et al.* (30) investigaram o envelhecimento dinâmico em uma superliga 720Li de Ni. Os autores observaram uma sensibilidade à deformação plástica negativa para todos os comportamentos serrilhados observados. Foi relatada a ocorrência do efeito PLC normal, acompanhado de serrilhados do tipo A, para ensaios realizados a 300°C e do efeito PLC inverso, com serrilhados do tipo C, para temperaturas de 400 e 450°C. Segundo Gopinath *et al.* (30), os resultados aparentemente indicaram o ancoramento de deslocações por átomos substitucionais.

Li *et al.* (21) propuseram que o envelhecimento dinâmico em aços carbono é causado pela interação das deslocações com solutos intersticiais (C e N) ou com pares intersticial-substitucionais (Mn-C ou Mn-N). De acordo com os autores, estudos de atrito interno indicaram que átomos de N tem uma localização preferencial por sítios próximos a átomos de Mn, em oposição a estarem completamente cercados por átomos de Fe. Por consequência, concluíram que o Mn reduz a mobilidade dos átomos intersticiais por meio da geração pares Mn-C e Mn-N, ocasionando em um envelhecimento dinâmico menos intenso e em valores de temperatura superiores associados à ocorrência do envelhecimento dinâmico.

No estudo das ligas Fe-28Mn-9Al-0,4C e Fe-28Mn-9Al-1C, Tjong *et al.* (28) propuseram que o mecanismo de difusão por meio da linha de deslocação (*pipe diffusion*) de C ou do par C-Mn seria responsável pelo envelhecimento dinâmico na faixa de 300 a 400°C, na qual foram observados serrilhados dos tipos A e B. Os autores argumentaram que o mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico na faixa de 400 a 500°C, na qual predominaram os serrilhados do tipo C, estaria relacionado ao cisalhamento de precipitados por deslocações.

Baird *et al.* (59) investigaram a influência da adição de N e Mn a uma liga de Fe deformada a 20, 225 e 450°C. Os autores observaram que a adição de Mn não promoveu a ocorrência do envelhecimento dinâmico, que apenas foi observado nas ligas Fe-N e Fe-Mn-N. A liga Fe-Mn-N apresentou uma menor redução nas propriedades mecânicas em temperaturas entre de 200 e 450°C que a liga Fe-N. Os autores concluíram que a adição de elementos de liga, tanto intersticiais quanto substitucionais, afetam a capacidade de encruamento por meio da modificação da densidade e organização das deslocações durante a deformação.

Pozuelo *et al.* (29) observaram o efeito PLC, especificamente serrilhados do tipo B, em uma liga nanoestruturada de Mg-Al deformada por meio de ensaios de microcompressão em temperatura ambiente. Os autores atribuíram o comportamento serrilhado à interação das deslocações com a difusão de átomos intersticiais de O e/ou N, introduzidos durante o processo de fabricação da liga.

Knapek *et al.* (60) estudaram a ocorrência do efeito PLC em uma espuma metálica de Al-2Mg. Segundo Knapek *et al.*, foi observada uma sensibilidade à deformação plástica negativa e a presença de serrilhados dos tipos A, B e C. A transição dos tipos de serrilhado foi claramente observada com a diminuição da taxa de deformação. Os autores concluíram que o efeito PLC nessa espuma é resultado da reação em cadeia de deformações coletivas ao longo de várias regiões individuais ao longo do material.

Yuan *et al.* (61) investigaram o envelhecimento dinâmico em uma liga Ni-23Cr-16Mo contendo uma fase ordenada com uma estrutura do tipo Pt<sub>2</sub>Mo. Os autores observaram serrilhados do tipo A, B, C e E em temperatura de 400 a 700°C. De maneira geral, o efeito PLC nessa liga foi associado ao envelhecimento dinâmico; entretanto, os autores relataram a possibilidade do processo de maclação ter sido responsável pelo comportamento serrilhado em temperaturas próximas a 600°C.

Cai *et al.* (62) pesquisaram a influência de precipitados do tipo  $\gamma'$  na deformação localizada e na deformação crítica do comportamento serrilhado em uma superliga de Ni. Segundo Cai *et al.*, os precipitados  $\gamma'$  favoreceram a transição do efeito PLC normal para o inverso. Além disso, o aumento de precipitados modifica o mecanismo de deformação do escorregamento de deslocamentos para a formação de falhas de empilhamento. Os autores associaram serrilhados de elevada amplitude a bandas de deformação severa localizada e à formação de uma grande quantidade de falhas de empilhamento.

Komarasamy *et al.* (63) investigaram o comportamento serrilhado e sensibilidade à taxa de deformação negativa em uma liga de alta entropia Al<sub>0,1</sub>CoCrFeNi. Komarasamy *et al.* observaram a ocorrência do efeito PLC na faixa de 200 a 400°C, sendo que o comportamento serrilhado constatado a 200°C esteve associado à sensibilidade à taxa de deformação positiva, indicando que outro mecanismo pode ser responsável pelo efeito PLC em baixas temperaturas nessa liga.

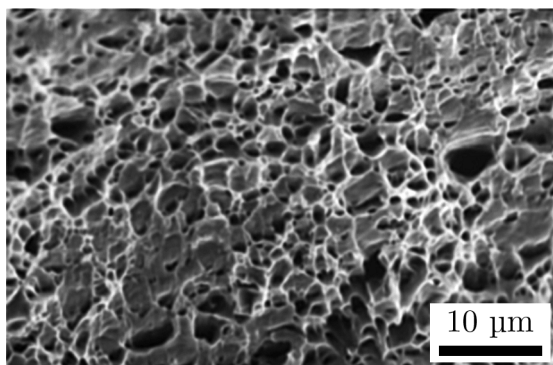
### 3.2.6 Efeito do Envelhecimento Dinâmico sobre a Superfície de Fratura

O envelhecimento dinâmico pode afetar o comportamento de fratura, promovendo a diminuição na resistência à fratura e tenacidade (64). A quantidade de *dimples* é função do número de sítios para nucleação; quando o crescimento de vazios é limitado pela presença de muitos sítios para nucleação de *dimples*, obtém-se uma rede refinada de *dimples* (4).

Vafaeian *et al.* (4) investigaram a superfície de fratura de um aço AISI 430 tratado termicamente em duas temperaturas e tempos diferentes. O aço AISI 430 apresentou uma superfície de fratura caracterizada por *dimples*, típica de fraturas dúcteis, em todas as condições apresentadas. Após análise da Figura 10, que representa a superfície de fratura do aço AISI 430 tratado termicamente a 800°C por 20 segundos, fica evidente a rede de *dimples* e o carácter dúctil da fratura.

Kaçar *et al.* (13) analisaram a superfície de fratura de amostras de aço AISI 430 envelhecidas. Amostras como recebidas e envelhecidas sem nenhuma pré-deformação es-

Figura 10 – Superfície de fratura de um aço AISI 430 tratado termicamente a 800°C por 20 segundos. Adaptado de Vafaeian *et al.* (4)

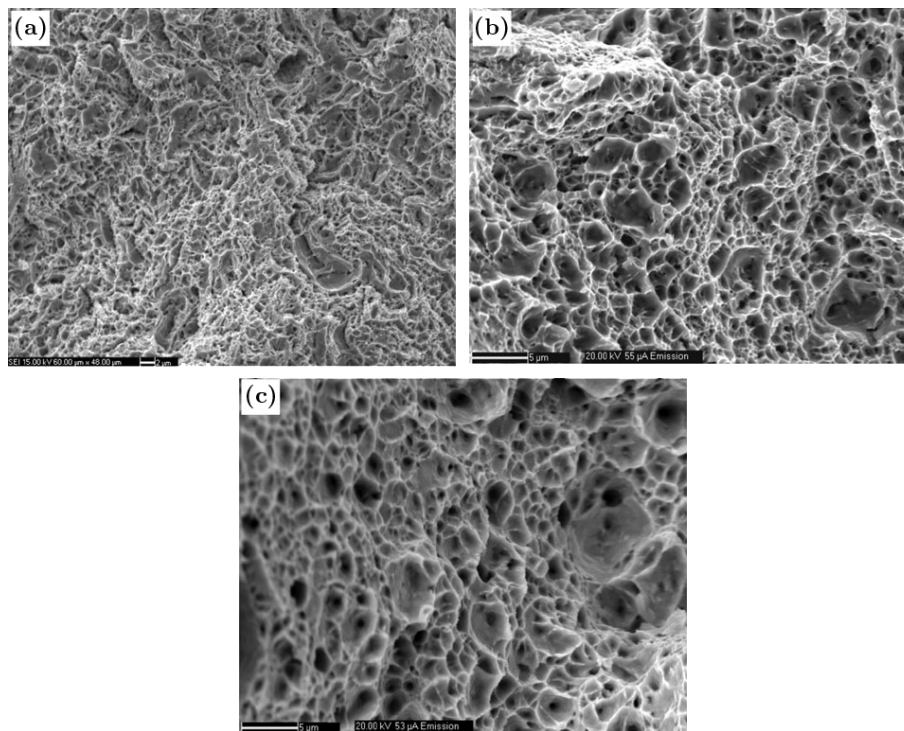


tudadas apresentaram uma superfície de fratura dúctil, caracterizada por uma rede de *dimples* de diversos tamanhos. O diâmetro dos *dimples* observados diminuiu com o aumento da temperatura de envelhecimento, fato que foi fundamentado com base no coalescimento de deslocamentos e na formação de contornos de grão de alto ângulo. Amostras deformadas em 5% e envelhecidas a 100 e 400° apresentaram uma fratura transgranular com a presença de dimples.

Choudhary *et al.* (9) relataram um modo de fratura dúctil no aço P92 na faixa de temperaturas de 27 a 650°C e taxa de deformação de  $3,16 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$  a  $1,26 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . A presença de *dimples* equiaxiais, resultante do coalescimento de microvazios, caracterizou a fratura dúctil em todas as condições testadas. O tamanho dos *dimples* cresceu com o aumento de temperatura, revelando a dominância de dimples dúcteis e a redução no número de nucleações de microvazios. Na Figura 11 são mostradas fractografias do aço P92 após a ruptura em temperaturas nas quais não foi observado o envelhecimento dinâmico (a,c) e em uma na qual o mesmo ocorreu (b). Roy *et al.* (54) observaram fraturas frágeis para os aços P91 com um teor de Si de 0,5-1,5% em massa deformados na temperatura ambiente; o carácter frágil da fratura desses aços diminuiu consideravelmente com o aumento da temperatura de deformação. O aço P91 com teor de Si de 2,0% em massa apresentou uma fratura caracterizada por *dimples* e vazios em todas as temperaturas testadas.

Das *et al.* (64) observaram uma fratura dúctil para todas as condições testadas em uma liga 20MnMoNi55. Na temperatura ambiente, uma fina rede de *dimples* confirmou uma acumulação de deformação necessária para a formação de vazios maduros antes da etapa de coalescimento. Quando deformado a 200-235°C, constatou-se uma rede de *dimples* rasos, indicando a falta de deformação para o crescimento e coalescimento dos vazios. Com o aumento da temperatura de deformação para 285°C, temperatura na qual o envelhecimento dinâmico foi menos intenso, observou-se o retorno de *dimples* com maior profundidade.

Figura 11 – Fractografias do aço P92 deformado em temperaturas de (a) 27°C, (b) 300°C e (c) 600°C com uma taxa de deformação de  $1,26 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Adaptado de Choudhary *et al.* (9)



### 3.3 Deformação Plástica de Aços Inoxidáveis

O comportamento plástico de uma liga de ferro (Fe), com uma estrutura cúbica de corpo centrado, deformada de maneira monotônica, pode ser caracterizado pela forte influência da temperatura sobre o limite de escoamento, por assimetria de tensões e mudanças de forma. Esses efeitos estão relacionados à assimetria do escorregamento de deslocações sob tração e compressão, bem como à mobilidade reduzida de deslocações parafuso (5).

Em monocristais de Fe com uma estrutura cúbica de corpo centrado, as propriedades do escorregamento de deslocações são sensíveis a baixas taxas de deformação, altas temperaturas e à presença de elementos intersticiais. Baixas taxas de deformação ou altas temperaturas favorecem a mobilidade de deslocações parafuso, facilitando a ativação de fenômenos térmicos (5).

A deformação plástica de aços inoxidáveis ferríticos em baixas temperaturas (27-200°C) é controlada por escorregamento planar em baixos valores de deformação e por escorregamento cruzado em elevados valores de deformação (9).

Em temperaturas intermediárias (200-500°C), faixa de temperaturas na qual normalmente ocorre o envelhecimento dinâmico, há uma multiplicação acentuada de deslocações (9). Estudos revelaram que, nessas temperaturas, curvas tensão-deformação se agrupam em uma faixa estreita (65).

Em temperaturas elevadas ( $>500^\circ\text{C}$ ) observa-se a diminuição da resistência me-

cânica e aumento na ductilidade. Nessa faixa de temperaturas predominam os processos de recuperação, como a formação de uma subestrutura de deslocações bem definida, o aumento dessas células ou subgrãos e a diminuição da densidade de deslocações. Devido à temperatura elevada, processos termicamente ativos como escalada e o escorregamento cruzado de deslocações são possivelmente dominantes e viabilizam a recuperação dinâmica (9).

### 3.3.1 Comportamento de Encruamento

Segundo Vafaeian *et al.* (4), na temperatura ambiente, o aço AISI 430 apresenta duas etapas de encruamento. Ambas as etapas de encruamento identificadas apresentaram baixos valores de expoente de encruamento,  $n$ , o que é característico de materiais com uma estrutura cúbica de corpo centrado. Esse tipo de estrutura cristalina possibilita que as deslocações realizem escorregamento cruzado sem dificuldade, diminuindo assim a propensão das mesmas se empilharem e resultando em baixos valores de  $n$ .

Por meio de uma abordagem de Kocks-Mecking e pelo uso do modelo de Voce, Palaparti *et al.* (10) e Choudhary *et al.* (53) relataram que o aço 9Cr-1Mo apresenta um comportamento de encruamento de duas etapas em uma ampla faixa de temperaturas (27-600°C). A primeira etapa é uma etapa transitória, caracterizada por uma rápida queda na capacidade de encruamento. A segunda etapa foi caracterizada como de recuperação dinâmica e apresenta uma diminuição gradual da capacidade de encruamento até elevadas tensões. De acordo com Choudhary *et al.* (53), o aumento de temperatura promove uma mudança no mecanismo de deformação dominante nesse aço. Em baixas temperaturas, o escorregamento cruzado de deslocações é o principal mecanismo, enquanto a escalada de deslocações e a migração de sub-contornos de grão prevalecem em altas temperaturas.

Li *et al.* (66) caracterizaram o comportamento de encruamento de um aço inoxidável duplex EN 1.4662 em três etapas. A primeira etapa ( $\epsilon < 0,02$ ) apresentou uma taxa decrescente de encruamento, sendo associada ao escorregamento cruzado que possibilita que as deslocações contornem obstáculos de deslocações empilhadas. A segunda etapa ( $0,02 < \epsilon < 0,06$ ) teve uma capacidade de encruamento aproximadamente constante e foi relacionada a uma condição estacionária para o armazenamento e a aniquilação de deslocações. A terceira etapa de encruamento ( $\epsilon > 0,06$ ) exibiu uma capacidade de encruamento decrescente e foi associada à geração e absorção de defeitos pontuais.

Sainath *et al.* (65) constataram um comportamento de encruamento de duas etapas no aço P92 para diversas condições de tratamento térmico, com resultados similares aos observados nos aços P9 e P91.

Com base na análise da capacidade de encruamento, Choudhary & Christopher (67) caracterizaram o comportamento de encruamento do aço AISI 316 em três etapas: A primeira etapa de encruamento foi definida como uma rápida diminuição na capacidade de encruamento, em baixos valores de tensão; a segunda etapa como um aumento gra-

dual na capacidade de encruamento em tensões intermediárias; e a terceira etapa como uma diminuição gradativa da capacidade de encruamento em tensões elevadas. Segundo os autores, a primeira etapa de encruamento corresponde à deformação dominada por escorregamento planar ou escorregamento em um único sistema na maioria dos grãos; a segunda etapa de encruamento é baseada na interação entre deslocações, dominada pela ativação do escorregamento cruzada e a formação de subestruturas de deslocações como emaranhados, redes hexagonais, paredes e células; a terceira etapa de encruamento é dominada por processos de recuperação, apresentando um equilíbrio entre o encruamento e a recuperação dinâmica. A recuperação dinâmica, na última etapa de encruamento, é favorecida pela aniquilação de deslocações devido aos acentuados processos de escorregamento cruzado e escalada.

Em conformidade com o que foi proposto por Choudhary & Christopher, Ivanchenko *et al.* (36) estabeleceu que a última etapa de encruamento do aço AISI 316 é dominada por processos de recuperação, apresentando uma capacidade de encruamento decrescente com o aumento de deformação e temperatura. Essa etapa está possivelmente associada ao escorregamento cruzado de deslocações em baixas temperaturas e à escalada de deslocações em temperaturas elevadas. No domínio do envelhecimento dinâmico, a tensão para o início dessa etapa aparentemente não varia com a temperatura.

### 3.4 Formação da Subestrutura de Deslocações

O estudo do envelhecimento dinâmico em diversos metais revelou que o mesmo aumenta a propensão da formação de uma distribuição uniforme de deslocações, em detrimento da formação de uma subestrutura celular definida (9). Uma subestrutura celular é formada por células que são tipicamente micrométricas e delimitadas por paredes de deslocações emaranhadas, sendo compostas por grande parte das deslocações geradas durante a deformação (68). A origem desse fenômeno está aparentemente conectada ao ancoramento de deslocações em provocar uma redução na mobilidade das mesmas, devido à inabilidade de realizarem deslocamento cruzado (9).

Choudhary *et al.* (9) concluíram que, em um aço P92 deformado em altas temperaturas, o processo de recuperação dinâmica está associado com uma diminuição na densidade de deslocações, formação de uma subestrutura bem definida de células ou subgrãos e um aumento do tamanho da subestrutura de deslocações.

Avalos *et al.* (1) constataram a formação de linhas de escorregamento ao deformar um aço 430F no domínio do envelhecimento dinâmico. Em temperaturas superiores às do envelhecimento dinâmico, tais linhas de escorregamento passaram a apresentar uma forma ondulada.

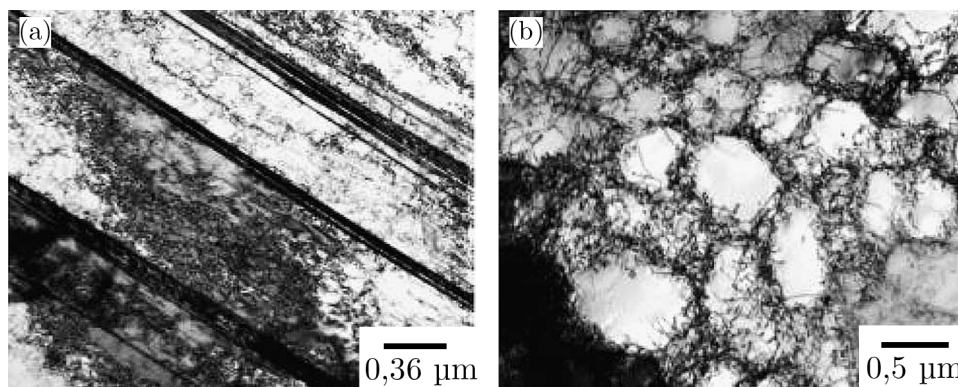
Ivanchenko *et al.* (36) deformaram amostras do aço AISI 316NG com uma taxa de deformação de  $10^{-5}\text{s}^{-1}$  e temperaturas de 200 e 400°C. Os autores observaram uma estru-

tura celular na amostra deformada a 200°C, que apresentou uma curva tensão-deformação sem serrilhados, e uma estrutura com certa linearidade na amostra deformada a 400°C, que apresentou o efeito PLC. Segundo Ivanchenko *et al.* (36), o envelhecimento dinâmico ocasiona um aumento na taxa de multiplicação de deslocações e posterga a recuperação da subestrutura de deslocações, favorecendo a formação de uma subestrutura uniforme em detrimento de uma estrutura celular.

Karlsen *et al.* (20) observaram a formação de uma subestrutura celular de deslocações em um aço AISI 316 deformado a 200°C, sem a ocorrência do envelhecimento dinâmico. A formação desse tipo de subestrutura é resultado da aniquilação de deslocações e da reorganização das deslocações em uma estrutura de menor energia. Essa subestrutura é viabilizada pela ativação do escorregamento cruzado de deslocações em múltiplos planos simultaneamente. Karlsen *et al.* (20) constataram que, devido à redução na mobilidade das deslocações e do favorecimento do escorregamento planar, uma subestrutura com uma maior linearidade se formou no aço AISI 316 quando deformado no domínio do envelhecimento dinâmico.

Hong & Lee (18) observaram, em um aço AISI 316L, a manifestação de uma subestrutura de deslocações planar no domínio do envelhecimento dinâmico (250-600°C). Foi constatado que, com a ocorrência do envelhecimento dinâmico, o mecanismo de deformação plástica desse aço passa de deslizamento ondulado para escorregamento planar. Os autores concluíram que o ancoramento das deslocações aumenta a planicidade do escorregamento (*slip planarity*), dessa forma restringindo o escorregamento cruzado das deslocações parafuso e dificultando a recuperação dinâmica. Na Figura 12, são mostradas as subestruturas planar e celular observadas por Hong *et al.* após a deformação do aço 316L a 400°C e 600°C.

Figura 12 – Imagens de microscopia de transmissão de um aço 316L deformado em metade de sua deformação total a uma taxa de deformação de  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ . (a)  $T=400^\circ\text{C}$ , subestrutura planar formada devido ao envelhecimento dinâmico; (b)  $T=600^\circ\text{C}$ , subestrutura celular formada devido à recuperação dinâmica plena. Adaptado de Hong *et al.* (18)



Segundo Peng *et al.* (49), a densidade de deslocações de um aço 304, com um mesmo valor de deformação, é maior quando o envelhecimento dinâmico ocorre durante a deformação. Em um aço 304 modificado, Nikulin & Kaibyshev (31) constataram a

ocorrência de um escorregamento planar bem definido no domínio do envelhecimento dinâmico. Quando deformado sem a ocorrência do envelhecimento dinâmico, o mesmo aço apresentou uma distribuição uniforme de deslocações associadas ao mecanismo de deslizamento ondulado, em detrimento do escorregamento planar.

Sob condições de deformação cíclica em temperatura ambiente, aços inoxidáveis ferríticos Fe-Cr e Fe-Cr-Al podem apresentar subestruturas celulares e bandas de escorregamento persistentes (5). De acordo com Tjong *et al.* (5), sob o regime do envelhecimento dinâmico, a combinação do acúmulo de deslocações e a inibição do escorregamento cruzado leva à formação de dipolos, circuitos e emaranhados de deslocações. O desancoramento de deslocações e a recuperação dinâmica devidos à aniquilação de deslocações podem estar associados à formação de subestruturas com uma distribuição planar e à redução da densidade de deslocações.

Por meio de ensaios de fadiga de baixo ciclo em um aço Z2CND18.12N, Yu *et al.* (42) observaram uma subestrutura celular em baixas temperaturas e uma estrutura planar em altas temperaturas. O autor associou esse fenômeno à mudança do mecanismo de deformação de escorregamento ondulado em baixas temperaturas, para escorregamento planar em altas temperaturas.

De acordo com Baird *et al.* (59), na ausência de átomos de soluto para a ocorrência do envelhecimento dinâmico, o aumento da temperatura de deformação acarreta a diminuição da densidade de deslocações e o aumento do tamanho de célula da subestrutura, confirmando o aumento na taxa de recuperação dinâmica com o aumento da temperatura. Em comparação ao observado em Fe puro, uma subestrutura menos recuperada e com um menor tamanho de célula foi relatada pelos autores em uma liga Fe-Mn deformada a 450°C. Ligas de Fe-Mn-N e Fe-N sofreram um aumento de cerca de 50% na densidade de deslocações quando deformadas a 225°C e apresentaram uma subestrutura de deslocações formada por emaranhados de deslocações. Em contrapartida, as mesmas ligas de Fe-Mn-N e Fe-N apresentaram subestruturas celulares e recuperadas ao serem deformadas a 450°C, temperatura na qual não foi observado o envelhecimento dinâmico nessas ligas.

Aboulfadl *et al.* (34) sugeriram que a formação de zonas empobrecidas em soluto durante o envelhecimento dinâmico causariam um amaciamento local, promovendo assim a localização do escorregamento de deslocações, acentuando o escorregamento planar e a formação de uma estrutura de bandas bem definida.

Verma *et al.* (52) relataram a formação de subestruturas celulares de deslocações e distribuições uniformes de deslocações em um aço inoxidável ferrítico 9Cr1Mo deformado abaixo das temperaturas relacionadas ao envelhecimento dinâmico ( $T=T_A$  e 200°C). Em temperaturas nas quais o envelhecimento dinâmico foi observado ( $T=250-350^\circ\text{C}$ ), observou-se a formação de uma subestrutura celular e um aumento significativo na densidade de deslocações dentro das células e o ancoramento de deslocações pode ser visualizado por meio de curvas e dobras nas deslocações. Em temperaturas acima do

domínio do envelhecimento dinâmico ( $T=450^\circ$ ), a densidade de deslocações dentro das células diminuiu e foram observados novamente arranjos longos e lineares de deslocações.

Keh *et al.* (40) investigaram a influência do envelhecimento dinâmico em aços e relataram uma taxa elevada de multiplicação de deslocações e a formação de uma subestrutura celular em amostras deformadas no domínio do envelhecimento dinâmico. Amostras deformadas na temperatura ambiente apresentaram uma menor taxa de multiplicação de deslocações e não foi possível observar uma subestrutura de deslocações distinta.

Brindley *et al.* (69) relataram a formação de subestruturas celulares progressivamente mais definidas em temperaturas de 20 a  $200^\circ\text{C}$  em aços carbono, sendo que o envelhecimento dinâmico foi observado na faixa de temperaturas de 100 a  $300^\circ\text{C}$ . Segundo os autores, a  $230^\circ\text{C}$  a subestrutura celular passou a apresentar deslocações longas e retilíneas; a subestrutura celular desapareceu a partir de  $300^\circ\text{C}$  e uma subestrutura uniforme, marcada por deslocações longas e retilíneas, passou a ser dominante. Brindley *et al.* observaram um aumento na densidade de deslocações no regime da subestrutura celular e uma notável diminuição com o início da transição para uma subestrutura uniforme com deslocações longas e retilíneas. Os autores verificaram que uma maior concentração de N ocasionou no deslocamento do máximo em densidade deslocações para temperaturas mais altas ( $300$  e  $400^\circ\text{C}$ ).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Material

Neste trabalho, foi utilizado um aço inoxidável ferrítico não estabilizado da classe AISI 430. Esse aço foi processado e fornecido em chapas de 1,2 mm de espessura pela empresa Aperam South America, na condição de laminado e recozido. Na [Tabela 2](#), está indicada a composição química do aço estudado, fornecida pelo fabricante.

Tabela 2 – Composição química do aço investigado

| Elementos | % em peso |
|-----------|-----------|
| C         | 0,1412    |
| Mn        | 0,0453    |
| Si        | 0,3158    |
| P         | 0,0291    |
| S         | 0,0017    |
| Cr        | 16,0854   |
| Ni        | 0,2302    |
| Mo        | 0,0145    |
| Al        | 0,002     |
| Cu        | 0,021     |
| Co        | 0,0204    |
| V         | 0,0385    |
| Nb        | 0,0166    |
| Ti        | 0,0024    |
| Sn        | 0,0041    |
| W         | 0,0089    |
| N         | 0,0462    |

### 4.2 Caracterização do Comportamento Mecânico

Os ensaios de tração foram realizados no Instituto Federal de Minas Gerais (IFMG), campus Ouro Preto, de acordo com a norma ASTM A370-14 (70) em uma máquina universal de ensaios Time Group WDW-200 com uma célula de carga de 10 kN, sendo as informações do ensaio processadas pelo software WinWDC. O aquecimento das amostras para os ensaios em diferentes temperaturas foi realizados utilizando o forno acoplado INTI modelo DPR 1100 com controlador microprocessado tipo PID.

Tendo em vista a inviabilidade de se utilizar um extensômetro nos ensaios em elevadas temperaturas, uma garra especial desenvolvida por Queiroz (71), foi utilizada para os ensaios de tração neste trabalho de modo a eliminar qualquer deslizamento do

corpo de prova nos momentos iniciais do ensaio. O sistema de garras consiste de duas hastes cilíndricas com uma região recartilhada usinada na extremidade, que apresenta uma região curva com o raio igual ao raio de concordância dos corpos de prova utilizados. Os copos de prova são fixados ao sistema por meio de uma peça de aperto com o auxílio de seis parafusos.

Corpos de prova de chapa, do tipo subsize, foram usinados de acordo com a norma ASTM A370-14 (70), por meio da técnica de eletroerosão a fio, na empresa Motoliga Construções Mecânicas LTDA. O formato e dimensões nominais dos corpos de prova usinados estão descritos detalhadamente na Figura 13 e na Tabela 3.

Figura 13 – Formato e indicação das dimensões do projeto de corpo de prova padrão

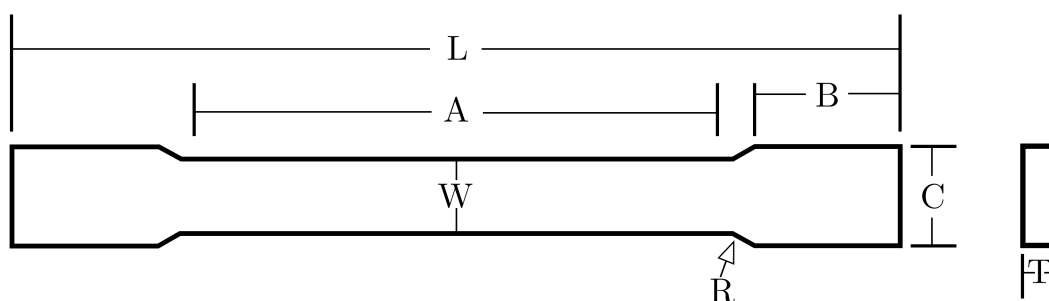


Tabela 3 – Dimensões nominais dos corpos de prova usinados de acordo com a norma ASTM A370-14 (mm)

| A  | B  | C  | W    | L   | R | T   |
|----|----|----|------|-----|---|-----|
| 32 | 32 | 10 | 6,25 | 105 | 6 | 1,2 |

O comprimento útil, largura e espessura da seção reduzida dos corpos de provas usinados foram medidos individualmente em um projetor de perfis Mitutoyo PJ311, de modo a se obter um valor mais preciso dessas dimensões.

#### 4.2.1 Ensaio de Tração em Diferentes Temperaturas

Com o objetivo de acompanhar a evolução do comportamento mecânico e a susceptibilidade ao envelhecimento dinâmico, amostras do aço ferrítico inoxidável 430 foram deformadas em triplicata até a ruptura com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  e em temperaturas de 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600°C. Foi utilizada uma taxa de aquecimento do forno de 40°C/min e as amostras foram resfriadas ao ar após os ensaios. Além disso, com o objetivo de avaliar a sensibilidade à taxa de deformação, foram realizados ensaios de tração em triplicata com uma taxa de deformação de  $10^{-2}\text{s}^{-1}$

e temperatura de 400°C, na qual a intensidade do envelhecimento dinâmico foi máxima para a taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Os resultados obtidos por meio dos ensaios de tração em triplicata estão representados, nesta dissertação, com o respectivo desvio padrão da média. O tempo mínimo de aquecimento foi de 2,5 minutos para os ensaios a 100°C e o tempo máximo de aquecimento foi de 15 minutos para os ensaios a 600°C; O tempo mínimo de ensaio foi de aproximadamente 3,2 minutos a 350°C e o tempo máximo de ensaio foi de 6,2 minutos a 600°C.

Com base nos resultados dos ensaios de tração em diferentes temperaturas até a ruptura, uma deformação uniforme máxima de aproximadamente 7% foi definida e utilizada para deformar amostras a 25, 400 e 600°C. Um valor de deformação único foi selecionado para deformar as amostras com o objetivo de avaliar a subestrutura de deslocamentos de amostras deformadas aproximadamente em um mesmo valor de deformação. O valor de 7% foi selecionado por ter sido aproximadamente o valor de deformação uniforme mínimo apresentado pelo material a 600°C, sendo essa a condição com menor deformação uniforme. Os valores de temperatura foram selecionados para englobar uma condição na qual a intensidade do envelhecimento dinâmico é máxima, além de duas condições nas quais o envelhecimento dinâmico não ocorre, em uma temperatura abaixo e outra acima daquelas relativas ao regime do envelhecimento dinâmico.

#### 4.2.2 Análise das Propriedades Mecânicas

A caracterização das propriedades mecânicas e seu desenvolvimento em relação à temperatura foi feito em termos do limite de escoamento em 0,2%,  $\sigma_e$ ; limite de resistência,  $\sigma_R$ ; aumento de resistência total,  $\Delta\sigma$ ; deformação uniforme,  $e_u$ ; deformação total,  $e_t$ ; deformação não-uniforme,  $e_{nu}$ ; deformação no patamar de escoamento,  $e_{Lüders}$ ; expoente de encruamento,  $n$ ; e coeficiente de resistência,  $K$ .

A susceptibilidade do aço inoxidável ferrítico 430 ao envelhecimento dinâmico foi avaliada por meio da variação do limite de resistência, aumento de resistência total, expoente de encruamento e coeficiente de resistência em função da temperatura de deformação. Foi realizada também uma análise da morfologia e evolução dos serrilhados referentes ao efeito PLC em função da temperatura de deformação.

Ensaio de dureza Rockwell foram realizados em amostras tratadas termicamente nas temperaturas empregadas nos ensaios de tração, utilizando-se um durômetro Zwick Z 302, com o objetivo de identificar a possível influência da fragilização a 475°C, precipitação dinâmica ou formação de alguma fase intermetálica na resistência mecânica do aço estudado. Medidas de dureza Rockwell B e C foram convertidas para dureza Vickers, de maneira que todas as medidas de dureza pudessem ser apresentadas em apenas uma escala. Os resultados obtidos por meio dos ensaios de dureza estão representados com um intervalo de confiança de 95%.

### 4.2.3 Análise do Comportamento de Encruamento

A análise do comportamento de encruamento foi realizada em termos da capacidade de encruamento, do expoente instantâneo de encruamento,  $n_i$ , e com base na análise modificada de Crussard–Jaoul (C-J) (72). Com base nos resultados dos ensaios de tração, foram calculadas curvas de fluxo para todas as condições estudadas; curvas de fluxo consistem na representação da tensão verdadeira,  $\sigma$ , em função da deformação verdadeira,  $\epsilon$ , para todo o regime de deformação plástica uniforme.

A capacidade de encruamento,  $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ , é definida como a derivada da tensão verdadeira em relação à deformação verdadeira, determinada pela inclinação da curva de fluxo para cada valor de deformação. A análise da variação de  $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$  em diferentes valores de deformação verdadeira fornece informações sobre os mecanismos de encruamento ativos em diferentes faixas de deformação, bem como sobre a contribuição dos mesmos para o aumento de resistência total do material.

A curva de fluxo de diversos materiais pode ser representada por uma relação de potência conhecida como a equação de Hollomon, mostrada na [Equação 1](#):

$$\sigma = K.\epsilon^n \quad (1)$$

Na [Equação 1](#),  $K$  representa o coeficiente de resistência do material e  $n$  representa o expoente de encruamento, parâmetro que considerado um indicador da capacidade do material de distribuir uniformemente as deformações durante o encruamento. Embora o expoente de encruamento seja normalmente considerado como um parâmetro constante, ele depende da deformação do material e pode ser representado com mais precisão por um expoente instantâneo de encruamento  $n_i$  (73).

Na [Equação 2](#), apresenta-se a forma logarítmica da equação de Hollomon. A análise da mesma demonstra que o expoente de encruamento pode ser obtido por meio da inclinação da curva de  $\ln\sigma$  versus  $\ln\epsilon$ .

$$\ln\sigma = \ln K + n.\ln\epsilon \quad (2)$$

Por consequência, o expoente instantâneo de encruamento em função da deformação verdadeira pode ser obtido por meio da derivada da curva  $\ln\sigma$  versus  $\ln\epsilon$ , como demonstrado na [Equação 3](#).

$$n_i(\epsilon) = \frac{d(\ln\sigma)}{d(\ln\epsilon)} \quad (3)$$

A análise modificada de C-J baseia-se na equação de Swift (72), mostrada na [Equação 4](#), e pode ser utilizada para definição mais precisa das etapas de encruamento, obtendo-se deformações críticas para cada estágio por meio da análise da inclinação da curva do logaritmo da  $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$  em função do logaritmo da deformação verdadeira.

$$\epsilon = \epsilon_0 + C.\sigma^m \quad (4)$$

Na [Equação 4](#),  $C$  representa o coeficiente de resistência de Swift,  $m$  representa o expoente de encruamento de Swift e  $\epsilon_0$  representa deformação plástica inicial, para o caso de materiais que tenham sido previamente deformados plasticamente. A análise modificada de C-J utiliza a derivada em função da deformação verdadeira da forma logarítmica da equação de Swift, como mostrado na [Equação 5](#).

$$\ln\left(\frac{d\sigma}{d\epsilon}\right) = (1 - m).\ln\sigma - \ln(C.m) \quad (5)$$

Por meio da análise da [Equação 5](#), pode-se observar que em uma curva de  $\ln\left(\frac{d\sigma}{d\epsilon}\right)$  versus  $\ln\sigma$ , a inclinação da mesma seria fornecida por  $(1-m)$ , estando diretamente relacionada ao expoente de encruamento de Swift. Em razão da inclinação da curva  $\ln\left(\frac{d\sigma}{d\epsilon}\right)$  versus  $\ln\sigma$  estar relacionada ao expoente de encruamento, a variação dessa inclinação pode ser utilizada para definição mais precisa de faixas de deformação relativas às etapas de encruamento.

O comportamento de encruamento foi avaliado por meio das três análises supracitadas, de modo a identificar o número de etapas de encruamento e os possíveis mecanismos envolvidos.

### 4.3 Caracterização Microestrutural e da Subestrutura de Deslocações

A caracterização microestrutural e da subestrutura de deslocações foi realizada no Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) e nos laboratórios de metalografia e tratamentos térmicos, de microscopia eletrônica e de raios X do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

Após deformados em diferentes temperaturas, a parte útil dos corpos de prova foi cuidadosamente extraída com o auxílio de um equipamento cut-off. Em amostras cortadas a partir dessa seção extraída, foram realizadas análises de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e difratometria de raios X com o objetivo de acompanhar a evolução da subestrutura de deslocações e da microestrutura das amostras.

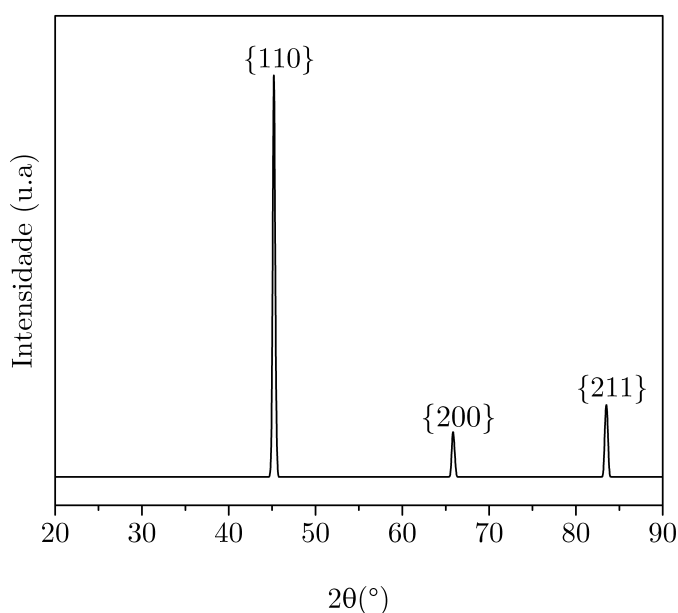
#### 4.3.1 Difratometria de Raios X

A caracterização da estrutura cristalina das amostras como recebida e após deformadas foi realizada por difratometria de raios X, em um difratômetro da marca Phillips, modelo PW1710, com uma geometria Bragg-Brentano e utilizando uma radiação de Cu-

$K\alpha$  ( $\lambda=0.15418$  nm) e um cristal monocromador de grafita, sendo o passo de varredura de  $0,01^\circ/s$ , tempo de contagem de 1s e o intervalo de varredura de  $20^\circ$  a  $90^\circ$ .

Os difratogramas obtidos foram interpretados e comparados com base em padrões encontrados no ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*), de modo a indexar, com precisão, as fases cristalinas detectadas. Em razão do aço estudado ser um aço ferrítico, o difratograma padrão da ferrita, a fase mais provável de ser identificada, está representado na [Figura 14](#).

Figura 14 – Difratograma padrão da fase ferrítica (74)



O valor de largura à meia altura (FWHM) pode ser utilizado como um estimador da densidade de deslocações de um material (75, 76). O aumento na densidade de deslocações alargam os picos observados na análise de difração de raios X por causarem a rotação da rede cristalina, por gerarem um campo de deformação e pela possível formação de uma subestrutura de deslocações (76). Portanto, com o objetivo de se estimar a variação na densidade de deslocações das amostras deformadas até a ruptura em diferentes temperaturas de deformação, valores FWHM das reflexões referentes às famílias de planos 110, 200 e 211 foram medidos.

### 4.3.2 Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura

As amostras que foram analisadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura foram embutidas a quente em baquelite, de forma que a seção longitudinal em relação à direção de laminação foi a seção analisada. As amostras foram lixadas com lixas de grana 120, 320, 500, 600, 800 e 1000 mesh e polidas com pasta de diamante de grana 9, 3 e  $1 \mu\text{m}$ . As amostras que foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura foram polidas com sílica coloidal utilizando-se a politriz semiautomática Minimet 1000 Buehler.

Para as análises nas quais foi necessária a revelação da microestrutura, ataque químico foi feito por imersão e foram utilizados os ataques metalográficos Vilella, composto de 1g de ácido pícrico, 5ml de ácido clorídrico e 100ml de álcool etílico, e Kallings n<sup>o</sup>.2, composto de 5g de CuCl<sub>2</sub>, 100ml de ácido clorídrico e 100 ml de álcool etílico.

A técnica de microscopia óptica foi utilizada devido à sua simplicidade, com o objetivo de auxiliar a interpretação das outras análises deste estudo. Por meio dessa, foi feita a caracterização inicial da microestrutura e medição do tamanho de grão. Foram analisadas também amostras deformadas a 600°C, com o objetivo de investigar a possível ocorrência de recristalização dinâmica e formação de uma segunda fase durante a deformação. As microscopias ópticas foram realizadas em um microscópio Leitz, modelo Metallux II, com uma interface para o software de análise de imagens Leica Application Suite V3.3. O tamanho médio do grão da ferrita na amostra como recebida foi estimado como a raiz quadrada da área referente de 274 grãos ferríticos, o que permitiu avaliar o tamanho de grão médio e a distribuição estatística dos tamanhos de grão no aço investigado.

As microscopias eletrônicas de varredura foram realizadas em um microscópio Inspect S50 com detectores de elétrons secundários, de elétrons retroespalhados, de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e de espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS). Por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura, foi realizada uma análise mais detalhada da evolução microestrutural, bem como da composição da matriz e dos precipitados do material estudado. Com o objetivo de caracterizar a morfologia da superfície de fratura, análises fractográficas foram realizadas nas amostras deformadas, até a ruptura, com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura TESCAN VEGA3, no IFMG.

### 4.3.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão

As amostras para a análise por MET foram cuidadosamente preparadas a partir da parte útil dos corpos de prova deformados em aproximadamente 7% a 25, 400 e 600°C. Seções pequenas foram lixadas em lixas de grana 120, 320, 500, 600, 800 e 1000 mesh, com o objetivo de desbastar ambas as faces da amostra até ser obtida uma folha fina de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ .

Com o auxílio de um *Disk Punch*, discos de 3mm de diâmetro foram extraídos dessa folha fina. Os discos foram desbastados até 100  $\mu\text{m}$  utilizando lixas de grana 1200 e 2400, com o auxílio do equipamento de desbaste de precisão da politriz semiautomática Minimet 1000 Buehler. Após espessura de 30 a 50  $\mu\text{m}$  ser atingida, esses discos foram então polidos com pasta de diamante de grana 9, 3 e 1  $\mu\text{m}$ .

Os discos polidos passaram por um polimento químico, utilizando uma solução de 5% de ácido perclórico e 95% de álcool etílico, feito com o auxílio de um equipamento Tenupol-5 Strüers. Esse procedimento pule ambos os lados da amostra e faz pequenos furos no disco, de maneira que o feixe de elétrons possa atravessar algumas seções da amostra

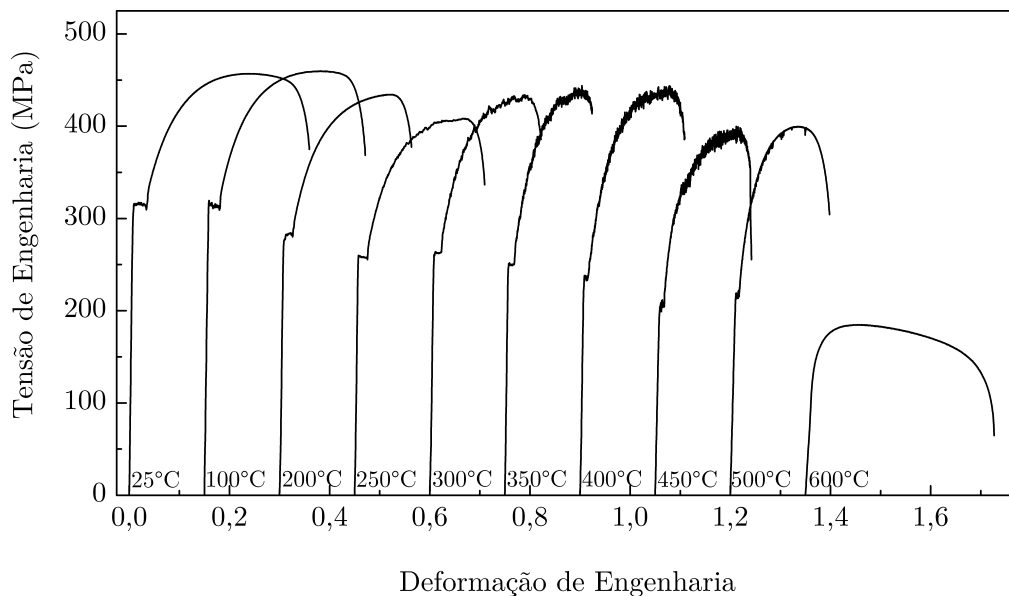
e a análise possa ser realizada. A microscopia eletrônica de transmissão foi realizada em um microscópio Tecnai G2-20, Super Twin FEI, 200kV. As imagens da análise de microscopia de transmissão foram realizadas por meio das câmeras Gatan Orius SC200 e US1000FTXP. A análise da estrutura cristalina e da composição química de precipitados foi realizada por meio de EDS, EELS e difração de elétrons de área selecionada (SAED). Além disso, mapas de varredura de EELS foram realizados em uma região com deslocamentos em uma amostra deformada a 400°C, com o objetivo de se investigar a possível formação e a composição química de uma nuvem de soluto formada na proximidade das deslocamentos durante o envelhecimento dinâmico. A análise semiquantitativa de EDS foi realizada com um sistema EDAX com janela de 30 mm<sup>2</sup> e a análise de EELS com um sistema GIF Quantum SE 963 com uma dispersão de 0,6 eV/ch.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Caracterização Mecânica

Os resultados dos ensaios de tração realizados a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600°C e com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  estão representados na [Figura 15](#). Para essa taxa de deformação, foram observados serrilhados característicos do efeito PLC e da ocorrência do envelhecimento dinâmico em uma faixa de temperaturas de 250 a 500°C. Além disso, foi constatada a ocorrência de escoamento descontínuo e patamar de escoamento nas temperaturas de 25 a 500°C.

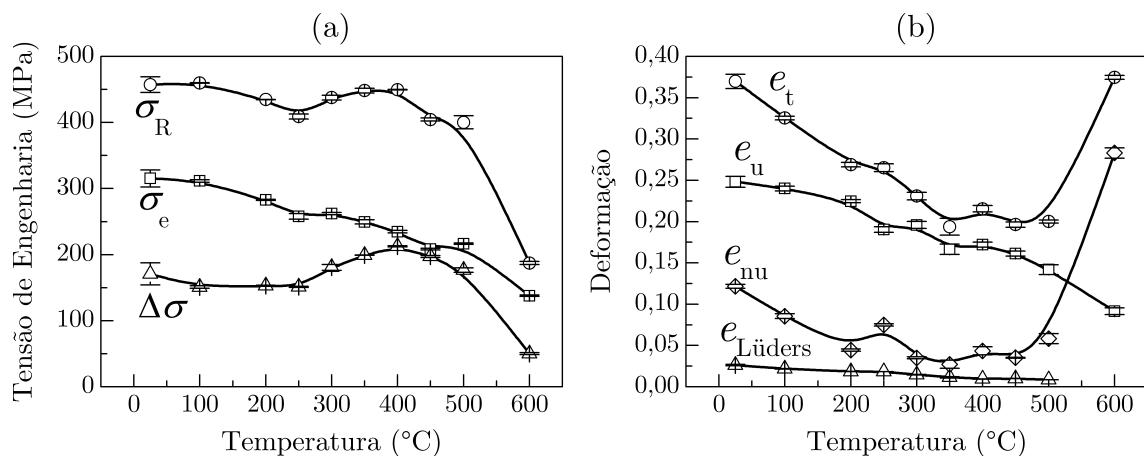
Figura 15 – Curvas de tensão *versus* deformação de um aço inoxidável ferrítico 430 tracionado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600 °C e com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



As propriedades mecânicas obtidas em função da temperatura de deformação estão representadas na [Figura 16](#). Na [Figura 16 \(a\)](#),  $\sigma_R$  e  $\sigma_e$  representam, respectivamente, o limite de resistência e o limite de escoamento, enquanto  $\Delta\sigma$  reflete o aumento de resistência total, obtido pela diferença entre  $\sigma_R$  e  $\sigma_e$ . Na [Figura 16 \(b\)](#),  $e_t$ ,  $e_u$ ,  $e_{nu}$  e  $e_{Lüders}$  correspondem, respectivamente, à deformação total, deformação uniforme, deformação não-uniforme e à deformação no patamar de escoamento, quando presente. O limite de escoamento apresentou um comportamento decrescente ao longo de toda faixa de temperaturas estudada; o limite de resistência decresceu na faixa de 25 a 250°C, apresentando entretanto um moderado aumento de 250 a 400°C e um decréscimo de 400 a 600°C; a influência do envelhecimento dinâmico no encruamento fica evidente na variação do aumento de resistência total observada na faixa de temperaturas de 250 a 500°C, na qual o envelhecimento dinâmico foi observado. Considerando que o efeito do envelhecimento

dinâmico foi máximo na temperatura de 400°C e que, sem a influência do envelhecimento dinâmico, o limite de resistência apresentaria um comportamento decrescente com o aumento de temperatura até o valor observado a 600°C, o valor do limite de resistência teve um incremento de aproximadamente 130MPa na temperatura de 400°C devido ao efeito do envelhecimento dinâmico. Os valores de deformação uniforme apresentaram uma tendência decrescente para todas as temperaturas estudadas; entretanto, a deformação total decresceu até 350°C, temperatura na qual se estabilizou até 500° e apresentou um notável aumento em 600°C. Tendo em vista que a deformação uniforme apresentou um comportamento puramente decrescente, um considerável aumento na deformação não-uniforme foi responsável pelo acentuado aumento da deformação no ensaio a 600°C. A amplitude do patamar de escoamento reduziu gradualmente de  $2,62 \pm 0,09$  para  $0,84 \pm 0,00$  na faixa de temperaturas de 25 a 500°C e não foi observado a 600°C.

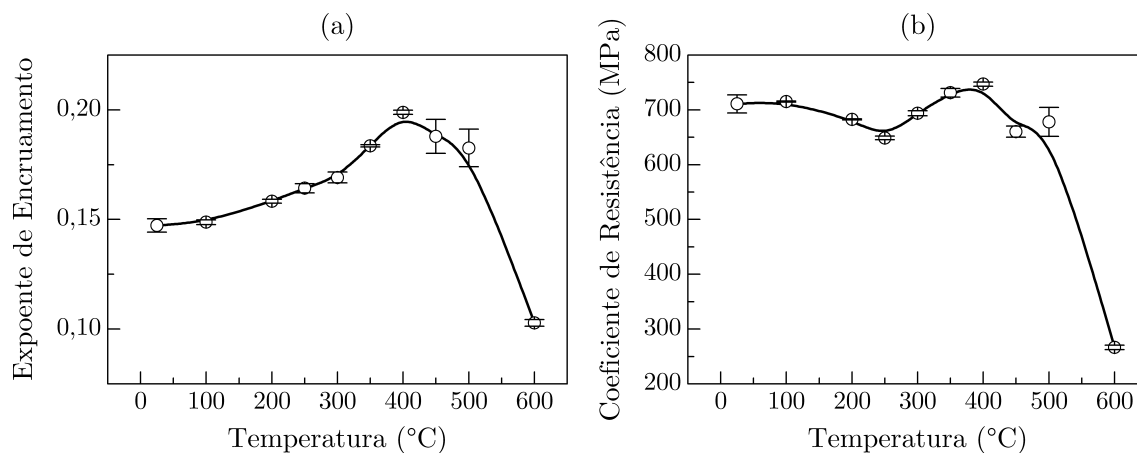
Figura 16 – Propriedades mecânicas de um aço inoxidável ferrítico 430 em função da temperatura de deformação: (a) Limite de resistência,  $\sigma_R$ , limite de escoamento,  $\sigma_e$ , e aumento de resistência total,  $\Delta\sigma$ , em função da temperatura. (b) Deformação total,  $e_t$ , deformação uniforme,  $e_u$ , deformação não-uniforme,  $e_{nu}$ , e deformação no patamar de escoamento,  $e_{Lüders}$  em função da temperatura para uma taxa de deformação de  $10^{-3}s^{-1}$



Na Figura 17, estão representados o expoente de encruamento,  $n$ , e coeficiente de resistência,  $K$ , em função da temperatura de deformação.  $n$  é tipicamente utilizado como uma estimativa da deformação uniforme de um material; entretanto, o mesmo apresentou um comportamento completamente distinto da deformação uniforme, a qual exibiu um comportamento exclusivamente decrescente com o aumento de temperatura. Entretanto,  $n$  apresentou um comportamento similar ao do aumento de resistência total, aumentando com a temperatura e tendo um máximo em 400°C, decrescendo com a perda de intensidade do envelhecimento dinâmico após essa temperatura.  $K$  apresentou um comportamento consideravelmente similar ao limite de resistência, decrescendo moderadamente com o aumento de temperatura até o início do regime do envelhecimento dinâmico, no qual o mesmo apresenta um aumento significativo e sofre uma grande redução com o fim do regime do envelhecimento dinâmico. A influência do envelhecimento dinâmico no

comportamento mecânico do aço estudado também ficou evidente no aumento de  $n$  e  $K$  na faixa de 250 a 500°C.

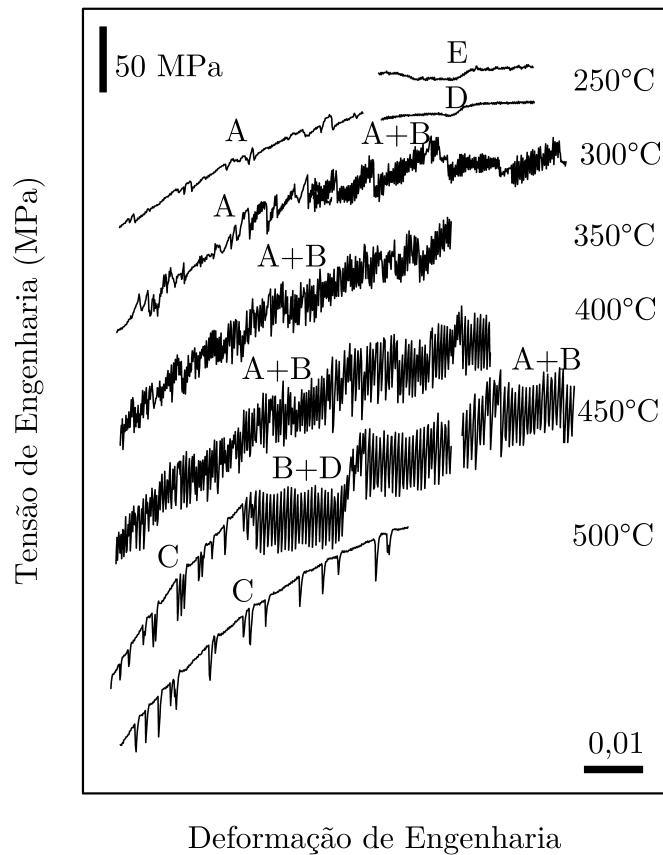
Figura 17 – Evolução do (a) expoente de encruamento,  $n$ , e (b) coeficiente de resistência,  $K$ , em função da temperatura para uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



Na [Figura 18](#), está representada a evolução da morfologia dos serrilhados na curva tensão-deformação em função da temperatura no regime do envelhecimento dinâmico (250-500°C). Em 250°C foram observados serrilhados do tipo A de baixa amplitude em baixas e médias deformações; em altas deformações, os serrilhados se tornaram irregulares do tipo E ou patamares do tipo D. Em 300°C, serrilhados do tipo A de maior intensidade foram observados até valores de deformação médios, alterando-se para uma combinação de serrilhados do tipo A+B em valores superiores de deformação. Em 350 e 400°C, foram observados serrilhados do tipo A+B nos quais a intensidade aumentava com o aumento de deformação; além disso, os serrilhados A+B observados em 400°C apresentaram maior intensidade que os observados em 350°C. Serrilhados do tipo C foram observados em baixas deformações nas amostras deformadas a 450°C; os serrilhados se tornaram do tipo B+D em deformações médias, com evidentes patamares com serrilhados do tipo B, e serrilhados do tipo A+B em altos valores de deformação. Apenas serrilhados do tipo C foram observados na temperatura de 500°C. De 250 a 400°C, a frequência e amplitude dos serrilhados aumentaram com o aumento da deformação uniforme de temperatura de deformação. Os serrilhados do tipo B observados em 450°C apresentaram amplitude aproximadamente constante ao longo de toda deformação uniforme do material. Os serrilhados do tipo C, observados a 450 e 500°C, apresentaram um crescimento na intensidade dos serrilhados com o aumento da deformação plástica; entretanto, não foi observada nenhuma relação com a frequência desses serrilhados.; além disso, não se constatou associação entre o aumento da temperatura e a amplitude ou frequência dos serrilhados do tipo C.

Na [Figura 19](#) e na [Tabela 4](#), estão representados os resultados dos ensaios de tração realizados com taxas de deformação de  $10^{-3}$  e  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  e a uma temperatura de 400 °C. A curva tensão-deformação dos ensaios realizados a  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  apresentou serrilhados mais moderados em relação àqueles observados a  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Em razão da maior velocidade de

Figura 18 – Evolução da morfologia dos serrilhados associados ao efeito PLC em relação à temperatura de deformação para uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Os serrilhados estão classificados de acordo com o apresentado na seção 3.2.1



deformação e a utilização da mesma taxa de aquisição de dados, a curva tensão-deformação relativa à taxa de deformação de  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  possui um número de pontos dez vezes menor que as outras curvas. A temperatura de deformação de  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  foi selecionada para ensaios com taxas de deformação distintas por ter apresentado o maior limite de resistência no regime do envelhecimento dinâmico, o que foi compreendido como a temperatura na qual a intensidade do envelhecimento dinâmico foi máxima. Foi observada uma diminuição na resistência mecânica e ductilidade com o aumento da taxa de deformação. Embora a diminuição na deformação seja típica do aumento de taxa de deformação, a diminuição nos valores de tensão está associada à sensibilidade negativa à taxa de deformação ocasionada pelo envelhecimento dinâmico. Essa sensibilidade negativa à taxa de deformação está associada à diminuição do tempo disponível para a difusão de átomos de soluto até as deslocações durante a deformação plástica, ocasionando um ancoramento menos efetivo das deslocações e resultando em menores valores de tensão durante a deformação.

Com o objetivo de investigar a possibilidade da ocorrência de algum fenômeno durante o ensaio de tração exclusivamente devido à temperatura, como por exemplo a decomposição da ferrita ou precipitação de carbonetos, foram realizados tratamentos térmicos em amostras na condição como recebida e ensaios de dureza após o tratamento. Na [Figura 20](#), está representada a dureza com um intervalo de confiança de 95% das amostras

Figura 19 – Curvas de engenharia de um aço inoxidável ferrítico 430 tracionado a 400 °C e com uma taxa de deformação de  $10^{-3}$  e  $10^{-2}\text{s}^{-1}$

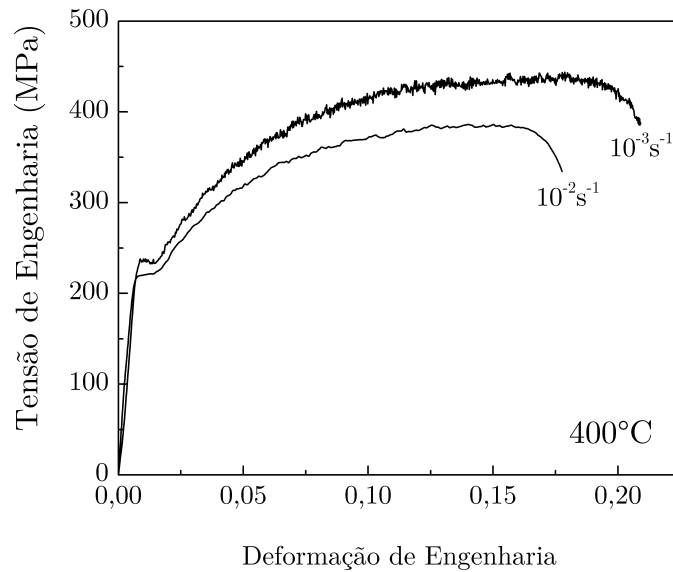


Tabela 4 – Propriedades mecânicas de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado a 400°C e taxas de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ) de  $10^{-2}$  e  $10^{-3}\text{s}^{-1}$

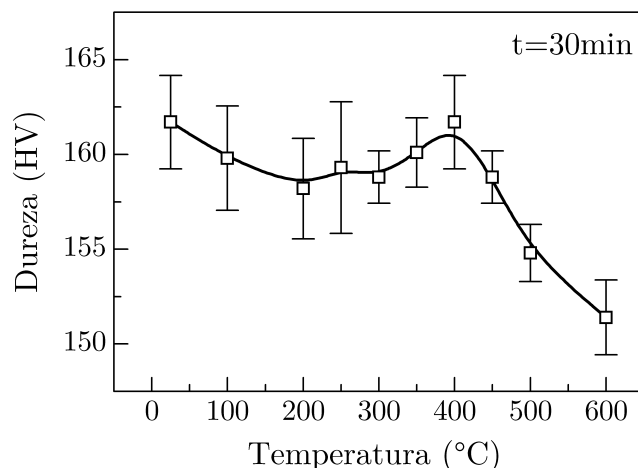
| $\dot{\epsilon}$ ( $\text{s}^{-1}$ ) | $10^{-3}$         | $10^{-2}$               |
|--------------------------------------|-------------------|-------------------------|
| $\sigma_R$ (MPa)                     | $449,7 \pm 0,3$   | $390 \pm 10$            |
| $\sigma_e$ (MPa)                     | $235 \pm 2$       | $221 \pm 12$            |
| $\Delta\sigma$ (MPa)                 | $212 \pm 0,9$     | $169 \pm 2$             |
| $e_u$                                | $0,171 \pm 0,003$ | $0,17 \pm 0,01$         |
| $e_t$                                | $0,215 \pm 0,004$ | $0,20 \pm 0,01$         |
| $e_{nu}$                             | $0,044 \pm 0,005$ | $0,029 \pm 0,003$       |
| $n$                                  | $0,199 \pm 0,001$ | $0,188 \pm 0,005$       |
| $K$ (MPa)                            | $747 \pm 4$       | $6,6 \cdot 10^2 \pm 28$ |

como recebidas e após tratadas termicamente em temperaturas de 100 a 600°C por 30 minutos. Embora a média das medidas tenha apontado um aumento na faixa de 200 a 400°C, o que poderia ser associado à precipitação de alguma fase, não há diferença estatística significativa entre a dureza medida de 25 a 450°C. Entretanto, foi evidenciada uma diminuição na dureza no material tratado a 500 e 600°C, indicativo de que algum fenômeno que acarreta na diminuição da dureza pode ter ocorrido de forma similar durante os ensaios a 500 e 600°C.

## 5.2 Difratometria de Raios X

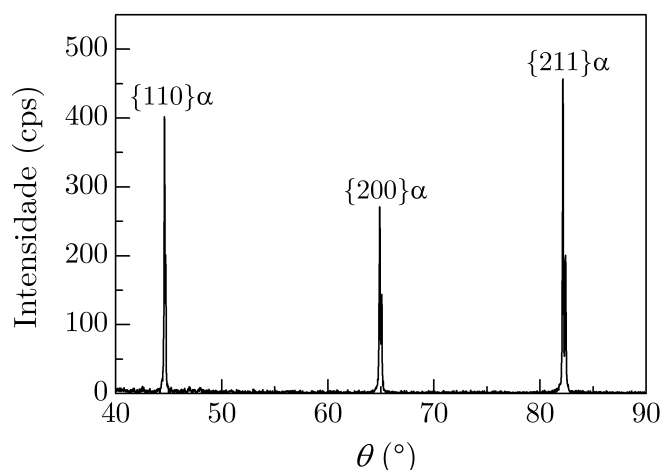
O difratograma do aço inoxidável ferrítico 430 na condição como recebido está representado na [Figura 21](#). Os resultados de difração de raios X indicam que o material como recebido apresenta uma estrutura completamente ferrítica, identificada pelos planos

Figura 20 – Dureza em função da temperatura de tratamento térmico



$110\alpha$ ,  $200\alpha$  e  $211\alpha$ .

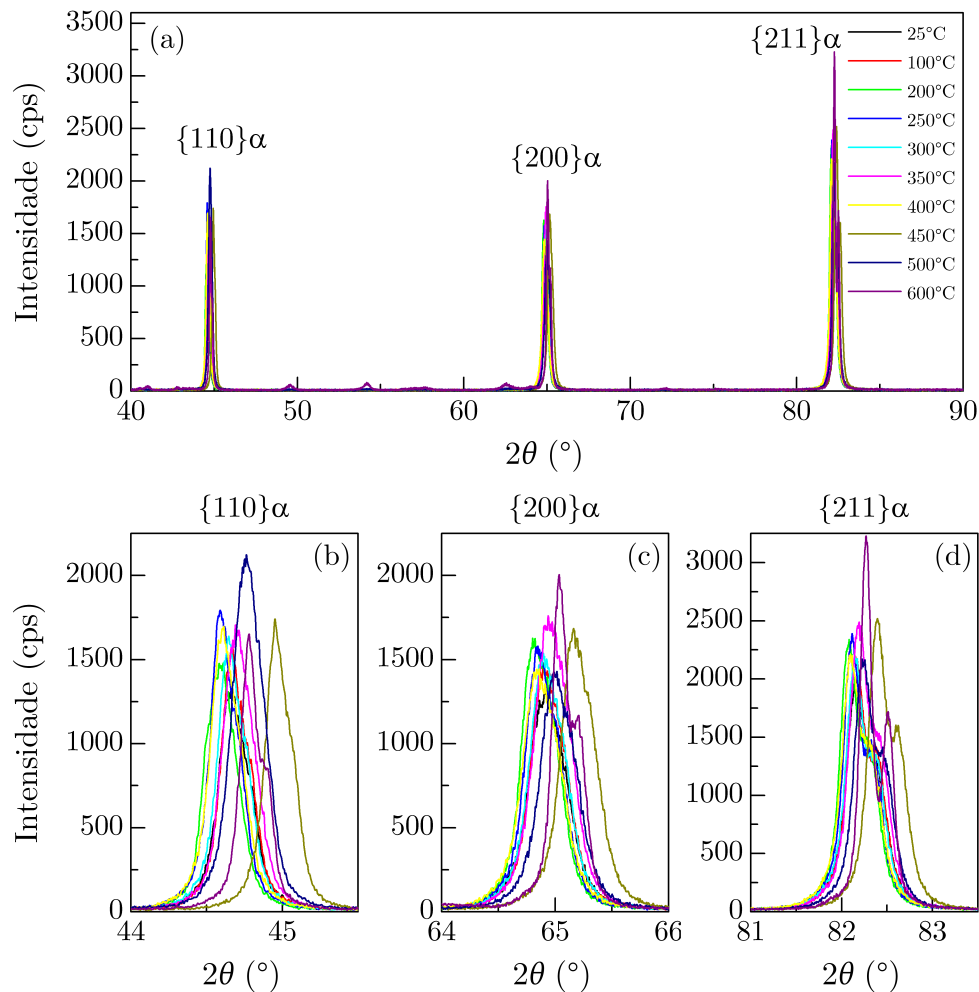
Figura 21 – Difratoograma do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido. Os planos identificados indicam uma estrutura cristalina ferrítica



Com o objetivo de avaliar a possível ocorrência de alguma transformação de fase e estimar de forma qualitativa a variação na densidade de deslocamentos com a deformação, amostras deformadas, de 25 a 600°C, até a ruptura, foram analisadas por meio de difração de raios X. Na [Figura 22](#), estão representados os difratogramas das amostras de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600 °C e com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Observou-se uma estrutura completamente ferrítica em todas as temperaturas de deformação, identificada pelos picos 110, 200 e 211. Mesmo com a preparação por lixamento da amostra, foram observados traços do óxido  $\text{Fe}(\text{Cr}_2\text{O}_4)$  formado durante a deformação a 600°C.

Na [Figura 23](#), estão representadas as curvas de largura à meia altura (FWHM) em função da temperatura dos picos de difração de raios X. A análise do alargamento dos picos de difração de raios X de materiais cristalinos fornece informações sobre a densidade de deslocamentos de um material ([77](#), [78](#)); a FWHM pode ser utilizada para avaliar

Figura 22 – Difratogramas de amostras do aço inoxidável ferrítico 430 deformadas a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600 °C e com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$

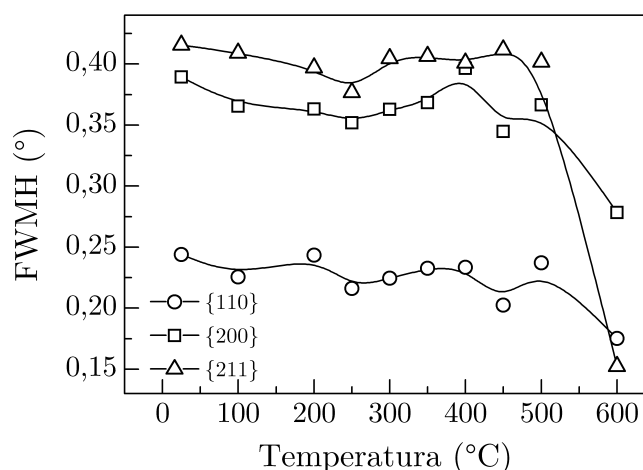


qualitativamente a variação da densidade de deslocações (79, 80). A FWHM dos picos das famílias de planos 200 e 211 apresentou comportamento similar, reduzindo com o aumento da temperatura de 25 a 250°C, possivelmente devido a maior atuação de fenômenos de recuperação e aniquilação de deslocações. Um aumento na FWHM foi observado na faixa de 250 a 500°C, na qual é esperado um aumento na densidade de deslocações devido à ampliação da multiplicação de deslocações devido ao envelhecimento dinâmico. Uma grande diminuição na FWHM foi constatada na amostra deformada a 600°C, fato que pode ser associado à ausência do envelhecimento dinâmico e consequente multiplicação de deslocações ampliada, em conjunto com processos de recuperação e aniquilação ativos nessa temperatura. Entretanto, o comportamento da FWHM do pico de difração, referente à família de planos 110, o menos intenso dos três avaliados, apresentou um comportamento aproximadamente linear e decrescente, com uma maior redução na temperatura de 600°C.

É notável a semelhança entre o comportamento da FWHM do pico mais intenso 211 e os do limite de resistência e  $K$  apresentados na Figura 16 e Figura 17. Embora provenientes de análises completamente diferentes, uma mecânica e outra de difração,

ambas estão possivelmente relacionadas pelo fato da densidade de deslocamentos avaliada por FWHM ser responsável por grande parte das variações no limite de resistência e  $K$ . Considerando que apenas o pico mais intenso, referente à família de planos 211, apresentou essa semelhança com os parâmetros de resistência, é possível que os picos de maior intensidade possuam uma maior quantidade de informações sobre a estrutura cristalina e sejam de maior interesse para análises similares.

Figura 23 – Largura à meia altura dos picos de difração de raios X em função da temperatura de deformação



Uma estrutura ferrítica foi identificada em todas as amostras tratadas termicamente, de 100 a 600°C. Não foram observadas diferenças relevantes entre os difratogramas dessas amostras, indicativo de que a diminuição na dureza observada nas amostras tratadas a 500 e 600°C não está associada à uma transformação de fase durante o tratamento térmico, estando possivelmente associado ao alívio de tensões e/ou recuperação de defeitos na estrutura cristalina.

## 5.3 Caracterização Microestrutural

### 5.3.1 Microscopia Óptica

A análise por microscopia óptica de uma amostra do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido, laminado a frio e recozido, revelou uma estrutura ferrítica com precipitados dispersos. Na Figura 24, está representada a microestrutura da seção longitudinal desse aço.

Por meio das imagens de microscopia óptica, foi realizada uma análise do tamanho de grão e de sua distribuição em um total de 274 grãos. O tamanho de grão médio calculado foi de  $9,0 \pm 0,4 \mu\text{m}$  e o histograma de distribuição do tamanho de grão está representado na Figura 25.

Na Figura 26, estão representadas imagens da amostra deformada até a ruptura a 600°C por meio de microscopia óptica. A Figura 26(a) revela uma microestrutura com-

Figura 24 – Microestrutura da seção longitudinal do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido, laminado a frio e recozido, obtida por microscopia óptica com um aumento de (a)500X e (b)1000X. Ataque: Vilella

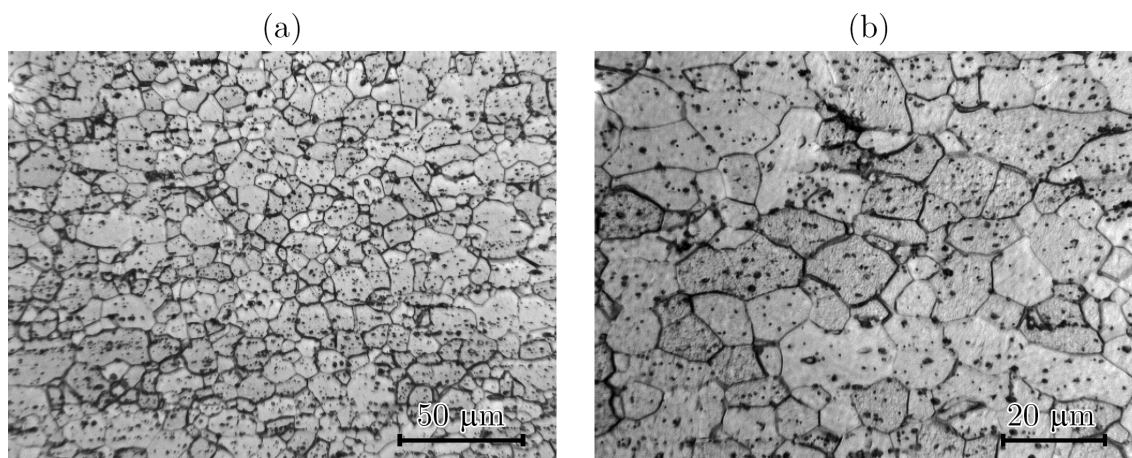
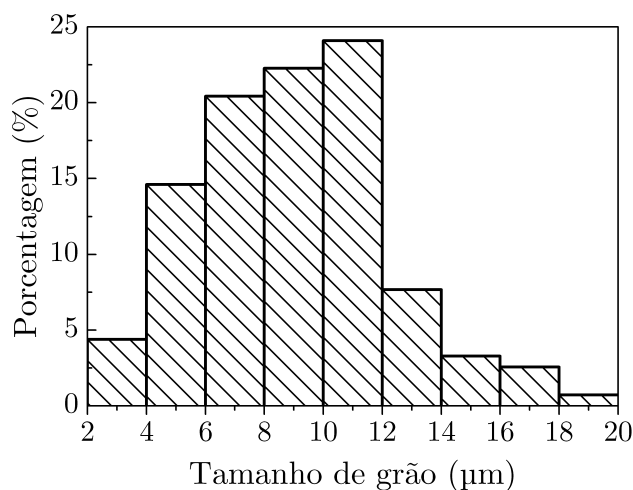


Figura 25 – Histograma da distribuição de tamanho de grão da amostra de aço inoxidável ferrítico 430 como recebida.

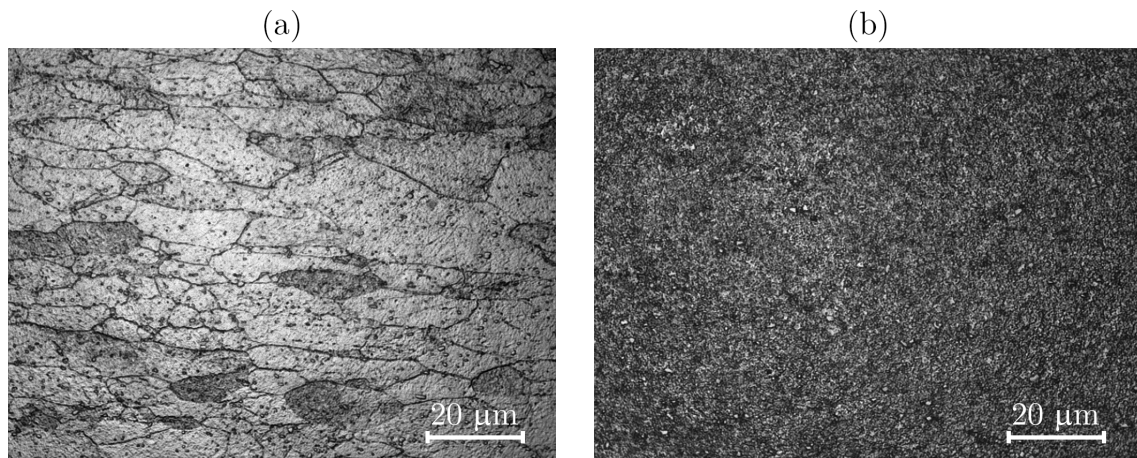


posta por grãos ferríticos alongados pela deformação e a [Figura 26\(b\)](#) representa a corrosão excessiva que a amostra sofreu com a imersão por alguns segundos no reagente Kallings. O reagente Kallings teve de ser utilizado, na amostra deformada a 600°C, pois a amostra foi excessivamente corroída pelo reagente Vilella, sem revelar os contornos de grão de maneira satisfatória. Essa corrosão excessiva é uma evidência do empobrecimento da matriz ferrítica em Cr devido à precipitação de alguma fase rica em Cr, ocasionando uma diminuição na resistência à corrosão do aço inoxidável ferrítico 430.

### 5.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

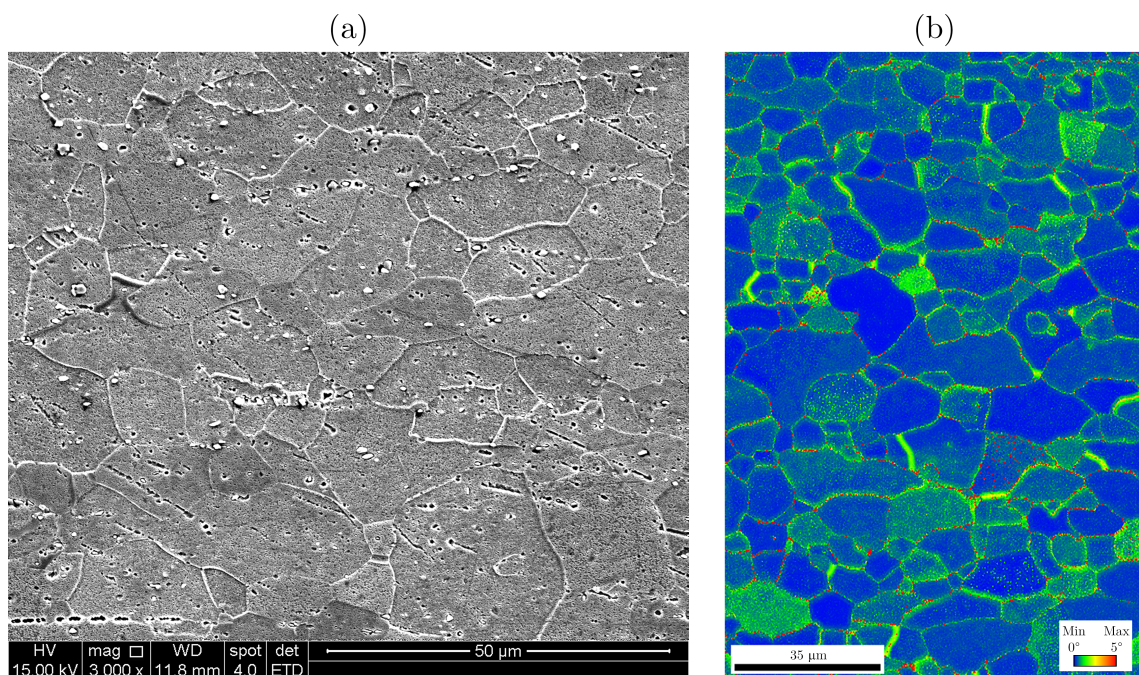
Na [Figura 27](#), apresenta-se a micrografia obtida por meio da análise dos elétrons secundários na microscopia eletrônica de varredura ([Figura 27 \(a\)](#)) e um mapa da Desorientação Média de Núcleo (KAM) obtido por meio de EBSD ([Figura 27 \(b\)](#)). A micrografia

Figura 26 – Microestrutura da seção longitudinal do aço inoxidável ferrítico 430 deformado até a ruptura a 600°C, obtida por microscopia óptica. As imagens revelam (a) grãos de ferrita alongados pela deformação plástica e (b) região de corrosão excessiva apresentada pela amostra em questão de segundos após imersa no reagente. Ataque: Kallings



revelou uma microestrutura ferrítica com precipitados dispersos na matriz e nos contornos de grão. O parâmetro KAM avalia a variação na desorientação cristalográfica local em relação à uma desorientação média, podendo ser utilizado para avaliar o grau de recristalização de um material. A análise do mapa de KAM revelou uma microestrutura com baixos valores de ângulos de desorientação, característica de grãos recristalizados (81).

Figura 27 – (a) Microestrutura da seção longitudinal do aço inoxidável ferrítico 430 como recebido, laminado a frio e recozido, obtida pela análise de elétrons secundários por microscopia eletrônica de varredura. Ataque: Vilella (b) Mapa de KAM da amostra como recebida



A imagem de elétrons secundários revelou dois tipos diferentes de precipitados na microestrutura, os quais tiveram sua composição química investigada por meio de uma

análise de EDS. Na [Tabela 5](#), estão apresentados os resultados de EDS para a composição química de ambos os precipitados e da matriz. Os precipitados investigados foram identificados como um carboneto de Cr e Fe e um carbonitreto de Cr, Fe e V. A composição química e estrutura cristalina dos precipitados presentes no aço estudado são abordadas com mais detalhes na seção subsequente de microscopia eletrônica de transmissão.

Tabela 5 – Composição química dos precipitados identificados e da matriz, obtida por análise de EDS

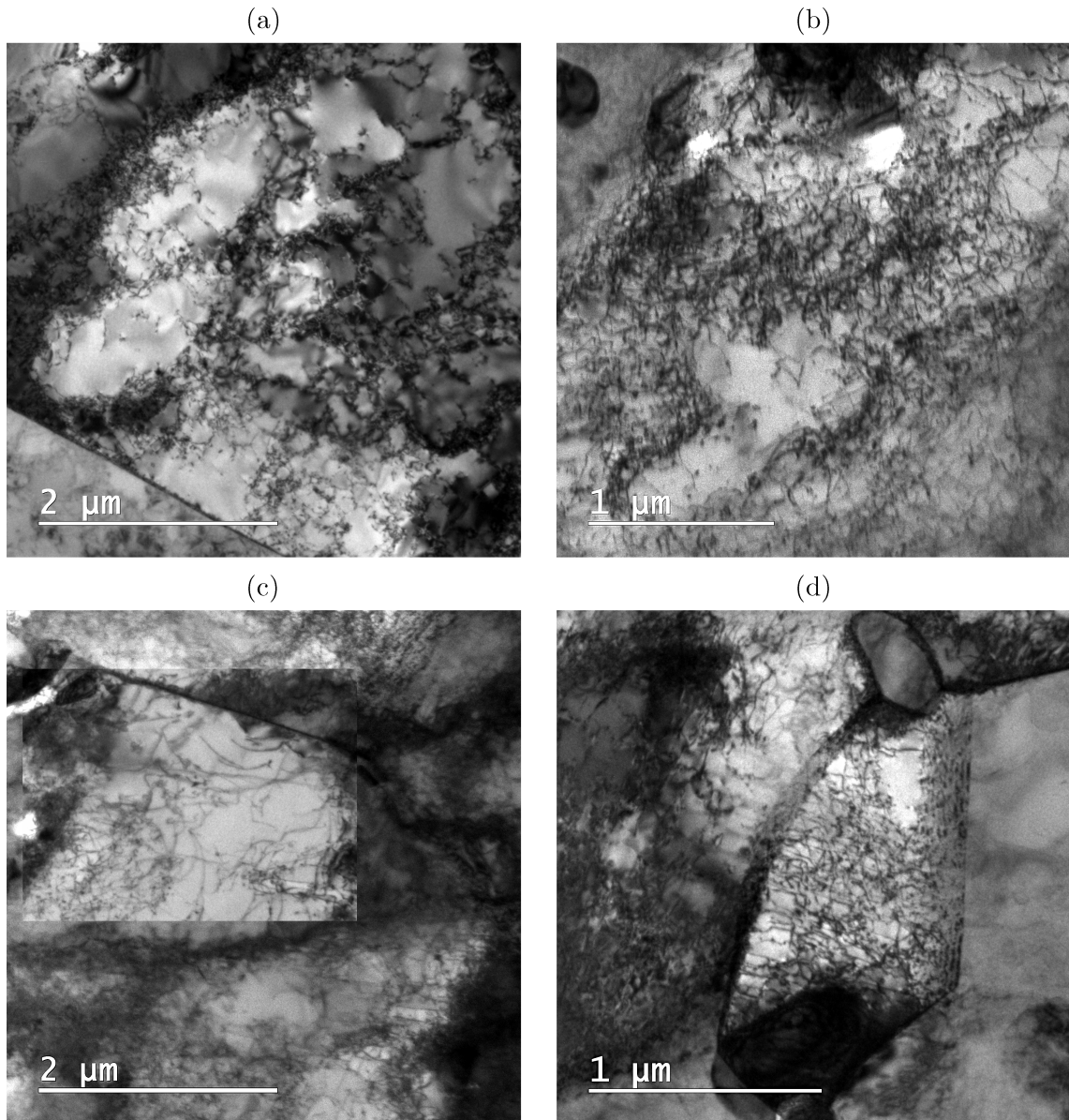
| Elementos<br>(% em peso) | C    | N    | Si   | V    | Cr    | Fe    |
|--------------------------|------|------|------|------|-------|-------|
| Matriz                   | 2,17 | -    | 0,84 | -    | 15,00 | 81,99 |
| Precipitado<br>tipo 1    | 6,85 | -    | -    | -    | 62,33 | 30,82 |
| Precipitado<br>tipo 2    | 4,84 | 7,88 | -    | 2,40 | 48,33 | 36,54 |

### 5.3.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão

Na [Figura 28](#), estão representadas as imagens das subestruturas de deslocações identificadas em uma amostra deformada plasticamente em 7,14% a 25°C. Foram observadas regiões com uma subestrutura celular bem definida ([Figura 28 \(a\)](#)), mas também foram observadas áreas que apresentaram uma subestrutura celular mal definida ([Figura 28 \(b\)](#)). Além disso, uma distribuição uniforme de deslocações foi observada no interior de células da subestrutura celular ([Figura 28 \(c\)](#)) e um emaranhado de deslocações foi observado no interior de um grão ([Figura 28 \(d\)](#)). Regiões que apresentaram uma subestrutura celular foram regularmente observadas nas análises de microscopia de transmissão e o tamanho das células variou de cerca de 0,5 a 3  $\mu\text{m}$ .

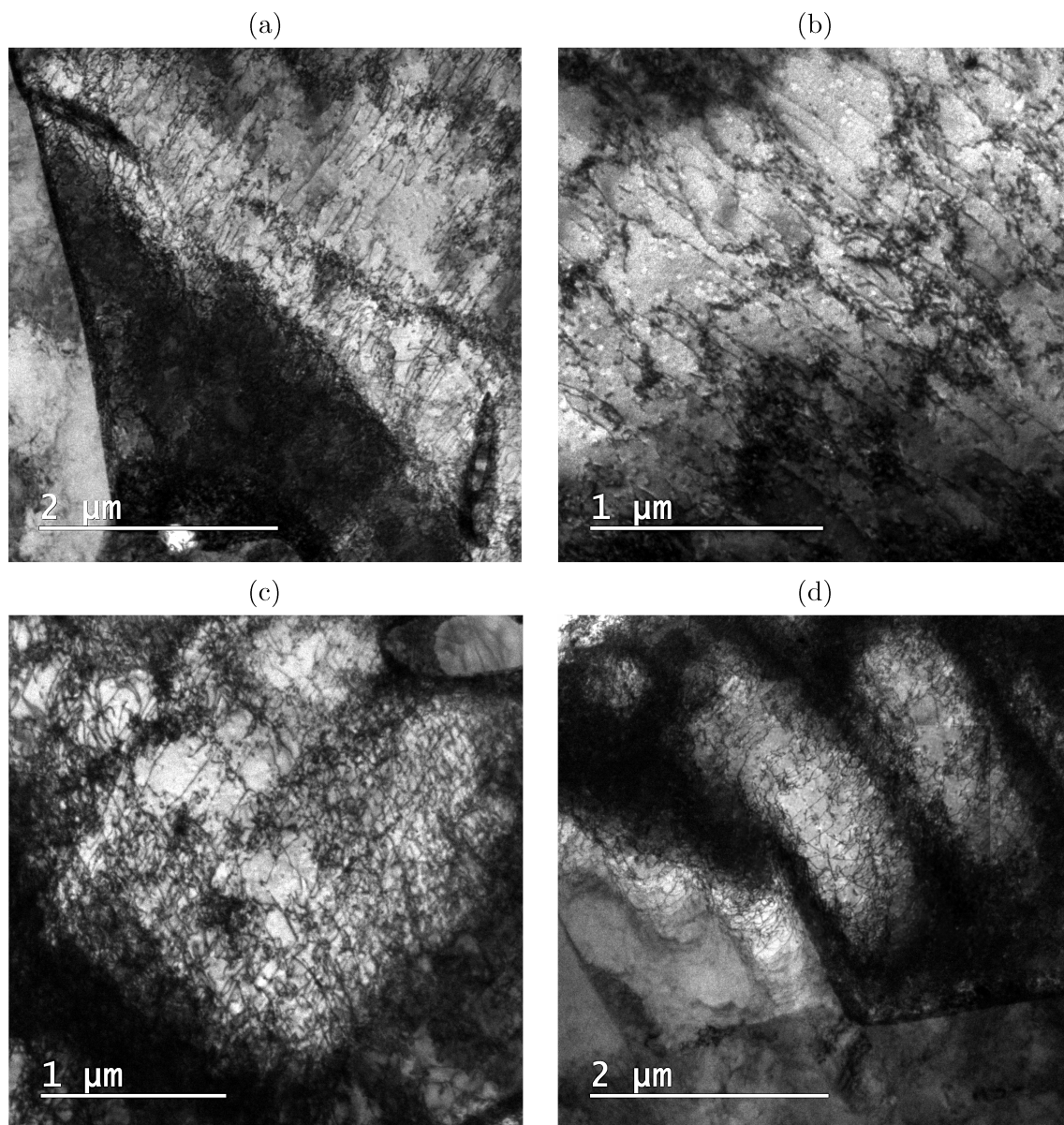
Na [Figura 29](#), estão representadas as subestruturas de deslocações celulares observadas em uma amostra deformada plasticamente em 7,49% a 400 °C. Nas amostras nessa condição, foram observadas regiões caracterizadas pela formação de paredes de deslocações e um arranjo paralelo de deslocações ([Figura 29 \(a\)](#)) e regiões com uma subestrutura celular mal formada, que também apresentou uma organização paralela de deslocações ao longo dessas células ([Figura 29 \(b\)](#)). Além disso, também foram observadas regiões com emaranhados e paredes densas de deslocações ([Figura 29 \(c\)](#)) e regiões com uma subestrutura celular bem definida por densas paredes de deslocações ([Figura 29 \(d\)](#)). Regiões que apresentaram uma subestrutura celular foram menos frequentemente observadas na amostra deformada a 400°C que na amostra deformada a 25°C. Nas regiões na qual foi observada uma subestrutura celular, o tamanho das células variou consideravelmente de valores de 0,5 a 5  $\mu\text{m}$ . A formação de densas paredes de deslocações foi observada nessa condição, corroborando com a multiplicação de deslocações ampliada devido ao envelhecimento dinâmico e uma consequente maior densidade de deslocações.

Figura 28 – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão da subestrutura de deslocações de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado em  $\epsilon=0.0714$  a  $25^{\circ}\text{C}$ . As imagens revelam uma (a) subestrutura celular bem definida, (b) subestrutura celular mal definida, (c) distribuição uniforme de deslocações em uma célula e (d) emaranhado de deslocações no interior de um grão



Na [Figura 30](#), estão representadas imagens da subestrutura de deslocações da amostra deformada plasticamente em 5,64% a  $600^{\circ}\text{C}$ . Uma subestrutura recuperada de subgrãos foi observada ([Figura 30 \(a\)](#)), em oposição à subestrutura celular observada nas amostras deformadas em 25 e  $400^{\circ}\text{C}$ . Subgrãos são regiões delimitadas por paredes de deslocações bem ordenadas, bem como observado na ([Figura 30 \(c\)](#)), também denominadas contornos de baixo ângulo ([68](#)). A formação de uma dispersão de precipitados nanométricos foi observada na matriz ferrítica ([Figura 30 \(b\)](#)), em contornos de grão ([Figura 30 \(d\)](#)) e em emaranhados de deslocações. Segundo [Krafft \(82\)](#), é esperada a formação de precipitados nos contornos de grão e na matriz de ligas Fe-Cr quando aquecidas a temperaturas de  $315$  a  $925^{\circ}\text{C}$ . De maneira geral, uma subestrutura de subgrãos, com uma

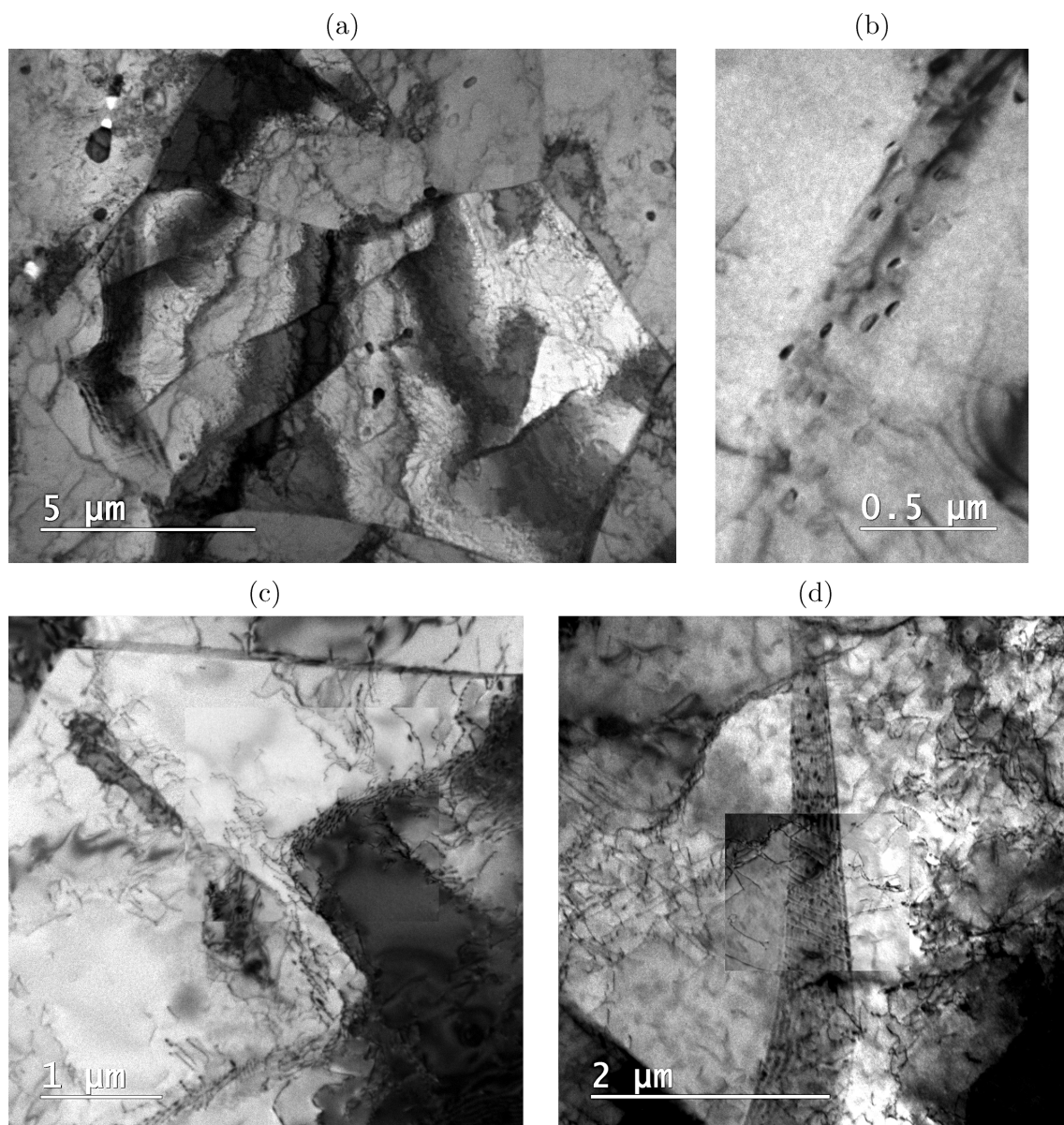
Figura 29 – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão da subestrutura de deslocações de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado em  $\epsilon=0.0749$  a  $400^{\circ}\text{C}$ . As imagens revelam regiões com (a) a formação de paredes de deslocações e uma subestrutura paralela de deslocações, (b) subestrutura celular mal definida e uma tendência paralela das deslocações, (c) parede densa de deslocações e emaranhado de deslocações e (d) subestrutura celular bem definida por paredes densas de deslocações



densidade de deslocações mais baixa e a formação de uma segunda fase nos contornos de grão e deslocações foi observada na condição de  $600^{\circ}\text{C}$ .

A composição química e estrutura cristalina de três precipitados foram investigadas por técnicas de EDS, EELS e difração eletrônica de área selecionada (SAED). Esses precipitados foram observados em uma amostra deformada em 7,49% a  $400^{\circ}\text{C}$ , sendo selecionados devido a distinções entre seu tamanho, morfologia e localização. Na [Figura 31](#), está representada a região na qual os precipitados foram observados e os mesmos estão identificados pelos números 1, 2 e 3. Um interessante detalhe observável na [Figura 31](#) é a curvatura do contorno de grão nas proximidades dos precipitados, evidenciando o ancora-

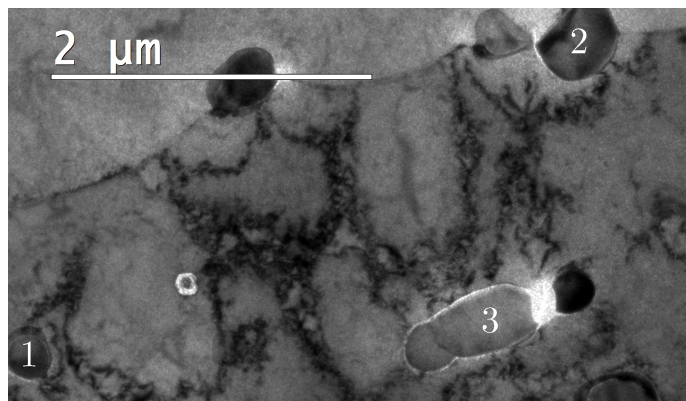
Figura 30 – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão da subestrutura de deslocamentos de um aço inoxidável ferrítico 430 deformado em  $\epsilon=0.0564$  a  $600^{\circ}\text{C}$ . (a) Subestrutura de subgrãos, (b) distribuição de precipitados nanométricos na matriz ferrítica, (c) contornos de baixo ângulo e (d) dispersão de finos precipitados formados no contorno de grão



mento de Zener e a importância dos precipitados para o controle de tamanho de grão no aço estudado. As forças de ancoramento geradas devido à presença de uma partícula em um contorno de grão é conhecida como ancoramento de Zener. A presença de uma partícula diminui a área do contorno de grão e a energia associada à mesma, sendo necessária que essa energia seja fornecida para o desancoramento do contorno de grão (83).

Os espectros das análises de EDS realizadas estão representados na [Figura 32](#). Considerando que o EDS não é uma técnica adequada para a quantificação de elementos de baixo número atômico, como o C, foi realizada uma análise semiquantitativa do Cr e Fe para obter uma estimativa da relação desses elementos nos precipitados; o resultado da análise semiquantitativa está representado na [Tabela 6](#). Os três precipitados caracterizados

Figura 31 – Precipitados selecionados para análise de EDS, EELS e SAED



foram identificados como carbonetos de Cr com uma relação de aproximadamente 7:3 de átomos de Cr para átomos de Fe. O pico de oxigênio verificado foi associado à possível presença de óxidos na superfície da amostra.

Figura 32 – Análise de espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS) de três precipitados observados em uma amostra deformada em 7,49% a 400°C

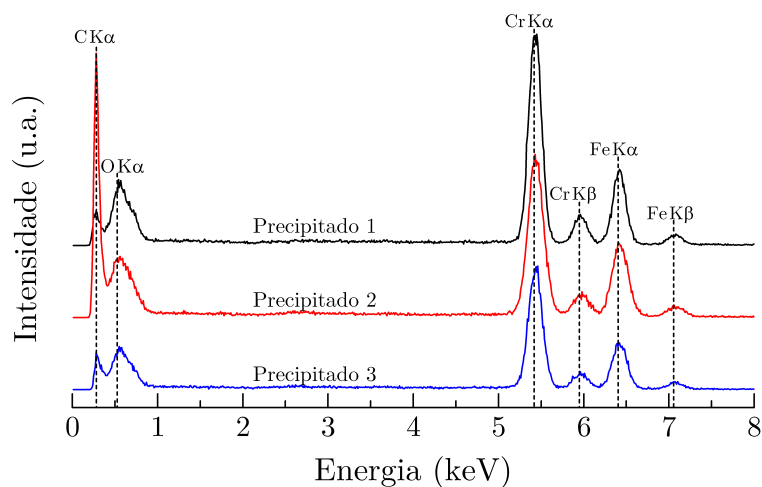


Tabela 6 – Análise semiquantitativa da porcentagem atômica de Fe e Cr realizada por EDS.

| Elementos (%atômica) | Cr   | Fe   |
|----------------------|------|------|
| Precipitado 1        | 73,9 | 26,1 |
| Precipitado 2        | 68,4 | 31,6 |
| Precipitado 3        | 71,8 | 28,2 |

A técnica de EELS foi utilizada com o objetivo de quantificar o C nesses precipitados. Os espectros resultantes dessa análise e a análise quantitativa dos elementos identificados estão representados, respectivamente, na Figura 33 e na Tabela 7. Considerando-se que o oxigênio identificado nas análises está associado à oxidação da amostra, os três preci-

pitados analisados foram identificados como carbonetos de Cr e Fe com uma porcentagem atômica média de  $54\pm 1\%Cr$ ,  $18\pm 1\%Fe$  e  $29\pm 1\%C$ .

Figura 33 – Análise de espectroscopia por perda de energia de elétrons (EELS) de três precipitados observados em uma amostra deformada em 7,49% a 400°C

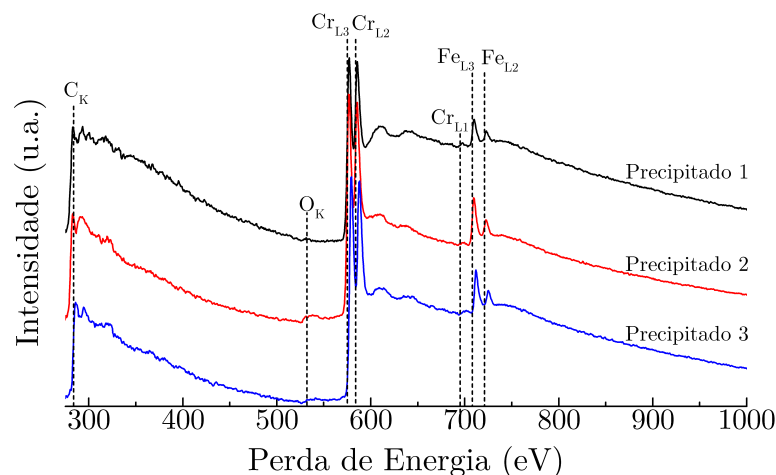


Tabela 7 – Composição de três precipitados realizada por EELS em uma amostrada deformada em 7,49% a 400°C

| Elementos (%atômica) | Cr    | Fe    | C     | O    |
|----------------------|-------|-------|-------|------|
| Precipitado 1        | 53,52 | 14,30 | 29,29 | 2,89 |
| Precipitado 2        | 47,40 | 17,74 | 26,16 | 8,70 |
| Precipitado 3        | 51,31 | 17,55 | 24,63 | 6,51 |

Na Figura 34, está representada a análise de SAED dos precipitados. Considerando as análises de EDS, EELS, SAED e informações da literatura (8), conclui-se que os precipitados 1 e 2 são do tipo  $M_{23}C_6$ , enquanto o precipitado 3 é do tipo  $M_3C$ , com uma estequiometria mais rica em Cr que Fe. Em adição à detecção de carbonetos que contém V na análise por MEV, foram detectados carbonetos de Cr, Fe e Nb na análise de MET da amostra deformada a 600°, indicativos que esses componentes substitucionais se encontram na forma de precipitados no aço inoxidável ferrítico 430.

Na Figura 35, está representada a imagem de MET em campo escuro de uma deslocação longa e reta, além de parte de um emaranhado de deslocações que foram observados na amostra deformada a 400°C. Além disso, estão representados os sinais de EELS obtidos por varredura na mesma região da imagem de MET, os mapas de distribuição da concentração de Cr, Fe, C e a sobreposição desses mapas de distribuição. A concentração de Cr e Fe detectada foi uniforme em toda área analisada, embora uma reduzida flutuação na proximidade do emaranhado de deslocações tenha sido verificada no mapa de Fe. Pelo que o resultado de EELS indica, a concentração de C foi menor nas redondezas da deslocação e do emaranhado de deslocações. Como fica evidente na

Figura 34 – Análise de difração de elétrons de área selecionada dos precipitados (a) 1, (b) 2 e (c) 3

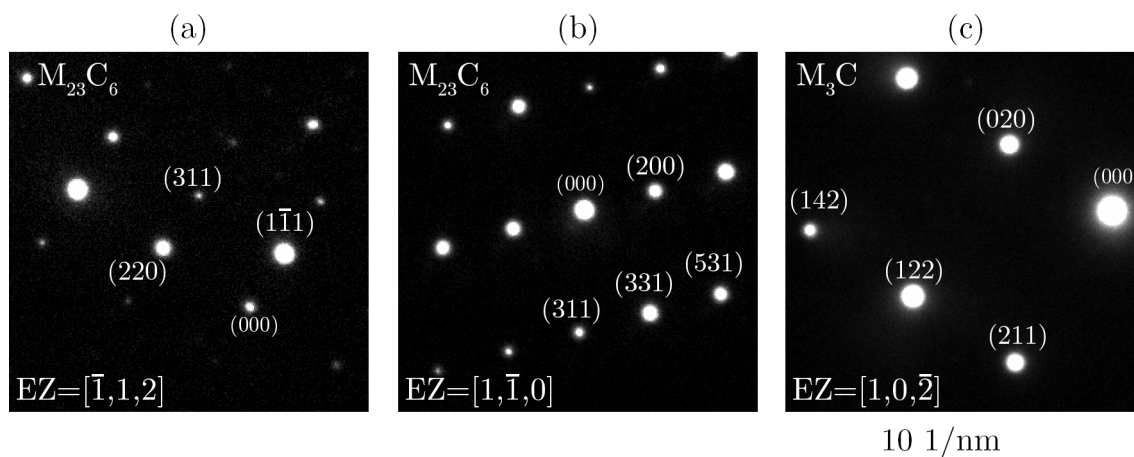


imagem da superposição dos mapas de concentração, a concentração percentual de Cr e Fe é maior nas proximidades da deslocação reta e do emaranhado de deslocações. Não foi detectado sinal de EELS referente a outros átomos presentes na composição química do aço investigado (Si, Ni, Mn, N); por essa razão, foram representados apenas os mapas de concentração de Cr, Fe e C. Embora a quantificação de C seja considerada complexa, a técnica de EELS possui sensibilidade analítica suficiente para elementos com um número atômico menor que 17 (84); entretanto, a quantidade de C na matriz ferrítica é menor que 0,1412% em peso e é possível que o sinal de C detectado tenha sido superestimado.

## 5.4 Comportamento de Encruamento

Na Figura 36, estão representadas as curvas de fluxo referentes aos ensaios de tração em função da temperatura. Em virtude dos serrilhados associados ao efeito PLC, as curvas de engenharia foram tratadas por um processo de suavização pelo *software* Origin, com o objetivo de obter curvas para a análise do comportamento de encruamento. Como o intuito do cálculo das curvas de fluxo era analisar o encruamento do material, os patamares de escoamento foram omitidos das curvas referentes às temperaturas de 25 a 500°C.

Na Figura 37, estão representadas as curvas da capacidade de encruamento,  $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$  e  $n_i$  em função da deformação verdadeira. As amostras deformadas de 25 a 500°C apresentaram uma capacidade de encruamento com um comportamento decrescente e valores relativamente semelhantes para todos os valores de deformação verdadeira, sendo a condição de 600°C a única realmente distinta e com um valor significativamente mais baixo de capacidade de encruamento. De maneira geral, todas as condições investigadas apresentaram um  $n_i$  que aumentou substancialmente e alcançou um máximo em baixos valores de deformação e se estabilizou ou apresentou um comportamento ligeiramente decrescente até o fim da deformação uniforme. Foi constatado um  $n_i$  consideravelmente similar para

Figura 35 – Imagem de uma deslocação reta e um emaranhado de deslocações por MET em campo escuro (a). Sinal da varredura de EELS da mesma região (d), mapas da distribuição de concentração de Cr (b), Fe (c), C (e) e sobreposição dos mapas de distribuição de concentração de Cr, Fe e C (f)

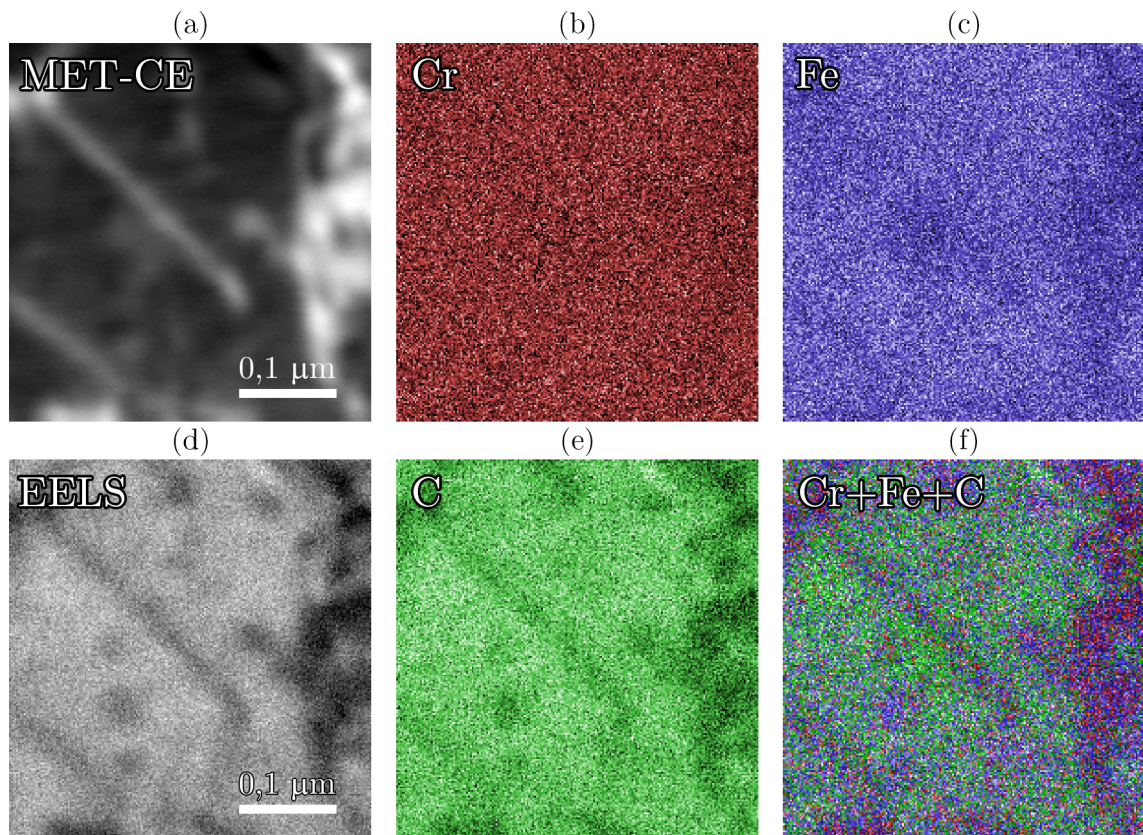
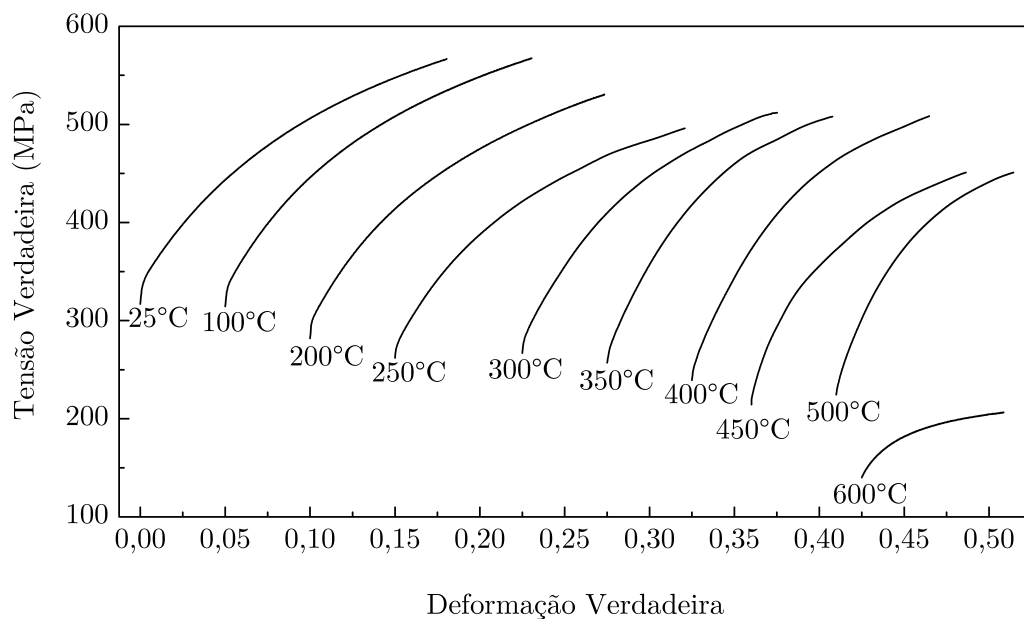


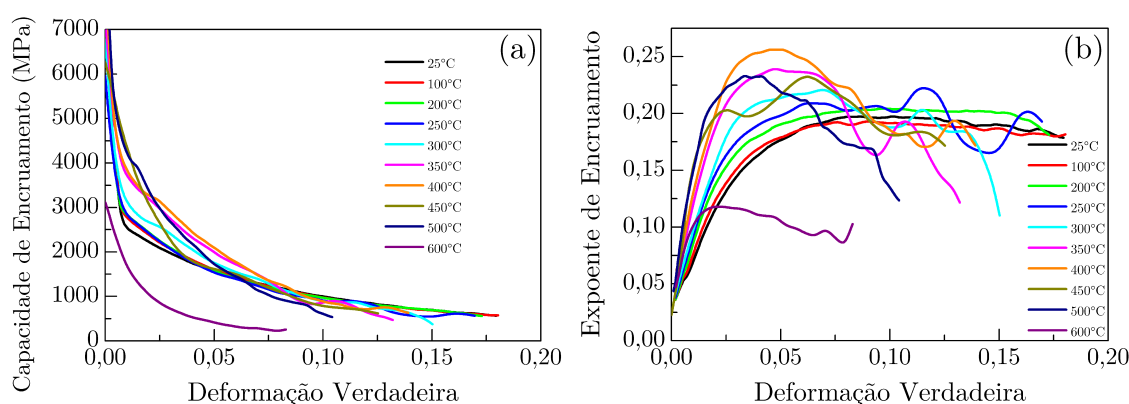
Figura 36 – Curvas de fluxo de um aço inoxidável ferrítico 430 testado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600°C com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



as temperaturas de 25 a 200°C, sendo que o valor do expoente instantâneo de 250°C foi similar até uma deformação de aproximadamente  $\epsilon=0,11$ . De 250 a 400°C, constatou-se um aumento no  $n_i$  com o aumento da temperatura de deformação ao longo de toda defor-

mação plástica, possivelmente devido ao envelhecimento dinâmico. Nas condições de 450 e 500°C, verificou-se uma diminuição no  $n_i$ , acompanhando a redução na intensidade do envelhecimento dinâmico. O expoente instantâneo apresentou uma instabilidade crescente com o aumento na deformação verdadeira nas amostras de 250 a 500°C, fato que se deve à intensidade e frequência das instabilidades do efeito PLC aumentarem com a deformação plástica. A capacidade de encruamento e o expoente instantâneo de encruamento observados na condição de 600°C foram consideravelmente menores que os observados nas outras temperaturas investigadas.

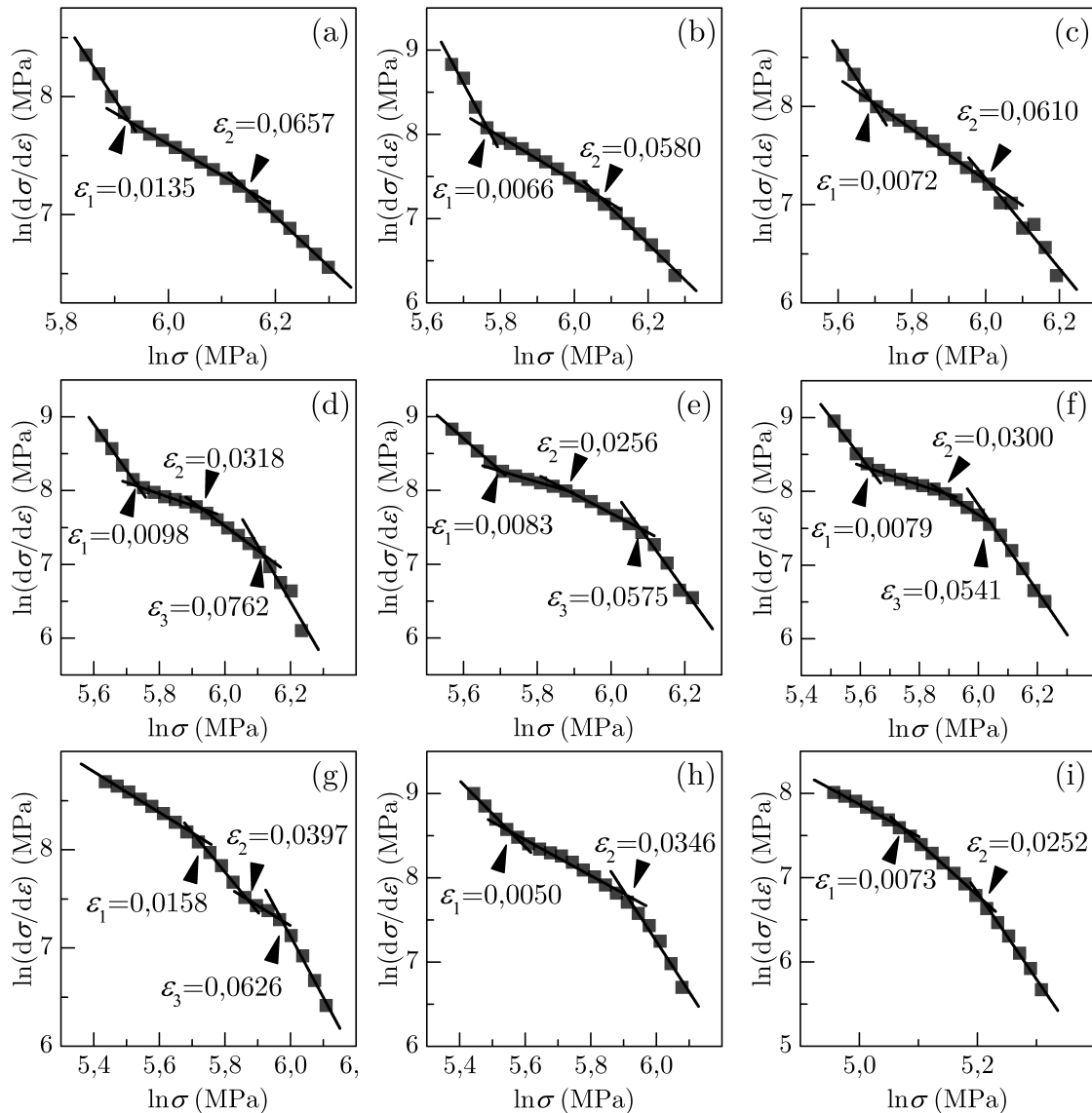
Figura 37 – Curvas da capacidade de encruamento (a) e do expoente instantâneo de encruamento (b) em função da deformação verdadeira de um aço inoxidável ferrítico 430 testado a 25, 100, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 e 600 °C com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$



Na [Figura 38](#), estão representados os gráficos de  $\ln(d\sigma/d\epsilon)$  em função de  $\ln\sigma$  que foram utilizados para a análise modificada de C-J. Os valores de deformação críticos que marcam a mudança das diferentes etapas de encruamento estão indicados por uma seta. Por meio da análise da inclinação das curvas de  $\ln(d\sigma/d\epsilon)$ , foram identificadas três etapas de encruamento nas condições de 25 a 250, 500 e 600°C. Nas amostras referentes às temperaturas de 300 a 450°C, foi constatada uma possível etapa extra de encruamento, o que é razoável, considerando-se que a intensidade do envelhecimento dinâmico é máxima nessa faixa de temperatura. De maneira geral, a primeira etapa de encruamento perdurou por baixos valores de deformação em todas condições estudadas ( $\epsilon \approx 0,01$ ); uma ou duas etapas foram identificadas até valores médios de deformação ( $\epsilon \approx 0,04-0,06$ ); uma etapa final de encruamento até o final da deformação verdadeira. O gráfico de  $\ln(d\sigma/d\epsilon)$  da condição de 100°C foi omitido pela sua grande semelhança com o constatado a 25°C, sendo a única diferença uma pequena alteração nos valores das deformações críticas para  $\epsilon_1=0,0073$  e  $\epsilon_2=0,0603$ .

As curvas de fluxo e de capacidade de encruamento em função da deformação verdadeira referentes às amostras deformadas de 25 a 600°C, bem como as etapas de encruamento definidas por meio da análise de C-J, estão representadas na [Figura 39](#). A primeira etapa de encruamento apresentou uma grande redução na capacidade de encruamento em baixos valores de deformação verdadeira em todas as condições investigadas.

Figura 38 – Curvas utilizadas para análise modificada de C-J em amostras testadas com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  e temperaturas de deformação de (a)  $25^{\circ}\text{C}$ , (b)  $200^{\circ}\text{C}$ , (c)  $250^{\circ}\text{C}$ , (d)  $300^{\circ}\text{C}$ , (e)  $350^{\circ}\text{C}$ , (f)  $400^{\circ}\text{C}$ , (g)  $450^{\circ}\text{C}$ , (h)  $500^{\circ}\text{C}$  e (i)  $600^{\circ}\text{C}$ .



Nas temperaturas de 25 a  $250^{\circ}\text{C}$ , a segunda etapa de encruamento apresentou um comportamento decrescente com uma menor taxa de decréscimo que a apresentada na primeira etapa de encruamento. Nas temperaturas de 300 a  $450^{\circ}\text{C}$ , a segunda e terceira etapas de encruamento apresentam um comportamento decrescente similar àquele observado nas outras temperaturas. Entretanto, a segunda etapa de encruamento nas temperaturas de 300 a  $400^{\circ}\text{C}$  apresentam um suave aumento na capacidade de encruamento, em relação a um comportamento que seria considerado puramente decrescente. A variação do comportamento de encruamento a  $450^{\circ}\text{C}$  é a mais distinta em relação às condições estudadas; uma grande diminuição na capacidade de encruamento é observado na segunda etapa de encruamento, similar à primeira etapa, e constatou-se uma capacidade de encruamento aproximadamente constante na terceira etapa de encruamento. A segunda etapa de encruamento constatada nas temperaturas de 500 e  $600^{\circ}\text{C}$  também apresentou uma

considerável diminuição na capacidade de encruamento, similar ao observado a 450°C e distinto da inflexão observada em temperaturas menores. A última etapa de encruamento exibiu, em todas as temperaturas estudadas, um comportamento decrescente com uma menor taxa de diminuição da capacidade de encruamento que as etapas de encruamento anteriores. Além disso, a última etapa de encruamento apresentou instabilidades na taxa de encruamento nas temperaturas referentes ao regime do envelhecimento dinâmico.

Na Figura 40, estão representadas individualmente as curvas de  $n_i$  e as etapas de encruamento em função da deformação verdadeira das amostras deformadas de 25 a 600°C. É evidente a semelhança no comportamento do  $n_i$  para as amostras deformadas de 25 a 250°C, as quais apresentaram uma primeira etapa de encruamento com um aumento linear a partir de cerca de  $n_i=0,03$ , uma segunda etapa de encruamento com um  $n_i$  crescente mas com uma taxa de aumento decrescente e uma terceira etapa com um valor constante de  $n_i$  de aproximadamente 0,20. É importante ressaltar que, embora tenha um comportamento similar, a terceira etapa observada a 250°C exibiu consideráveis flutuações devido à influência do envelhecimento dinâmico e do efeito PLC. Nas temperaturas de 300 a 400°C, a primeira etapa de encruamento também exibiu um crescimento linear de  $n_i$ , a segunda etapa de encruamento revelou um aumento aproximadamente linear até um máximo observado na terceira etapa de encruamento. O valor máximo de  $n_i$  foi observado nas temperaturas de 300 a 450°C foi aproximadamente constante, sendo que o valor observado a 400°C de  $n_i=0,25$  foi o maior valor do expoente instantâneo observado nas temperaturas estudadas. Além disso, a última etapa de encruamento observada de 300-450°C revelou um comportamento decrescente e com instabilidades provenientes do envelhecimento dinâmico. Na condição de 450°C, a primeira etapa de encruamento apresentou um considerável aumento, a segunda etapa exibiu um patamar de  $n_i$ , a terceira etapa indicou mais um crescimento de  $n_i$  até um máximo e a última etapa de encruamento apresentou um comportamento decrescente de  $n_i$ . Embora em escalas ligeiramente diferentes, as amostras deformadas a 500 e 600°C apresentaram comportamentos similares, com um aumento linear de  $n_i$  na primeira etapa de encruamento, um crescimento até um máximo na segunda etapa de encruamento e uma terceira etapa com um comportamento decrescente de  $n_i$ .

## 5.5 Caracterização da Superfície de Fratura

Na Figura 41, está representada a superfície de fratura de amostras deformadas de 25 a 600°C. Foram observadas superfícies de fratura com características de fratura dúctil, caracterizada pela presença de uma rede de *dimples* e vazios, em todas as temperaturas de deformação investigadas. Constatou-se um refinamento no tamanho dos *dimples* nas amostras deformadas a 400 e 450°C, seguido por um notável aumento no tamanho dos *dimples* a 600°C. A variação do tamanho dos *dimples* nessas temperaturas está em con-

Figura 39 – Curvas de fluxo, capacidade de encruamento e etapas de encruamento em função da deformação verdadeira de amostras testadas com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  e temperaturas de deformação de (a)  $25^{\circ}\text{C}$ , (b)  $100^{\circ}\text{C}$ , (c)  $200^{\circ}\text{C}$ , (d)  $250^{\circ}\text{C}$ , (e)  $300^{\circ}\text{C}$ , (f)  $350^{\circ}\text{C}$ , (g)  $400^{\circ}\text{C}$ , (h)  $450^{\circ}\text{C}$ , (i)  $500^{\circ}\text{C}$  e (j)  $600^{\circ}\text{C}$ . Todos os gráficos compartilham da mesma escala.

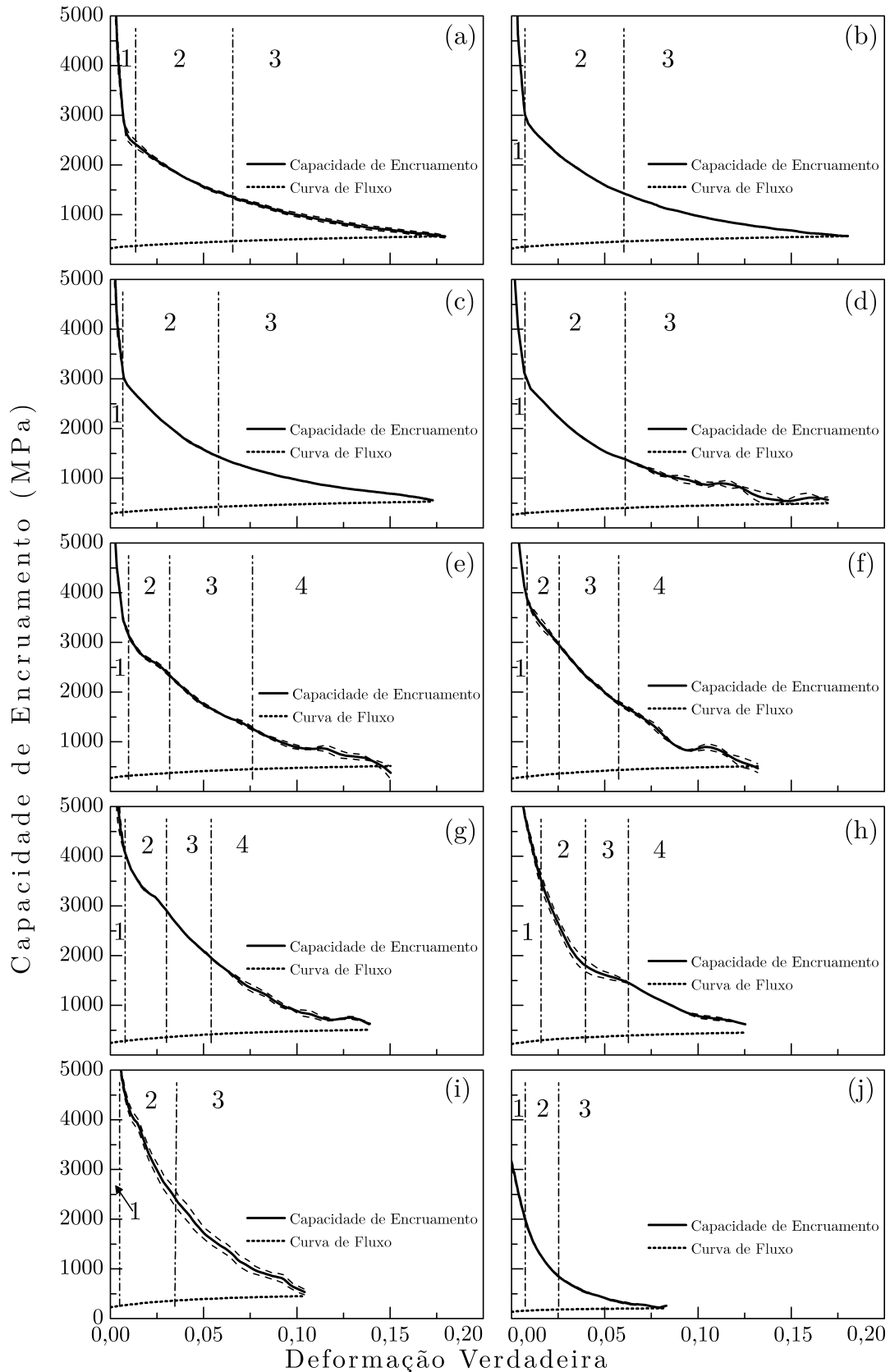
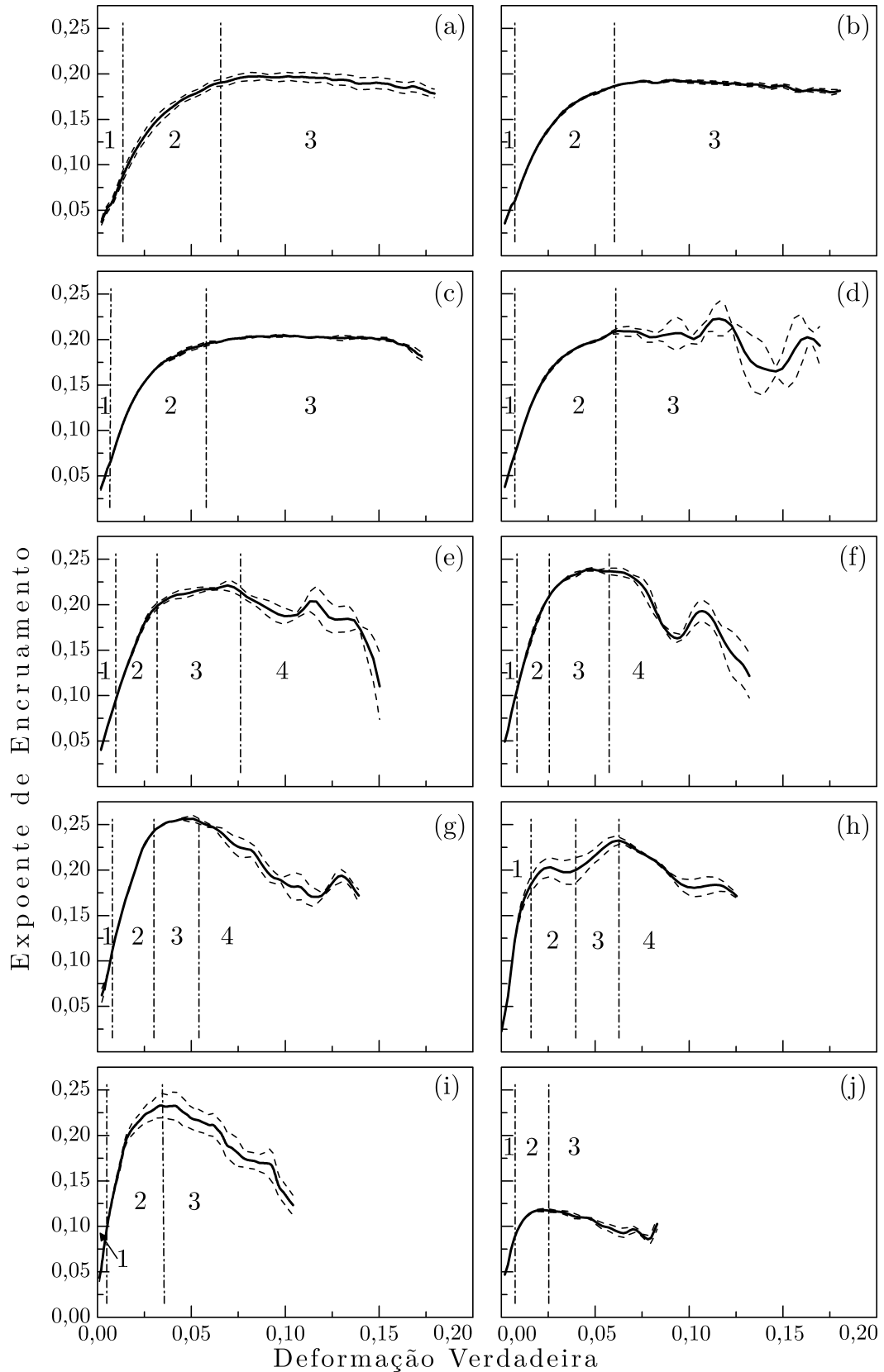
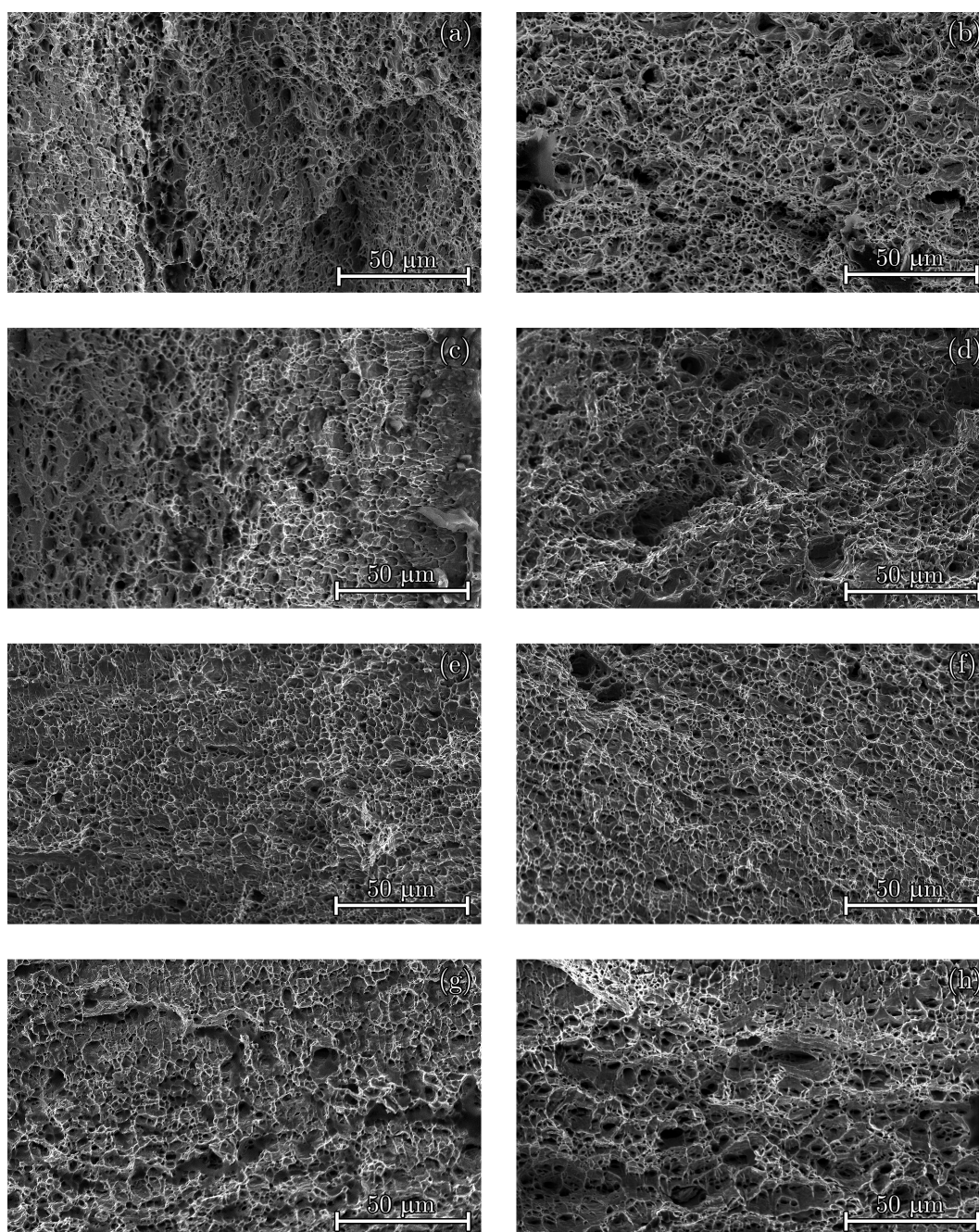


Figura 40 – Curvas do expoente instantâneo de encruamento,  $n_1$ , e etapas de encruamento em função da deformação verdadeira de amostras testadas com uma taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  e temperaturas de deformação de (a)  $25^\circ\text{C}$ , (b)  $100^\circ\text{C}$ , (c)  $200^\circ\text{C}$ , (d)  $250^\circ\text{C}$ , (e)  $300^\circ\text{C}$ , (f)  $350^\circ\text{C}$ , (g)  $400^\circ\text{C}$ , (h)  $450^\circ\text{C}$ , (i)  $500^\circ\text{C}$  e (j)  $600^\circ\text{C}$ . Todos os gráficos compartilham da mesma escala.



cordância com a variação da deformação não-uniforme (Figura 16). Considerando que a nucleação, crescimento e coalescimento de *dimples* ocorre durante o regime de deformação não-uniforme, é coerente que haja essa correlação entre o tamanho de *dimples* formados e a quantidade de deformação não-uniforme suportada.

Figura 41 – Análise da superfície de fratura das amostras deformadas a (a) 25°C, (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 350°C, (e) 400°C, (f) 450°C, (g) 500°C e (h) 600°C



## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 Caracterização Microestrutural

O aço inoxidável ferrítico 430 investigado apresentou, na condição como fornecido, uma microestrutura homogênea composta por grãos ferríticos equiaxiais com um tamanho de grão médio de  $9,0 \pm 0,4 \mu\text{m}$ , com uma dispersão pela matriz e contornos de grão de precipitados ricos em Cr do tipo  $M_{23}C_6$ ,  $M_3C$  ( $M=\text{Fe}$  e  $\text{Cr}$ ) e possivelmente carbonitreto de Fe e Cr. Além disso, o material apresentou picos bem definidos na análise de raios X e baixos valores de KAM no interior dos grãos da matriz ferrítica. Esse resultado está em conformidade com o que seria esperado de um aço dessa classe, na condição de laminado e recozido, na qual o recozimento foi suficiente para formação de grãos sem deformação e para rearranjar os defeitos cristalinos na estrutura (8, 9, 85).

### 6.2 Caracterização do Comportamento Mecânico

O limite de escoamento, limite de resistência e dureza do material como recebido são comparáveis aos valores esperados para um aço inoxidável ferrítico recozido (4). O aço inoxidável ferrítico 430 apresentou manifestações características do envelhecimento dinâmico (27), como o efeito PLC, máximos no limite de resistência e em  $n$ , bem como um mínimo no valor de deformação total em temperaturas de 250 a 500°C, semelhante às manifestações observadas em aços inoxidáveis ferríticos das classes AISI 403 (12), 9Cr1Mo (19, 52, 53), P91 (54), P92 (9, 65), Crofer 22 APU (86), ligas Fe5Cr e Fe14Cr (87). As curvas de tensão-deformação apresentadas na Figura 15 retratam a ocorrência do efeito PLC de 250 a 500°C, uma faixa de temperaturas similar à observada em outras investigações em aços inoxidáveis ferríticos (5, 48, 52) e superior à verificada em aços carbono (21, 32).

O limite de escoamento diminuiu moderadamente com o aumento da temperatura de deformação ao longo de toda a faixa de temperaturas estudada, tendo uma variação ligeiramente menor no regime do envelhecimento dinâmico, similar ao observado em aços carbono (5, 21, 32), aços inoxidáveis austeníticos (31, 49, 55) e aços inoxidáveis ferríticos (12, 86). Diferentemente do que foi constatado nesta dissertação, Choudhary *et al.* (9) e Verma *et al.* (52) observaram, em aços inoxidáveis ferríticos, um limite de escoamento aproximadamente constante de 25 a 450°C, com um suave aumento no regime do envelhecimento dinâmico (200-450°C) e uma evidente redução em temperaturas superiores a 450°C. Na faixa de temperaturas associada ao envelhecimento dinâmico, os fenômenos de aumento de resistência devido ao envelhecimento dinâmico e o amaciamento por efeito do aumento na temperatura são processos concorrentes, o que poderia levar a um limite de

escoamento aproximadamente constante (86).

Uma diminuição considerável no limite de resistência foi observada em temperaturas inferiores às aquelas associadas ao regime do envelhecimento dinâmico, seguido por um máximo em temperaturas intermediárias e uma grande diminuição em altas temperaturas. Esse comportamento também foi observado em aços inoxidáveis ferríticos (5, 12, 52), aços estruturais (32), *Dual Phase* (71) e Fe-Mn-Al-C (28). Em comparação com o estudo feito nessa dissertação, foi observado um aumento consideravelmente menor no limite de resistência no regime do envelhecimento dinâmico em aços inoxidáveis austeníticos (31, 49, 55). Foi observado também um máximo bem definido em  $n$  (Figura 17 (a)), bem como nos aços *Dual Phase* (71), aços inoxidáveis austeníticos 316 (88), 15Cr15Ni (89) e em um aço inoxidável ferrítico P91 (54) no regime do envelhecimento dinâmico. O baixo valor de  $n$  observado em toda faixa de temperaturas no aço investigado (0,10-0,20) é típico de materiais com estrutura cúbica de corpo centrado, a qual exibe facilidade para o escorregamento cruzado e ocasiona o empilhamento de deslocações (4). O aumento significativo em  $\sigma_R$  e  $\Delta\sigma$  é um indicativo de que o ancoramento das deslocações é efetivo e causa um aumento na densidade de deslocações do material durante o envelhecimento dinâmico (30), o que está de acordo com a variação de FWHM observada (Figura 23). A redução no limite de resistência a 600°C está relacionada a uma combinação de fenômenos de recuperação dinâmica (9).

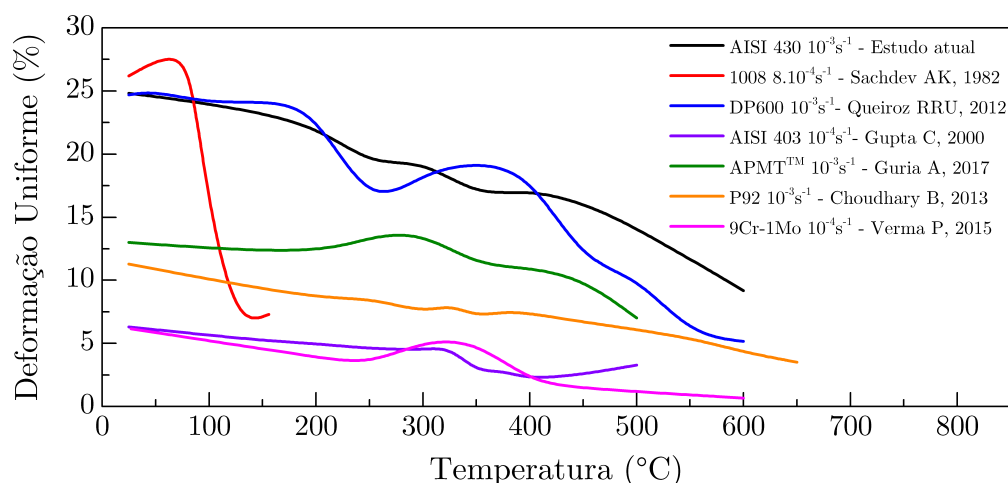
O comportamento mecânico em função da temperatura de deformação pode ser segmentado em três regimes, similar ao que foi realizado por Choudhary *et al.* (9, 53). O regime 1 (25 a 250°C) apresentou uma diminuição tênue no limite de resistência, o regime 2 (250 a 500°C) exibiu um aumento perceptível no limite de resistência e uma grande queda na resistência mecânica foi observada no regime 3 (>500°C). No regime 3, o amaciamento de alta temperatura tem forte influência sobre o comportamento mecânico, causando a grande diminuição na resistência mecânica observada (86). Embora um tênue aumento no limite de resistência e limite de escoamento tenha sido observado a 500°C, não foi considerada a ocorrência de uma nova etapa de envelhecimento dinâmico, ocasionada pela difusão de diferentes átomos de soluto, pois não foram observadas variações significativas em  $\Delta\sigma$ ,  $n$ ,  $K$ , nas curvas de tensão-deformação e na análise do comportamento de encruamento.

Foi observada uma sensibilidade negativa à taxa de deformação, observação característica de um material que apresenta o envelhecimento dinâmico (12, 27, 23, 49, 51, 52). Isso ocorre devido ao fato de ao se moverem com uma menor velocidade, as deslocações propiciam mais tempo para que os solutos se difundam e ancorem essas deslocações (51). A diminuição na ductilidade no regime do envelhecimento dinâmico pode estar associada ao fato dessa sensibilidade à taxa de deformação negativa favorecer a formação zonas de deformação localizada (12, 52).

Na Figura 42, estão representados os valores de deformação uniforme em função da

temperatura de deformação dos aços inoxidáveis ferríticos 430, APMT<sup>TM</sup> (51), P92 (9), 9Cr1Mo (52), de um aço inoxidável martensítico 403 (12), de um aço *Dual Phase* com 600 MPa de limite de resistência (90) e de um aço carbono 1008 (91). De forma geral, todos esses aços apresentaram um comportamento similar de deformação uniforme em função da temperatura; entretanto, o aço carbono (91) apresentou um aumento na deformação uniforme após o mínimo observado no regime do envelhecimento dinâmico. Guria *et al.*, Verma *et al.* (52), Gupta *et al.* (12) e Queiroz *et al.* observaram um aumento na deformação uniforme no regime do envelhecimento dinâmico, fato que foi apenas moderadamente observado a 300 e 450°C no aço investigado nesta dissertação. Queiroz *et al.* verificaram um evidente máximo local no valor de deformação uniforme na temperatura de aproximadamente 350°C, na qual a intensidade do envelhecimento dinâmico observado foi máxima, seguida por uma diminuição na deformação uniforme com o aumento na temperatura de deformação em um aço *Dual Phase* com limite de resistência de 600MPa. Brindley & Barnby (69) constataram um mínimo em deformação uniforme em um aço carbono no regime do envelhecimento dinâmico, comportamento similar ao constatado por Sachdev (91) que está representado na Figura 42. Gupta *et al.* (12) associou a diminuição de deformação uniforme observada no regime do envelhecimento dinâmico à predominância do endurecimento por taxa de deformação (“*strain rate hardening*”), contrariamente a um aumento de resistência associado à capacidade de encruamento.

Figura 42 – Deformação uniforme em função da temperatura dos aços inoxidáveis ferríticos 430, APMT<sup>TM</sup> (51), P92 (9), 9Cr1Mo (52), de um aço inoxidável martensítico 403 (12), de um aço *Dual Phase* (90) e de um aço carbono 1008 (91). Adaptado de Guria & Charit (51), Choudhary *et al.* (9), Verma *et al.* (52) Gupta *et al.* (12), Queiroz *et al.* (90) e Sachdev (91)



Contrariamente ao que foi observado por Calado *et al.* (32) em um aço estrutural com Mo e Nb, os ensaios de dureza de amostras tratadas por 30 minutos não indicaram um aumento de dureza devido à precipitação e ainda revelaram uma ligeira diminuição na dureza nas temperaturas de 500 e 600°C. O mapa de KAM (Figura 27 (b)) revelou a presença de alguns grãos com uma desorientação cristalina moderadamente maior em

relação à média, fato que pode estar relacionado à presença de defeitos cristalinos gerados no último passe de laminação de encruamento. Por consequência, esse suave decréscimo de dureza observado pelo tratamento de 30 minutos a 500 e 600°C pode estar relacionado à recuperação dos defeitos cristalinos gerados nessa etapa final do processamento do material. A possível ocorrência de precipitação na amostra tratada termicamente teria sido observada por meio de um aumento na dureza (92, 11). Entretanto, embora não tenham sido encontradas evidências de precipitação nas amostras tratadas termicamente por 30 minutos, é possível que a deformação e a aplicação de carga tenham agido como a força motriz para a formação desses precipitados em temperaturas intermediárias (86, 93), como foi observado na amostra deformada a 600°C (Figura 30 (b) e (d)). A notável diminuição na resistência à corrosão verificada na amostra deformada a 600°C, constatada pela corrosão excessiva observada por microscopia óptica (Figura 26 (b)) em relação à amostra como recebida, também é um indicativo de que a matriz ferrítica foi empobrecida em Cr devido à precipitação durante a deformação.

### 6.3 Evolução da Subestrutura de Deslocações

A análise por MET possibilitou a visualização do desenvolvimento da subestrutura de deslocações com o aumento da temperatura de deformação e a ocorrência do envelhecimento dinâmico. Foi observada a formação de uma subestrutura celular a 25 e 400°C e a formação de subgrãos a 600°C, o que está de acordo com a literatura (52, 59, 69, 53). A formação de um arranjo de deslocações retilíneas e paralelas foi observada a 400°C, em conjunto a formação da subestrutura celular. A formação de um arranjo similar de deslocações retilíneas também foi observada por Brindley & Barnby (69), onde os autores constataram uma subestrutura celular na amostra deformada a 20°C e a formação de uma subestrutura celular acompanhada com deslocações longas e retilíneas, sendo que a tendência da formação dessas deslocações retilíneas foi inicialmente observada de forma mais branda a 150°C, intensificando-se com o aumento da temperatura de deformação a 230 e 300°C. Esse padrão de deslocações longas e retilíneas foi observado inclusive após o desaparecimento do efeito PLC, a 300°C, um indício de que esse tipo de arranjo poderia não estar relacionado ao envelhecimento dinâmico. As observações de Brindley & Barnby (69) estão em concordância com os estudos de Caillard & Bonneville (87, 94) em ligas FeC, nos quais ele observou a tendência pela fixação de deslocações em sua orientação parafuso com uma morfologia retilínea e a imobilização das mesmas, tanto em no regime do envelhecimento dinâmico quanto em temperaturas acima do mesmo, sendo que essas deslocações passaram a se deslizar viscosamente em temperaturas superiores às associadas ao regime do envelhecimento dinâmico. A formação dessas deslocações com uma orientação totalmente parafuso ocorre por meio da movimentação de deslocações mistas, nas quais a porção parafuso fica imobilizada. Caillard (87, 94) associou essa fixação do seg-

mento de parafuso das deslocções, a tendência pela formação de deslocções retilíneas e o escorregamento viscoso em altas temperaturas à forte interação do C com as deslocções parafuso. Por meio da teoria do funcional da densidade, Ventelon *et al.* (95) obtiveram elevados valores para a energia de interação de átomos de C com a componente parafuso de deslocções; esse alto valor de energia de interação estaria associado à estabilização da configuração do núcleo deslocção parafuso em uma configuração de baixa energia. Baird & MacKenzie (59) observaram a formação de uma subestrutura celular com arranjos lineares de deslocções em uma amostra de Fe-N deformada em 20% a 225°C, sobre a qual os autores sugeriram a possibilidade de as deslocções ancoradas terem sua mobilidade por escorregamento cruzado e escalada restringidas. Similarmente, Verma *et al.* (52) relataram a formação de uma subestrutura celular com a formação de deslocções retilíneas em um aço inoxidável ferrítico a 400°C, uma temperatura na qual o efeito PLC não foi observado. Segundo Caillard (87), as ligas FeCrC não deveriam apresentar a fixação do segmento parafuso das deslocções e o escorregamento viscoso dessas deslocções em temperaturas acima do regime do envelhecimento dinâmico, e que essa diferença observada na morfologia das deslocções seria um indicativo de que o C não tem o mesmo papel nos aços carbono e nas ligas FeCrC, sendo outro mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico nas ligas FeCrC. Portanto, uma análise sob a luz das evidências trazidas por Caillard (87) não explica satisfatoriamente a formação desse arranjo retilíneo e paralelo de deslocções na investigação de Verma *et al.* (52) e na atual dissertação. Segundo Yazawa *et al.*, a presença de Cr na estrutura cúbica de corpo centrado pode restringir o deslizamento em alguns planos de escorregamento e causar uma tendência do escorregamento das deslocções ocorrer em certos planos. É possível que o conjunto das restrições causadas pelo Cr e pela interação dos átomos de soluto ocasionem a formação desse arranjo de deslocções retas e paralelas que foi observado a 400°C.

Uma subestrutura com arranjos planares e linhas de escorregamento definidas foi observada em aços inoxidáveis ferríticos sob fadiga de baixo ciclo em temperaturas associadas ao envelhecimento dinâmico (1, 5), estando relacionadas com uma redução da mobilidade das deslocções em razão do envelhecimento dinâmico. Embora com outras características, a formação de arranjos planares no regime do envelhecimento dinâmico também foi observada em aços inoxidáveis austeníticos (18, 20, 31, 96); entretanto, alguns estudos também relataram a formação de uma subestrutura puramente celular sem arranjos planares, o que pode estar conectado a um aumento da energia de falha de empilhamento do material devido ao envelhecimento dinâmico (49).

Na literatura, há algumas hipóteses para a explicação da ocorrência de subestruturas com aspectos planares: Hong & Lee (18) sugeriram que o envelhecimento dinâmico restringe o escorregamento cruzado de deslocções parafuso, intensificando o escorregamento planar e reduzindo a recuperação dinâmica; Gao *et al.* (97) propuseram que esse arranjo pode estar relacionado ao fato de que, em baixos valores de deformação, uma

maior quantidade de deslocações pode ter sido gerada em planos específicos favorecidos pela condição de carregamento; Yu *et al.* (42) indicaram que o modo de deformação no regime do envelhecimento dinâmico pode ser predominantemente o escorregamento planar; os autores sugerem que a interação dos solutos com as deslocações inibe o escorregamento cruzado e a escalada, dificultando a formação de células e subgrãos e favorecendo a formação de uma estrutura planar (96); as atmosferas de solutos restringem o escorregamento cruzado e a escalada de deslocações, favorecendo assim o deslizamento planar e o aumento das tensões (98); a interação entre soluto e deslocações restringe a ocorrência de escorregamento cruzado e aumenta a planaridade do deslizamento das deslocações (55); a presença de arranjos lineares e paralelos de deslocações parafuso é evidência da influência da segregação de soluto sobre a capacidade de deslocações parafuso efetuarem escorregamento cruzado (99); Esse comportamento tem sido associado à restrição do escorregamento cruzado de deslocações devido à interação dos átomos de soluto com as deslocações durante o envelhecimento dinâmico e o escorregamento preferencial de deslocações em certos planos; a interação soluto-deslocação pode diminuir a mobilidade das deslocações em certos planos e restringir a capacidade das deslocações de realizar o escorregamento cruzado, levando à ocorrência do deslizamento planar (20). Uma abordagem diferente para o deslizamento preferencial de planos e a possível formação de arranjos planares pode ser interpretada por meio das constatações de Aboufadi *et al.* (34), que sugeriram a formação de zonas empobrecidas em soluto e um amaciamento local devido à interação de uma deslocação em movimento sob um processo de difusão “*cross-core*”, possivelmente causando um deslizamento planar e reduzindo ainda mais a sensibilidade à taxa de deformação.

De maneira geral, tanto na literatura de aços ferríticos como na de austeníticos, a formação de um arranjo planar de deslocações é comumente associada ao fato de as interações entre os átomos de soluto com as deslocações restringirem o escorregamento cruzado e causarem uma diminuição na mobilidade das deslocações parafuso, levando à geração de novas deslocações, para que o material possa suportar a taxa de deformação imposta e redução na recuperação dinâmica. Os aços inoxidáveis austeníticos possuem uma menor energia de falha de empilhamento e tem a mobilidade de suas deslocações reduzida pela formação de deslocações parciais (20). Em contrapartida, os aços inoxidáveis ferríticos apresentam uma alta energia de falha de empilhamento e não tem a mobilidade de suas deslocações restringida pela formação de parciais. Ambas as classes de aço tem o escorregamento cruzado restringido pela ocorrência do envelhecimento dinâmico; entretanto, essa restrição é mais intensa nos aços austeníticos devido à acumulação de restrições ao escorregamento de deslocações, o que fica evidente na concentração das deslocações nos planos de deslizamento mais ativos e na planaridade das subestruturas de deslocações formadas. Nos aços inoxidáveis ferríticos, a restrição do escorregamento cruzado leva à formação de arranjos lineares, mas não é suficiente para evitar a formação de uma subestrutura celu-

lar, como observado na [Figura 29](#). Uma grande quantidade de deslocações está no mesmo plano de deslizamento em uma subestrutura de deslocações planar [\(31\)](#) e a interação de várias deslocações em um mesmo plano de deslizamento pode dificultar a mobilidade das deslocações [\(58\)](#), o que é condizente com a ocorrência dos arranjos planares no regime do envelhecimento dinâmico e que poderia levar à uma redução ainda maior da mobilidade das deslocações.

O desenvolvimento de uma subestrutura com emaranhados e paredes de deslocações para uma subestrutura celular com o aumento da deformação plástica foi relatado por Samuel *et al.* [\(100\)](#), o que é notavelmente similar ao observado a 25°C [\(Figura 28\)](#) e 400°C [\(Figura 29\)](#), onde foi possível observar regiões em diferentes etapas da formação de uma subestrutura de deslocações. De forma similar, Keh *et al.* [\(40\)](#) constataram a formação de uma estrutura celular mais bem definida e com maior densidade de deslocações em uma amostra de aço carbono deformado no regime do envelhecimento dinâmico do que em uma amostra deformada na temperatura ambiente. Baird & MacKenzie [\(59\)](#) também identificaram regiões com distintas subestruturas de deslocações em amostras de Fe-Mn-N deformadas de 25 a 450°C, além de terem constatado também o aumento da densidade de deslocações com o aumento da temperatura. Um aumento na densidade de deslocações das paredes celulares foi observado no regime do envelhecimento dinâmico a 400°C [\(Figura 29 \(d\)\)](#), bem como verificado também em um aço inoxidável ferrítico 9Cr1Mo [\(52\)](#). Similar às observações do desenvolvimento da densidade de deslocações feitas por MET e DRX nesta dissertação, Verma *et al.* [\(52\)](#) relataram uma diminuição na densidade de deslocações com o aumento da temperatura de deformação, na faixa anterior ao envelhecimento dinâmico; Roy *et al.* [\(54\)](#) relataram um máximo na densidade de deslocações devido ao envelhecimento dinâmico em uma temperatura de 400°C. O envelhecimento dificulta o rearranjo de deslocações na subestrutura de deslocações [\(67\)](#) e em conjunto com a maior multiplicação de deslocações leva ao surgimento da maior densidade de deslocações constatada por DRX e MET.

Na amostra deformada a 600°C foram observados subgrãos em oposição a uma subestrutura celular, indicando a predominância da recuperação dinâmica nesta temperatura [\(Figura 30 \(a\) e \(c\)\)](#). Essa observação está de acordo com o que foi argumentado por Choudhary *et al.* [\(53\)](#), os quais ainda relataram uma diminuição na densidade de deslocações e aumento no tamanho da subestrutura de deslocações com o aumento na temperatura de deformação. A formação de uma subestrutura recuperada com subgrãos equiaxiais em uma temperatura de 600°C foi relatada tanto em aços inoxidáveis ferríticos [\(97\)](#), como em aços inoxidáveis austeníticos [\(18, 101\)](#). Não foi constatada a ocorrência de recristalização dinâmica nas amostras deformadas a 600°C, considerando que essa é uma temperatura consideravelmente baixa para ocorrência de recristalização dinâmica [\(97\)](#); a não ocorrência de recristalização dinâmica foi constatada pela ausência de pequenos grãos recristalizados na análise por microscopia óptica [\(Figura 26 \(a\)\)](#) e pela ausência de

um máximo em tensão seguido por deformação por fluência no ensaio de tração (102). O processo da formação dessa subestrutura com subgrãos foi possivelmente controlado por processos de recuperação dinâmica, ocorrendo por meio do escorregamento e rotação de subgrãos (97).

De maneira similar à precipitação observada a 600°C nesta dissertação (Figura 30 (b) e (d)), outros trabalhos na literatura também relatam a formação de finos precipitados nas deslocações e contornos de grão no regime do envelhecimento dinâmico e em altas temperaturas (49, 69, 82). Segundo a literatura, a formação de carbonetos em ligas Fe-Cr pode ocorrer na extensa faixa de 315 a 925°C (82), sendo que nas temperaturas investigadas, seria esperada a formação de fases intermetálicas como  $\alpha'$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $M_{23}(C,N)_6$ ,  $M_7C_3$  e nitretos de Cr (13, 103). A formação dessas fases intermetálicas é principalmente esperada em uma faixa de temperaturas de 370 a 480°C, sendo responsável pelo fenômeno de fragilização a 475°C (13). A 480°C, o Cr em um aço inoxidável ferrítico 430 tem mobilidade suficiente para iniciar a precipitação de carbonetos (103), o que corrobora a formação de uma segunda fase intermetálica a 600°C e até mesmo em temperaturas inferiores a essa.

Embora não tenham sido observadas evidências diretas da ocorrência desse fenômeno na atual dissertação, é importante ressaltar que há uma lacuna de miscibilidade no sistema Fe-Cr abaixo de 550°C, na qual as soluções de Fe-Cr podem se decompor em uma fase  $\alpha'$  rica em Cr e uma matriz rica em Fe. Essa decomposição causa uma notável fragilização (104) e a formação de precipitados  $\alpha'$  a 600°C pode ter sido a causa da diminuição na deformação uniforme observada nessa temperatura; *clusters* de  $\alpha'$  podem diminuir a mobilidade das deslocações e fragilizar o material (92). Alternativamente, a notável diminuição na resistência mecânica a 600°C pode estar relacionada à nucleação e coalescimento de carbonetos que passam a não funcionar como obstáculos para a movimentação das deslocações e causam um amaciamento (1). Roy *et al.* (54) observaram o coalescimento de precipitados em temperaturas de 550°C, o que é outra observação que corrobora o possível efeito do coalescimento dos precipitados.

## 6.4 Análise do Comportamento de Encruamento

Um comportamento de encruamento com três a quatro etapas foi determinado de 25 a 600°C em um aço inoxidável ferrítico 430, sendo que quatro etapas de encruamento foram observadas no regime do envelhecimento dinâmico (300-450°C); essa etapa extra está possivelmente associada ao comportamento anômalo de encruamento no regime do envelhecimento dinâmico (67), o qual apresenta uma alta capacidade de encruamento devido à elevada taxa de produção de deslocações e/ou uma baixa taxa de recuperação dinâmica (59). As três análises utilizadas contribuíram satisfatoriamente para a definição e análise do comportamento de encruamento: a análise de C-J auxiliou na visualização da última etapa de encruamento em todas as temperaturas e na distinção da etapa extra

no regime do envelhecimento dinâmico; a análise da capacidade de encruamento revelou com eficácia a primeira etapa de encruamento, que apresenta uma perceptível diminuição na capacidade de encruamento e revelou uma forte semelhança da capacidade de encruamento de 25 a 500°C; o comportamento do  $n_i$  corroborou a análise de C-J e auxiliou na identificação da última etapa de encruamento e permitiu uma melhor compreensão da evolução de  $n$  com a temperatura.

A distinção entre a segunda e terceira etapas de encruamento não é sempre evidente por meio da análise da curva de capacidade de encruamento (67, 100), demonstrando a importância do uso de outras análises para a determinação com uma diferenciação mais precisa das etapas de encruamento (105). Na literatura, um comportamento de encruamento de duas etapas foi associado aos aços inoxidáveis ferríticos 430 (4), 9Cr1Mo (53) e P92 (10, 65), por meio de análises utilizando os modelos de Hollomon e Voce. De forma geral, esses estudos identificaram uma primeira etapa de encruamento em baixos valores de deformação, que está associada à uma grande redução na capacidade de encruamento e a um baixo valor de  $n$ , e uma segunda etapa de encruamento com uma capacidade de encruamento mais constante e um maior valor de  $n$ . Nesta dissertação, as análises de C-J e de  $n_i$  auxiliaram na determinação de etapas que poderiam não ser identificadas caso tivesse sido analisada somente a curva de capacidade de encruamento. Durante o regime do envelhecimento dinâmico, uma ligeira variação na inclinação da curva utilizada para análise modificada de C-J (Figura 38) levou à identificação de uma etapa extra de encruamento. Essa etapa extra foi definida com base em uma variação tênue nas temperaturas de 300 a 400°C; entretanto, a análise das amostras deformadas a 450°C ((Figura 38 (g)) revelou uma evidente etapa de encruamento extra.

Um máximo na capacidade de encruamento em função da temperatura de deformação é uma manifestação associada ao envelhecimento dinâmico (21, 27, 89). Na investigação feita nesta dissertação, esse máximo foi observado no parâmetro de aumento de resistência total (Figura 16 (a)),  $n$  e  $K$  (Figura 17), e  $n_i$  (Figura 37 (b)); entretanto, um máximo não é evidente nas curvas de capacidade de encruamento em função da deformação verdadeira (Figura 37 (a)).

Foi observada uma variação considerável do  $n_i$  com o aumento da deformação plástica (Figura 37 (b)) em toda faixa de temperaturas estudada, o que é um indicativo de que, bem como com outros materiais (37, 88), o modelo de Hollomon não descreve adequadamente o comportamento mecânico do aço inoxidável ferrítico 430 para todos os valores de deformação plástica. Os modelos de Voce e Ludwigson são alternativas interessantes para representação do comportamento mecânico de baixas a altas temperaturas de deformação (37, 65). Embora o modelo de Hollomon com apenas um  $n$  e  $K$  não seja o mais adequado para a descrição do comportamento de encruamento, outros pesquisadores associaram dois expoentes de encruamento e coeficientes de resistência como forma de incluir a variação desses parâmetros durante a deformação plástica, representando de

maneira mais fidedigna o encruamento de um aço inoxidável ferrítico 430 (4).

Em baixas temperaturas de deformação, o escorregamento de deslocações é o principal mecanismo de deformação em um material com alta energia de falha de empilhamento (106) e grãos grosseiros (4) como o aço inoxidável ferrítico 430 utilizado neste estudo. O escorregamento cruzado de deslocações é o mecanismo de deformação dominante em temperaturas de deformação baixas e intermediárias (65); entretanto, a difusão de átomos de soluto para deslocações restringe o escorregamento cruzado no regime do envelhecimento dinâmico (99). A deformação do aço inoxidável ferrítico 430 a 600°C é predominantemente controlada por uma recuperação dinâmica possibilitada por processos termicamente ativados, como escalada de deslocações (67, 107), escorregamento cruzado de deslocações (9, 107) e pela migração de subcontornos (65). A amplificação na aniquilação de deslocações a 600°C pode levar a um equilíbrio com a multiplicação de deslocações, gerando uma estabilidade na densidade e no arranjo de deslocações (65), ou até mesmo a uma diminuição na densidade de deslocações com o decorrer da recuperação dinâmica (38). O processo de escalada é consideravelmente mais rápido a 600°C do que a 500°C e possivelmente é o responsável pela movimentação de deslocações e recuperação de circuito de deslocações nessa temperatura (87). A intensificação do processo de escalada de deslocações em conjunto com a precipitação de uma segunda fase pode explicar a grande diminuição nas propriedades mecânicas e o aumento na recuperação dinâmica a 600°C.

Uma primeira etapa de encruamento em baixos valores de deformação ( $\epsilon < 0,5-1,4\%$ ) foi observada em todas as temperaturas de deformação investigadas, sendo caracterizada por uma notável redução na capacidade de encruamento e um brando aumento em  $n_i$  de  $\approx 0,05$  a  $\approx 0,1$ . Essa etapa é observada na maioria dos materiais (10, 42, 53, 65, 100, 105, 106, 102), independente da sua energia de falha de empilhamento (106), e também é denominada como etapa transiente por alguns autores (10, 53, 65, 100). Nessa etapa de encruamento, a multiplicação e interação das deslocações formadas durante o tratamento térmico e durante a deformação plástica são responsáveis por um rápido aumento nas tensões (105, 102), que causa um aumento na velocidade e densidade de deslocações (100). O mecanismo de deformação responsável por essa etapa de encruamento é possivelmente o escorregamento cruzado (66, 100), que é viabilizado em baixos valores de deformação no aço inoxidável ferrítico devido a sua alta energia de falha de empilhamento, e/ou a ocorrência de escorregamento planar na maioria dos grãos (67).

Uma segunda etapa de encruamento em valores intermediários de deformação foi observada em temperaturas de 25 a 250°C ( $1\% < \epsilon < 6\%$ ) e em 500 e 600°C ( $0,5\% < \epsilon < 3\%$ ). De 300 a 450°C foram observadas duas etapas de encruamento em uma faixa de deformação verdadeira similar à associada à segunda etapa de encruamento de 25 a 250°C ( $1\% < \epsilon < 6\%$ ). De 25 a 250°, a segunda etapa de encruamento apresentou uma capacidade de encruamento decrescente, enquanto  $n_i$  aumentou de  $\approx 0,05$  até um máximo de  $\approx 0,2$ . Tanto os valores como a forma das curvas de capacidade de encruamento e  $n_i$  apresen-

taram uma notável semelhança nessa faixa de temperatura, indício de que os mesmos mecanismos de deformação são responsáveis por essa etapa de encruamento nessa faixa de temperatura. De 300 a 400°C, a segunda etapa de encruamento apresentou uma moderada diminuição na capacidade de encruamento e um aumento até um máximo de  $n_i$ ; a terceira etapa de encruamento também apresentou uma diminuição moderada na capacidade de encruamento, mas apresentou aproximadamente um patamar de  $n_i \approx 0,22$ . A 450°C, a segunda etapa de encruamento apresentou um comportamento decrescente de capacidade de encruamento e um máximo local em  $n_i \approx 0,20$ ; a terceira etapa de encruamento apresentou aproximadamente um patamar em capacidade de encruamento e um aumento até um máximo de  $n_i \approx 0,23$ . Embora com uma considerável diferença nos valores, a capacidade de encruamento e  $n_i$  na segunda etapa de encruamento de 500 para 600°C, ambas apresentaram um comportamento similar de uma capacidade de encruamento decrescente e um  $n_i$  que aumentou até um máximo. O aumento observado em  $n$  no regime do envelhecimento dinâmico pode ser atribuído ao aumento dos valores de  $n_i$  na segunda e terceira etapa de encruamento de 300 a 450°C, evidência de que a influência do envelhecimento dinâmico sobre o encruamento é maior em valores de deformação intermediários e diminui após uma certa quantidade de deformação plástica, com o início da última etapa de encruamento.

Na segunda etapa de encruamento de 25 a 250°C, o menor decréscimo na capacidade de encruamento está associado a um maior equilíbrio entre a geração e aniquilação de deslocações (66); nessa etapa o escorregamento cruzado e o escorregamento múltiplo são os principais mecanismos de deformação e promovem a formação de emaranhados, paredes e células de deslocações (67, 100, 108). O armazenamento de deslocações e o resultante aumento na densidade de deslocações é uma característica dessa segunda etapa de encruamento (100). O escorregamento cruzado e o escorregamento múltiplo possivelmente permanecem como os principais mecanismos de deformação na segunda e terceira etapa de encruamento de 300 a 450°C (67, 100). Entretanto, o envelhecimento dinâmico dificulta a ocorrência de escorregamento cruzado de deslocações, diminuindo a recuperação dinâmica, aumentando a geração de novas deslocações e intensificando o encruamento (67). A etapa extra de encruamento observada de 300 a 450°C está possivelmente associada a modificações na interação entre solutos e deslocações por consequência do envelhecimento dinâmico; essa mudança é evidente a 450°C, temperatura na qual houve a mudança do efeito PLC “inverso” para o efeito PLC normal em um valor de  $\epsilon = 0,037 \pm 0,003$ , valor consideravelmente similar ao da deformação crítica  $\epsilon_2 = 0,040$  que delimitou o fim da segunda etapa de encruamento nessa temperatura. O efeito PLC normal é controlado pela difusividade dos átomos do soluto, enquanto o efeito PLC “inverso” é controlado pela plasticidade do material (109); portanto, essa alteração no efeito PLC provavelmente está relacionada à terceira etapa de encruamento observada a 450°C. A terceira etapa de encruamento a 450°C é caracterizada ainda por um segundo máximo local em  $n_i$  e

um patamar na capacidade de encruamento, uma evidência de que o ancoramento das deslocações é mais eficaz no efeito PLC normal do que no efeito PLC “inverso”. Essa hipótese é reforçada pela não ocorrência de um segundo máximo local em  $n_i$  a 500°C, temperatura na qual só se observou o efeito PLC “inverso”. A 500°C a intensidade do envelhecimento dinâmico é notavelmente menor e o aumento na temperatura favorece o escorregamento cruzado (9), levando a menores valores de tensão e a um menor valor de  $n_i$  nessa segunda etapa de encruamento. Na segunda etapa de encruamento a 600°C, a multiplicação e interação de deslocações é responsável pelo aumento de tensão (102), sendo o escorregamento cruzado e a escalada os principais mecanismos de deformação (9, 67, 100). A multiplicação e interação de deslocações predomina até a densidade de deslocações atingir um quantidade crítica, ponto a partir do qual se inicia a recuperação dinâmica na próxima etapa de encruamento (102), proposição que é corroborada pelo máximo em  $n_i$  nessa segunda etapa de encruamento.

O início de uma última etapa de encruamento em deformações de aproximadamente  $0,5e_u$  foi observado em todas as temperaturas investigadas, sendo denominada etapa 3 para temperaturas de 25 a 250, 500 e 600°C e como etapa 4 para temperaturas de 300 a 450°C. Essa etapa é caracterizada por um  $n_i$  aproximadamente constante de 25 a 250°C e decrescente de 300 a 600°C, bem como uma capacidade de encruamento moderadamente decrescente em todas as temperaturas investigadas, similar à última etapa observada em outros aços (42, 67) e associada a processos de recuperação. Essa etapa de encruamento marca o início da recuperação dinâmica (67, 100, 106, 110), na qual a taxa de aniquilação de deslocações é maior do que a taxa da multiplicação de deslocações (106). Em temperaturas baixas e intermediárias (25-500°C), predomina o escorregamento cruzado facilitado de deslocações e a formação de uma subestrutura de deslocações celular (9, 67, 100); enquanto em altas temperaturas (>500°C), os principais fenômenos envolvidos são a escalada de deslocações (9, 67, 100), a formação de uma subestrutura de células ou subgrãos (67) e a possível ocorrência de recristalização dinâmica (110). O aumento na recuperação dinâmica nessa etapa com o aumento da temperatura de deformação está relacionado ao favorecimento do escorregamento cruzado (9). A tensão no início dessa etapa de 25 a 500°C é aproximadamente constante, indicando que o início dessa etapa pode ser atérmico para essa faixa de temperaturas (100). As oscilações na curva da capacidade de encruamento e  $n_i$  em temperaturas intermediárias estão possivelmente associadas ao envelhecimento dinâmico (106).

## 6.5 Influência do Envelhecimento Dinâmico na Superfície de Fratura

O aço inoxidável ferrítico apresentou uma fratura dúctil em todas as temperaturas investigadas (Figura 41); o desenvolvimento de uma fratura dúctil com dimples mais

superficiais, uma rede de dimples refinada e morfologia plana foi observada no regime do envelhecimento dinâmico no aço inoxidável ferrítico 430, bem como em outros aços na literatura: 20MnMoNi55 (64), C-MN (111), inoxidável ferrítico 9Cr1Mo (52), P91 (54), 403 (112) e ODS 14Cr (113).

O refinamento da rede de dimples durante o envelhecimento dinâmico está relacionado ao aumento do número de sítios para nucleação (4); essa observação pode ser considerada como uma indicação de uma menor resistência à propagação de uma fratura dúctil, causando uma fratura prematura com dimples rasos, devido à deformação insuficiente para o crescimento e coalescimento de vazios (64). Além disso, a diminuição na ductilidade durante o envelhecimento dinâmico pode estar associada à presença de instabilidades plásticas geradas pelo envelhecimento dinâmico durante a formação da fratura (112).

Foi observado um aumento no tamanho dos dimples a 600°C, bem como no aço inoxidável ferrítico P91 (54), 9Cr1Mo (52) e em um aço de baixa liga 20MnMoNi55 (64). O aumento no tamanho dos dimples a 600°C é uma indicação de uma diminuição no número de sítios para nucleação de microvazios e da dominância do processo de crescimento de vazios nessa temperatura (9). A formação de dimples notavelmente maiores em altas temperaturas de deformação, como observado na Figura 41 (f), pode ser associado à formação de um vazio devido a presença de inclusões (111).

## 6.6 Efeito Portevin–Le Chatelier

O desenvolvimento dos serrilhados do efeito PLC com a temperatura de deformação puderam ser satisfatoriamente classificados (Figura 18) segundo as diretrizes fornecidas na literatura (27), sendo similar ao desenvolvimento do efeito PLC observado em outros aços na literatura (28, 19), nos quais se observou uma evolução de serrilhados do tipo A, para A+B e C com o aumento da temperatura de deformação. Em concordância com outros estudos, foi observado um aumento na intensidade e frequência dos serrilhados com o aumento de deformação plástica e temperatura (50, 31, 114, 115); foi verificado um aumento linear da intensidade dos serrilhados do efeito PLC normal com o aumento da temperatura de deformação (38), o que está em conformidade com a movimentação das deslocações durante as quedas de tensão do efeito PLC normal ser um fenômeno termicamente ativado (25).

Considerando que a amplitude dos serrilhados reflete a intensidade das avalanches de deslocações que ocorrem durante a deformação (24, 87), a intensidade das avalanches aumentou com o aumento na temperatura de deformação e com o aumento na deformação plástica, sendo que a 450°C, foram observadas as avalanches mais acentuadas dentre as condições estudadas. A variação na amplitude dos serrilhados com o aumento da temperatura reflete na intensificação do ancoramento realizado pelas atmosferas de solutos ao

redor das deslocações (9); esse aumento na efetividade do ancoramento das atmosferas está relacionado ao aumento da difusividade dos átomos de soluto com o aumento da temperatura de deformação (58).

A análise de uma deformação crítica para o início dos serrilhados não foi realizada, pois o início do efeito PLC nas temperaturas de 300 a 450°C ocorreu concomitantemente com o início da deformação plástica, similar ao observado por Guria *et al.* (50) em um aço ferrítico APMT<sup>TM</sup>, dificultando a determinação de uma deformação crítica para o início dos serrilhados. Segundo Dierke *et al.*, os serrilhados do tipo A podem ocorrer com uma entalpia reduzida do envelhecimento dinâmico, o que explica a sua ocorrência logo após o escoamento, em baixos valores de deformação plástica (24).

As instabilidade do efeito PLC normal (A e B) são consideradas instabilidades de ancoramento; esse tipo de instabilidades é controlado pela difusividade dos átomos de soluto e está fortemente relacionado à concentração de soluto no material (109, 114); o que está em concordância com observações da literatura (28, 116), onde observou-se uma relação direta entre a relação da concentração de Nb e C e a magnitude dos serrilhados do efeito PLC em uma liga Fe-Nb e em um aço Fe-Mn-Al-C, respectivamente. Em contrapartida, as instabilidades do efeito PLC “inverso” (C)<sub>c</sub> são consideradas de desancoramento e controladas pela plasticidade do material, sendo pouco afetadas pela concentração de soluto (109, 114). A transição do efeito PLC “inverso” para o normal foi observada nas amostras deformadas a 450°C (Figura 4) e essa mudança do mecanismo de controle do efeito PLC pode ter sido responsável pelo surgimento de uma etapa de encruamento extra nessa temperatura.

Os serrilhados do tipo C são considerados um efeito PLC “inverso”, por não seguirem o princípio do tempo de espera de uma deslocação em um obstáculo, ao necessitarem uma quantidade de deformação mínima para ocorrerem (24) e por refletirem um comportamento que não é esperado de um mecanismo normal termicamente ativado (109). Segundo Dierke *et al.* (24), os serrilhados do tipo C ocorrem com uma entalpia saturada, o que poderia explicar o fato de o serrilhado do tipo B, observado na deformação a 450°C, ter apresentado sua amplitude máxima por toda faixa de deformação após o desaparecimento dos serrilhados do tipo C.

Em temperaturas que seriam associadas a serrilhados do tipo C, Caillard (87) relatou um lento escorregamento de deslocações que não seriam capazes de suportar a taxa de deformação aplicada, levando à ocorrência de súbitos eventos céleres de escorregamento para acomodar a deformação (87). Essa descrição se encaixa na descrição dos serrilhados do tipo C e revela que o escorregamento das deslocações é lento no regime do PLC “inverso” e que as quedas de tensão estão associadas a eventos repentinos de escorregamento rápido. É plausível que o aumento de  $n_i$  e o patamar de capacidade de encruamento observado a 450°C, na terceira etapa de encruamento, esteja relacionado à alteração dos serrilhados do tipo B para tipo C e à transição de um regime de escorre-

gamento com velocidade alternada para um com ancoramento efetivo de deslocações, no qual a mobilidade das deslocações é mais restrita e há a necessidade de se produzir mais deslocações para acomodar a deformação.

Em altas temperaturas, as deslocações aresta e parafuso tem mobilidade suficiente para se moverem de forma homogênea e viscosa, supostamente um processo que é controlado pela difusão de grandes átomos de soluto (87). Além disso, a deformação crítica para o início dos serrilhados do tipo C aumenta com a temperatura de deformação, um indicativo de que esses eventos de desancoramento ocorrem após uma quantidade crítica de deslocações seja ancorada ou gerada (24). É plausível também que, devido à recuperação dinâmica, maior mobilidade das deslocações e viabilização da escalada de deslocações em altas temperaturas, não sejam ancoradas deslocações suficientes para a ocorrência de instabilidade plásticas, causando o desaparecimento do efeito PLC.

## 6.7 Aspectos Fenomenológicos do Envelhecimento Dinâmico

O envelhecimento dinâmico em ligas de Fe é comumente associado a uma alta concentração de átomos de soluto intersticiais, como o C, N e inclusive o H (2, 3, 117). Em uma liga na qual o C é responsável pelo envelhecimento dinâmico, o aumento na concentração de C leva a um aumento na intensidade do efeito PLC e na ocorrência do envelhecimento dinâmico em temperaturas menores (28). A difusão e a interação de C com as deslocações é atribuída ao envelhecimento dinâmico em diversas ligas FeC, FeCSi, FeCNi (87) e aços inoxidáveis ferríticos 9Cr1Mo (53), P91 (48), P92 (9), sendo inclusive confirmada por estudos de atrito interno (48).

A interação dos átomos intersticiais de soluto podem se dar de forma direta ou em pares de soluto intersticial-substitucional, como C-Mn e Mn-N (21, 5). A interação com átomos substitucionais e a formação de pares intersticial-substitucional diminui a mobilidade dos solutos intersticiais e pode deslocar o envelhecimento dinâmico para faixas de temperaturas superiores (21, 50). A afinidade do Cr pelo C pode aumentar a entalpia de ativação da difusão do C (56, 118), retardando a difusão de C (13) e reduzir a mobilidade das deslocações por meio da formação de um par C-Cr, devido à atração dos átomos de C em solução sólida pelos átomos de Cr (119), conseqüentemente deslocando a faixa de temperaturas associada ao envelhecimento dinâmico para temperaturas mais altas. No caso da formação de um par intersticial-substitucional com substitucionais como o Cr, Mg, Mo, Mn, Ti e Nb, a difusão dos pares pode ser responsável pelo envelhecimento dinâmico em uma faixa mais extensa de temperaturas (32, 117). Entretanto, átomos substitucionais que não tem grande interação com o C, como o Si e Ni, não tem grande influência sobre a faixa de temperaturas de ocorrência do envelhecimento dinâmico em ligas FeSiC e FeNiC (87).

A tendência pela formação de deslocações parafuso retilíneas foi associada à inte-

ração de C com o segmento parafuso das deslocções durante a deformação no regime do envelhecimento dinâmico (87). A observação de uma subestrutura com deslocções retílineas e paralelas a 400°C (Figura 29 (a) e (b)) pode ser evidência da interação do C com o segmento parafuso das deslocções durante a deformação no aço inoxidável ferrítico 430.

A faixa de temperaturas associada ao envelhecimento dinâmico em aços carbono, na qual o C é responsável pelo fenômeno, é de 100 a 200-250°C (21, 87), consideravelmente menor que a observada no atual estudo e em outras investigações de aços com uma maior concentração de átomos substitucionais (Tabela 1). A importância de solutos intersticiais diminui com o aumento da temperatura (51) devido ao aumento na taxa de difusão; a taxa de difusão de átomos intersticiais em temperaturas maiores que 300°C é muito alta para produzir uma atmosfera que consiga ancorar deslocções (120); entretanto, essa taxa de difusão pode possivelmente ser diminuída por meio da interação com átomos de soluto substitucionais e a formação de pares, como anteriormente citado.

O aumento na concentração de N em um aço inoxidável austenítico 316 (88, 121) e de C em um aço inoxidável ferrítico P92 causa uma diminuição na intensidade do envelhecimento dinâmico e na amplitude do efeito PLC, contrário ao que seria esperado em uma liga na qual solutos intersticiais são responsáveis pelo envelhecimento dinâmico (28, 109). Entretanto, para outros pesquisadores a difusão de N é apontada como o principal mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico em um aço inoxidável ferrítico 9Cr1Mo (52), o que mostra que ainda há incerteza quanto ao mecanismo envolvido no envelhecimento dinâmico nesses aços.

Similar ao observado no aço inoxidável ferrítico 430 na atual investigação, a temperatura de aproximadamente 400°C foi associada à máxima intensidade do envelhecimento dinâmico nos aços inoxidável ferrítico 430F(1) e P92(9). Essa é uma temperatura substancialmente alta em relação à faixa de temperaturas na qual o envelhecimento dinâmico é observado nos aços carbono (21), notavelmente compatível com a faixa de temperaturas associada a ligas substitucionais binárias de Fe  $\alpha$ , que é de 230 a 500°C (104); nessa faixa de temperatura, os solutos substitucionais tem mais relevância que os intersticiais (51).

Segundo alguns autores, o Cr e o Al são capazes de causar o envelhecimento dinâmico nos aços inoxidáveis na faixa de 400 a 600°C, sendo que o Al tem uma influência muito maior sobre o envelhecimento dinâmico (5, 35); é plausível que os átomos de Ti, Cu, Mo e Ni também possam causar o envelhecimento dinâmico em faixas de temperatura similares (5, 35). Átomos substitucionais com grande afinidade pelo C, como o Cr, Mg e Mo, podem capturá-lo e impedi-lo de interagir com deslocções; nessa situação, a difusão de Cr ou Cr-C seria responsável pelo envelhecimento dinâmico (117). Além disso, envelhecimento dinâmico causado pela difusão Nb foi relatado em uma liga binária Fe-Nb (116) e a formação de uma atmosfera de Nb foi detectada em um aço inoxidável ferrítico laminado a quente (122). Devido a valores de energia de ativação relativamente altos, alguns estudos apontam a difusão de átomos de Cr e Ni como responsáveis pelo envelhecimento

dinâmico em aços inoxidáveis austeníticos e superduplex (11, 49, 123). A investigação do envelhecimento dinâmico em um aço inoxidável 304 com adições de substitucionais revelou a formação de uma atmosfera de Nb, W e V após a deformação a 650°C e não foi detectada a formação de uma atmosfera de Cr (31). A interação do Cr, Ti e Mn com deslocações é menor que a do Nb (122); portanto, há a possibilidade de que o Cr não seja capaz de produzir o envelhecimento dinâmico (104, 124) e que altas concentrações de átomos substitucionais sejam necessárias para que esses deem origem ao envelhecimento dinâmico (104). Os resultados dos mapas de varredura de EELS corroboram com os resultados de Nikulin *et al.* (31) e Anglada *et al.* (104), pois a ausência de uma maior concentração de Cr na proximidade das deslocações é uma evidência de que o Cr não é o responsável por produzir o envelhecimento dinâmico no aço investigado.

Para compatibilizar as energias de ativação calculadas e a difusividade necessária para participação de átomos de soluto substitucionais, mecanismos como a difusão auxiliada por lacunas (116), difusão pelo núcleo da deslocação (12, 115), difusão ao longo da linha da deslocação (12, 43, 49) e a difusão “*cross-core*” (23) foram propostos como responsáveis pela diminuição da energia necessária para a difusão e por transportar átomos de maneira muito mais eficiente que a difusão em volume. Além desses mecanismos, a energia de ativação da difusão em volume de Cr é reduzida em ligas Fe-Cr concentradas em Cr (51), o que aumentaria a probabilidade do Cr estar envolvido no envelhecimento dinâmico em aços inoxidáveis ricos em Cr. Maj *et al.* (38) propuseram que vários mecanismos de difusão podem estar envolvidos na manifestação do envelhecimento dinâmico em um material, para diferentes taxas de deformação.

Embora haja estudos que apontem que a difusão ao longo da linha de deslocação poderia reduzir consideravelmente a energia de ativação (49), a diminuição da energia de ativação por esse mecanismo é de aproximadamente 25% em relação à difusão em volume (41). Além disso, a proposta de difusão ao longo de uma ancorada por uma floresta de deslocações (115) também é problemática, pois é limitada pela falta de força motriz e cinética (41) e não seria suficiente para viabilizar a difusão necessária para a ocorrência do envelhecimento dinâmico por átomos substitucionais.

Alguns autores relacionam ambos os solutos intersticiais e substitucionais ao envelhecimento de ligas como o aço inoxidável 316 (18, 55, 100), associando a difusão de intersticiais (C,N) a baixas temperatura e a difusão de substitucionais a temperaturas intermediárias. Contudo, Caillard (87) pondera que o envelhecimento dinâmico por átomos intersticiais e substitucionais são exclusivos e não poderiam ocorrer na mesma amostra.

A adição de Cr é utilizada para remover o C de solução sólida em aços de baixo carbono (17, 125); a presença de Cr na matriz ferrítica leva a depleção do C devido à formação de vários carbonetos e *clusters* de C-Cr-Fe de elevada estabilidade (125, 126). Além da redução da concentração de C pela formação de carbonetos e *clusters*, a interação repulsiva do Cr com o C reduz substancialmente a difusibilidade do C (127).

O Cr presente no aço inoxidável ferrítico 430 investigado está em excesso (16,095%) em relação à concentração de C (0,045%) e N (0,046%), sendo que a sua concentração em solução sólida é ainda menor (38); é possível que grande parte desses intersticiais tenha se combinado com o Cr e formado carbonetos e nitretos, fato que levaria à não ocorrência do envelhecimento dinâmico nesse aço, caso os intersticiais fossem responsáveis pelo envelhecimento dinâmico (117). O restante de C livre presente na matriz pode ainda ser consumido pela nucleação, crescimento e coalescimento de carbonetos que ocorrem durante a deformação em temperaturas elevadas e intermediárias (3). Uma liga Inconel 690, com uma elevada concentração de Cr e precipitados do tipo  $M_{23}C_6$ , apresentou o efeito PLC de 200 a 600°C, mas testes de atrito interno não detectaram a presença de C na estrutura cristalina em nenhuma das condições estudadas (98), sendo possível que o Cr tenha sido responsável pelo envelhecimento dinâmico nessa liga.

Com base na premissa de que a precipitação de carbonetos é inibida quando a entalpia de ligação do C a uma deslocação é maior do que a entalpia de formação dos carbonetos (128), pode-se conjecturar que a formação de uma atmosfera de C também é inibida quando a entalpia de formação dos carbonetos é maior do que a entalpia de ligação do C a uma deslocação. A energia de ligação de átomos de C a deslocações é de 0,75eV (129, 130), valor que é substancialmente menor que a energia para formação de um carboneto do tipo  $Cr_{23}C_7$  de aproximadamente 2,5eV (130), carboneto que é amplamente detectado no aço inoxidável ferrítico 430. Essa diferença entre as entalpias de ligação do C e de formação do  $Cr_{23}C_7$  indica que a força motriz para formação de precipitados finos seria maior que a para formação de uma atmosfera de soluto, hipótese que foi proposta por Zhang *et al.* (131) para a formação de carbonetos de Nb, em detrimento da formação de atmosferas de Cottrell de C em aços ligados com Nb.

Caillard (87) relatou a ausência de deslocações parafuso retilíneas durante a deformação de ligas FeCrC de 200 a 550°C, um indicativo de um aprisionamento efetivo dos átomos de C pelos átomos de Cr. Não está claro se o arranjo deslocações longas e retilíneas no atual estudo (Figura 29) tem alguma conexão com as deslocações parafusos formadas devido ao envelhecimento dinâmico causado pelo C; entretanto, deslocações curvadas entre pontos de ancoramento também foram observadas na subestrutura, como o relatado por Caillard (87) para as ligas FeCrC. Como consequência do C estar majoritariamente aprisionado, a difusão do excesso de átomos de Cr(16,9%), Si(0,32%), Ni(0,23%) e Mn(0,1421%) poderia ser responsável pelo envelhecimento dinâmico nessa liga (87).

Com base nos resultados desta dissertação e em informações da literatura apresentadas nessa seção, a lista a seguir foi produzida com argumentos para a análise de duas hipóteses sobre qual seria o mecanismo responsável pela ocorrência do envelhecimento dinâmico no aço inoxidável ferrítico 430:

- O envelhecimento dinâmico é causado por solutos intersticiais como C e N.

- A composição química do aço estudado apresenta C (0,14%) e N (0,05%) suficientes para interagir com as deslocções durante a deformação plástica. Entretanto, apenas uma fração desse valor se encontra em solução sólida no material, considerando-se que grande parte do C e N se encontra em precipitados;
  - A associação do envelhecimento dinâmico à difusão de intersticiais por inúmeros estudos na literatura, comumente devido ao baixo valor de energia de ativação calculado para o início do efeito PLC, que é similar ao valor da energia de ativação para difusão do C;
  - A elevada faixa de temperaturas do regime do envelhecimento dinâmico, em comparação àquela de aços carbono, pode estar relacionada à diminuição da difusibilidade dos intersticiais devido à presença dos átomos de soluto substitucionais e à formação de pares intersticial-substitucional;
  - A observação de arranjos retos e paralelos de deslocções no regime do envelhecimento dinâmico, que pode estar relacionada a um ancoramento preferencial do componente parafuso de deslocções mistas, pode ser interpretada uma evidência do envelhecimento dinâmico por C livre (87);
  - A observação de uma distribuição uniforme da concentração de Cr nas proximidades de uma deslocção, bem como a ausência de sinais de EELS de outros átomos de soluto substitucionais.
- O envelhecimento dinâmico por solutos substitucionais como o Cr, Si, Ni e Mn.
    - A composição química rica Cr(16,08%), um forte formador de carbonitreto que se encontra em excesso em relação aos intersticiais como C (0,14%) e N(0,5%);
    - A elevada faixa de temperaturas da ocorrência do envelhecimento dinâmico (250-500°C), consideravelmente mais alta do que aquela observada em aços carbono e similar àquela observada em ligas substitucionais binárias de Fe;
    - A formação de atmosferas de solutos substitucionais como o Nb, V e W ter sido observada durante o envelhecimento dinâmico em outros aços;
    - A ocorrência do envelhecimento dinâmico em ligas binárias de Fe- $\alpha$  com Ti e Nb (124), bem como em ligas de Fe<sub>0,15%</sub>TiM (M=Si, Mn, Ni, Ru, Rh, Re, Ir ou Pt) (132);
    - A maior difusividade de substitucionais propiciada pelo mecanismo de difusão “*cross-core*” (23);
    - A crescente relevância de solutos substitucionais com o aumento da temperatura e a possível falta de capacidade de solutos intersticiais de ancorarem deslocções em temperaturas acima de 300°C;
    - A não observância da formação de deslocções parafuso retilíneas no regime do envelhecimento dinâmico, consideradas características do envelhecimento dinâmico causado por C, em ligas FeCrC e FeAlC (87).

Com base nos argumentos anteriormente citados, o autor julga que os argumentos a favor de ambas as hipóteses são críveis e considera que não há evidências suficientes para a determinação de qual é o mecanismo responsável pelo envelhecimento dinâmico no aço inoxidável ferrítico 430 investigado. O autor acredita que pesquisas futuras são necessárias para a confirmação da hipótese correta e, na opinião do mesmo, as técnicas de HRTEM, EELS e tomografia por sonda atômica aparentam ser técnicas de caracterização com grande potencial para abordagem dessa questão.

## 7 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos e a discussão realizada nesta dissertação suportam as seguintes conclusões sobre o envelhecimento dinâmico no aço inoxidável ferrítico 430 investigado:

1. Foram observados fenômenos característicos do envelhecimento dinâmico de 250 a 500°C nesse aço, como o efeito Portevin Le Chatelier, a sensibilidade negativa à taxa de deformação e variações nas propriedades mecânicas;
2. O efeito Portevin Le Chatelier constatado exibiu uma diversidade de serrilhados em função das condições dos ensaios. De maneira geral, a frequência e amplitude dos serrilhados aumentaram com o aumento da temperatura e da deformação plástica;
3. A subestrutura de deslocamentos apresentou uma nítida evolução com o aumento da temperatura de deformação e com o envelhecimento dinâmico. A 25 e 400°C, foram observadas regiões com subestruturas celulares bem e mal definidas e emaranhados de deslocamentos; a 400°C, foram observados arranjos paralelos de deslocamentos e uma maior densidade de deslocamentos. A 600°C foi verificada uma subestrutura formada por subgrãos e a formação de precipitados finos em contornos de grão e em deslocamentos;
4. A análise da estrutura cristalina por difração de raios X revelou uma estrutura ferrítica em todas as condições investigadas. A análise da largura a meia altura, em função da temperatura de deformação, indicou uma diminuição na densidade de deslocamentos de 25 a 200°C, seguida de um aumento no regime do envelhecimento dinâmico e uma grande redução a 600°C;
5. Uma superfície de fratura dúctil, caracterizada por uma rede dimples e vazios, foi constatada em todas as temperaturas de deformação investigadas. O tamanho dos dimples apresentou um refinamento no regime do envelhecimento dinâmico e um distinto aumento a 600°C, comportamento similar ao da deformação não-uniforme em função da temperatura de deformação;
6. A análise do comportamento de encruamento revelou quatro etapas de encruamento no regime do envelhecimento dinâmico (250-500°C) e três etapas de encruamento nas outras temperaturas estudadas. A etapa extra, observada no regime do envelhecimento dinâmico, foi associada à uma mudança na interação entre os átomos de soluto e as deslocamentos durante a deformação plástica.

## 8 RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Neste estudo, foi possível constatar que o aço inoxidável ferrítico 430 apresenta envelhecimento dinâmico para temperaturas de deformação de 250°C a 500°C e taxa de deformação de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Os fenômenos associados ao envelhecimento dinâmico variaram com a temperatura de deformação, o que foi verificado por meio da evolução do efeito PLC, bem como da variação do limite de resistência e do comportamento de encruamento com o aumento da temperatura de deformação. Por meio da metodologia desenvolvida, foi possível atribuir uma etapa extra de encruamento à transição do efeito PLC inverso para o efeito PLC normal; atribuiu-se a intensificação do encruamento no regime do envelhecimento dinâmico às etapas iniciais e intermediárias de deformação. Foi possível identificar uma subestrutura de deslocações celular, um arranjo de deslocações retas e paralelas e uma maior densidade de deslocações no regime do envelhecimento dinâmico. Além disso, pôde-se atribuir a formação de uma subestrutura de deslocações recuperada composta por subgrãos e a ocorrência de precipitação dinâmica nos contornos de grão e deslocações a temperaturas superiores àquelas associadas ao regime do envelhecimento dinâmico. Em razão da complexidade dos fenômenos envolvidos no envelhecimento dinâmico, é necessária a utilização de técnicas de análise mais avançadas para a identificação dos mecanismos responsáveis por esse fenômeno.

## 9 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A compreensão do funcionamento e influência do envelhecimento dinâmico sobre ligas metálicas é de grande importância para processos de conformação, estampagem e aplicações que operem em temperaturas acima da temperatura ambiente. Portanto, sugere-se, como tema para trabalhos futuros, o estudo do envelhecimento dinâmico em classes de aço distintas, assim como em outras ligas intersticiais e substitucionais, em busca de uma melhor compreensão da influência desse fenômeno no comportamento mecânico de ligas metálicas submetidas a condições da prática industrial.

Propõe-se, também, o estudo da influência do envelhecimento dinâmico na evolução da textura de deformação e subestrutura de deslocamentos de ligas metálicas após deformadas em diferentes valores de deformação plástica por meio de tração uniaxial, estampagem e laminação a morno. Recomenda-se a utilização de técnicas como HRTEM, EELS e tomografia por sonda atômica, para o acompanhamento da formação e evolução das nuvens de soluto ao redor de deslocamentos, bem como a caracterização da composição dos solutos que formam as nuvens de soluto.

Com o objetivo de aprofundar a investigação do envelhecimento dinâmico nos aços inoxidáveis ferríticos, sugere-se a investigação da cinética do envelhecimento dinâmico nessa classe de aços por meio de ensaios de tração com diferentes taxas de deformação. Recomenda-se, conjuntamente, uma análise das influências da temperatura, taxa de deformação e deformação plástica sobre os serrilhados do efeito PLC, especificamente a amplitude, frequência, morfologia e deformação crítica.

## REFERÊNCIAS

- 1 AVALOS, M.; ALVAREZ-ARMAS, I.; ARMAS, A. Dynamic strain aging effects on low-cycle fatigue of AISI 430F. *Materials Science and Engineering: A*, v. 513-514, p. 1–7, 2009. ISSN 09215093. Citado 10 vezes nas páginas [20](#), [21](#), [22](#), [23](#), [27](#), [33](#), [43](#), [83](#), [86](#) e [94](#).
- 2 MANNINEN, T.; SÄYNÄJÄKANGAS, J. Mechanical Properties of Ferritic Stainless Steels at Elevated Temperature. In: SCI (Ed.). *Proceedings of the Fourth International Experts Seminar on Stainless Steel in Structures*. Ascot: [s.n.], 2012. v. 4th, p. 1–15. Citado 6 vezes nas páginas [20](#), [21](#), [22](#), [23](#), [33](#) e [93](#).
- 3 ÖSTMAN, K. et al. Temperature and Strain Rate Effects on the Mechanical Behavior of Ferritic Stainless Steels. In: SPRINGER (Ed.). *Challenges In Mechanics of Time-Dependent Materials and Processes in Conventional and Multifunctional Materials*. [S.l.: s.n.], 2014. v. 2, p. 161–166. Citado 7 vezes nas páginas [20](#), [22](#), [23](#), [33](#), [34](#), [93](#) e [96](#).
- 4 VAFAEIAN, S. et al. On the study of tensile and strain hardening behavior of a thermomechanically treated ferritic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 669, p. 480–489, 2016. ISSN 09215093. Citado 9 vezes nas páginas [20](#), [39](#), [40](#), [42](#), [79](#), [80](#), [87](#), [88](#) e [91](#).
- 5 TJONG, S. C.; ZHU, S. M. Creep and low-cycle fatigue behavior of ferritic Fe-24Cr-4Al alloy in the dynamic strain aging regime: Effect of aluminum addition. *Metallurgical and Materials Transactions aPhysical Metallurgy and Materials Science*, v. 28, n. 6, p. 1347–1355, 1997. ISSN 1073-5623. Citado 11 vezes nas páginas [20](#), [21](#), [33](#), [34](#), [41](#), [45](#), [79](#), [80](#), [83](#), [93](#) e [94](#).
- 6 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. ISSN 0143974X. Citado na página [20](#).
- 7 CHEN, J.; YOUNG, B. Stress-strain curves for stainless steel at elevated temperatures. *Engineering Structures*, v. 28, n. 2, p. 229–239, 2006. ISSN 01410296. Citado na página [20](#).
- 8 MALTA, P. O. et al. The influence of hot band annealing on recrystallization kinetics and texture evolution in a cold-rolled Nb-stabilized ferritic stainless steel during isothermal annealing. *Journal of Materials Research*, v. 31, n. 18, p. 2838–2849, 2016. ISSN 0884-2914. Citado 4 vezes nas páginas [20](#), [21](#), [70](#) e [79](#).
- 9 CHOUDHARY, B. K. et al. Influence of temperature and strain rate on tensile deformation and fracture behavior of P92 ferritic steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 44, n. 11, p. 4979–4992, 2013. ISSN 10735623. Citado 21 vezes nas páginas [21](#), [22](#), [23](#), [24](#), [25](#), [26](#), [33](#), [34](#), [40](#), [41](#), [42](#), [43](#), [79](#), [80](#), [81](#), [88](#), [90](#), [91](#), [92](#), [93](#) e [94](#).
- 10 PALAPARTI, D. P. R. et al. Kocks-mecking approach to tensile work hardening behaviour of normalised and tempered and post-weld heat-treated modified 9cr-1mo steel. *Materials at High Temperatures*, v. 30, n. 4, p. 295–305, 2013. ISSN 09603409. Citado 4 vezes nas páginas [21](#), [42](#), [87](#) e [88](#).

- 11 GIRONÈS, A. et al. Dynamic strain ageing effects on superduplex stainless steels at intermediate temperatures. *Materials Science and Engineering A*, v. 367, n. 1-2, p. 322–328, 2004. ISSN 09215093. Citado 8 vezes nas páginas [21](#), [23](#), [26](#), [28](#), [33](#), [35](#), [82](#) e [95](#).
- 12 GUPTA, C. et al. Effect of serrated flow on deformation behaviour of AISI 403 stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 292, n. 1, p. 49–55, 2000. ISSN 09215093. Citado 8 vezes nas páginas [21](#), [26](#), [33](#), [34](#), [79](#), [80](#), [81](#) e [95](#).
- 13 KAÇAR, R.; GÜNDÜZ, S. Increasing the strength of AISI 430 ferritic stainless steel by static strain ageing. *Kovove Materialy*, v. 47, n. 3, p. 185–191, 2009. Citado 4 vezes nas páginas [21](#), [39](#), [86](#) e [93](#).
- 14 GARDNER, L. et al. Elevated temperature material properties of stainless steel alloys. *Journal of Constructional Steel Research*, Elsevier Ltd, v. 66, n. 5, p. 634–647, 2010. ISSN 0143974X. Citado na página [22](#).
- 15 RASMUSSEN, K. J. R. Full-range stress-strain curves for stainless steel alloys. *Journal of Constructional Steel Research*, v. 59, n. 1, p. 47–61, 2003. ISSN 0143974X. Citado na página [22](#).
- 16 YILMAZ, A. The Portevin–Le Chatelier effect: a review of experimental findings. *Sci. Technol. Adv. Mater*, v. 12, n. August, p. 1–16, 2011. ISSN 1468-6996. Citado 4 vezes nas páginas [22](#), [23](#), [24](#) e [27](#).
- 17 PERELOMA, E. V. et al. Fine-scale microstructural investigations of warm rolled low-carbon steels with and without Cr, P, and B additions. *Acta Materialia*, v. 54, n. 17, p. 4539–4551, 2006. ISSN 13596454. Citado 2 vezes nas páginas [23](#) e [95](#).
- 18 HONG, S. G.; LEE, S. B. Mechanism of dynamic strain aging and characterization of its effect on the low-cycle fatigue behavior in type 316L stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, v. 340, n. 2-3, p. 307–314, 2005. ISSN 00223115. Citado 11 vezes nas páginas [23](#), [24](#), [28](#), [29](#), [30](#), [33](#), [36](#), [44](#), [83](#), [85](#) e [95](#).
- 19 CHOUDHARY, B. K. Influence of strain rate and temperature on serrated flow in 9Cr-1Mo ferritic steel. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 564, p. 303–309, 2013. ISSN 09215093. Citado 9 vezes nas páginas [23](#), [24](#), [25](#), [26](#), [28](#), [33](#), [34](#), [79](#) e [91](#).
- 20 KARLSEN, W. et al. Microstructural manifestation of dynamic strain aging in AISI 316 stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, Elsevier B.V., v. 395, n. 1-3, p. 156–161, 2009. ISSN 00223115. Citado 4 vezes nas páginas [23](#), [44](#), [83](#) e [84](#).
- 21 LI, C. C.; LESLIE, W. C. Effects of dynamic strain aging on the subsequent mechanical properties of carbon steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 9, n. 12, p. 1765–1775, 1978. ISSN 03602133. Citado 6 vezes nas páginas [23](#), [38](#), [79](#), [87](#), [93](#) e [94](#).
- 22 ZHANG, F.; CURTIN, W. A. Atomistically informed solute drag in Al–Mg. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, v. 16, n. 5, p. 055006, 2008. ISSN 0965-0393. Citado 4 vezes nas páginas [23](#), [27](#), [30](#) e [31](#).
- 23 CURTIN, W. A.; OLMSTED, D. L.; HECTOR, L. G. A predictive mechanism for dynamic strain ageing in aluminium-magnesium alloys. *Nature Materials*, v. 5, n. November, p. 875–880, 2006. ISSN 1476-1122. Citado 6 vezes nas páginas [24](#), [30](#), [31](#), [80](#), [95](#) e [97](#).

- 24 DIERKE, H. et al. Portevin-LeChatelier effect in Al-Mg alloys: Influence of obstacles - experiments and modelling. *Computational Materials Science*, v. 39, n. 1 SPEC. ISS., p. 106–112, 2007. ISSN 09270256. Citado 4 vezes nas páginas 24, 91, 92 e 93.
- 25 PINK, E.; BRUCKBAUER, P.; WEINHANDL, H. Stress-Drop Rates in Serrated Flow of Aluminium Alloys. *Scripta Materialia*, v. 38, n. 6, p. 945–951, 1998. ISSN 13596462. Citado 2 vezes nas páginas 24 e 91.
- 26 REED-HILL, R. E. *On the Dynamics of Dislocation Pinning During Dynamic Strain Aging*. Florida, 1973, 32 p. Citado na página 25.
- 27 RODRIGUEZ, P. Serrated plastic flow. *Bulletin of Materials Science*, v. 6, n. 4, p. 653–663, 1984. ISSN 02504707. Citado 6 vezes nas páginas 25, 26, 79, 80, 87 e 91.
- 28 TJONG, S.; ZHU, S. Tensile Deformation Behavior and Work Hardening Mechanism of Fe-28Mn-9Al-0.4C and Fe-28Mn-9Al-1C Alloys. *Materials Transactionstions*, v. 38, n. 2, p. 112–118, 1997. Citado 7 vezes nas páginas 25, 38, 80, 91, 92, 93 e 94.
- 29 POZUELO, M. et al. Serrated flow in nanostructured binary Mg-Al alloys. *Scripta Materialia*, v. 127, p. 178–181, jan 2017. ISSN 13596462. Citado 2 vezes nas páginas 25 e 38.
- 30 GOPINATH, K. et al. Dynamic strain ageing in Ni-base superalloy 720Li. *Acta Materialia*, Acta Materialia Inc., v. 57, n. 4, p. 1243–1253, 2009. ISSN 13596454. Citado 4 vezes nas páginas 26, 29, 38 e 80.
- 31 NIKULIN, I.; KAIBYSHEV, R. Deformation behavior and the Portevin-Le Chatelier effect in a modified 18Cr-8Ni stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier B.V., v. 528, n. 3, p. 1340–1347, 2011. ISSN 09215093. Citado 13 vezes nas páginas 26, 27, 31, 32, 33, 35, 44, 79, 80, 83, 85, 91 e 95.
- 32 CALADO, W. et al. Effects of dynamic strain aging on high temperature mechanical Properties for a structural steel containing Mo and Nb. *ISIJ International*, v. 48, n. 11, p. 1592–1595, 2008. ISSN 09151559. Citado 5 vezes nas páginas 27, 79, 80, 81 e 93.
- 33 CAI, Z. et al. Thermal-mechanical behaviors of dual-phase steel sheet under warm-forming conditions. *International Journal of Mechanical Sciences*, Elsevier Ltd, v. 126, p. 79–94, jun 2017. ISSN 00207403. Citado na página 27.
- 34 ABOULFADL, H. et al. Dynamic strain aging studied at the atomic scale. *Acta Materialia*, Acta Materialia Inc., v. 86, p. 34–42, 2015. ISSN 13596454. Citado 5 vezes nas páginas 27, 31, 32, 45 e 84.
- 35 LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering R: Reports*, v. 65, n. 4-6, p. 39–104, 2009. ISSN 0927796X. Citado 2 vezes nas páginas 27 e 94.
- 36 IVANCHENKO, M. *Dynamic Strain Aging of Austenitic Stainless Steels and Ni Base Alloys*. 90 p. Tese (Doutorado) — Aalto University, 2010. Citado 3 vezes nas páginas 28, 43 e 44.
- 37 EKAPUTRA, I. et al. Influence of Dynamic Strain Aging on Tensile Deformation Behavior of Alloy 617. *Nuclear Engineering and Technology*, Elsevier B.V, v. 48, n. 6, p. 1387–1395, dec 2016. ISSN 17385733. Citado 3 vezes nas páginas 28, 37 e 87.

- 38 MAJ, P. et al. Microstructure and strain-stress analysis of the dynamic strain aging in inconel 625 at high temperature. *Metals and Materials International*, v. 23, n. 1, p. 54–67, jan 2017. ISSN 1598-9623. Citado 6 vezes nas páginas 28, 37, 88, 91, 95 e 96.
- 39 SAMANTARAY, D. et al. Strain dependent rate equation to predict elevated temperature flow behavior of modified 9Cr-1Mo (P91) steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, n. 3, p. 1071–1077, 2011. ISSN 09215093. Citado na página 28.
- 40 KEH, A.; NAKADA, Y.; LESLIE, W. Dynamic strain ageing in iron and steel. In: ROSENFELD, A. et al. (Ed.). *Dislocation Dynamics*. Nova York: McGraw Hill, 1968. p. 381. Citado 3 vezes nas páginas 28, 46 e 85.
- 41 PICU, R. C.; ZHANG, D. Atomistic study of pipe diffusion in Al-Mg alloys. *Acta Materialia*, v. 52, n. 1, p. 161–171, 2004. ISSN 13596454. Citado 3 vezes nas páginas 29, 30 e 95.
- 42 YU, D. et al. Role of dynamic strain aging in the tensile property, cyclic deformation and fatigue behavior of Z2CND18.12N stainless steel between 293K and 723K. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 558, p. 730–736, 2012. ISSN 09215093. Citado 7 vezes nas páginas 29, 33, 36, 45, 84, 88 e 90.
- 43 LEGROS, M. et al. Observation of Giant Diffusivity Along Dislocation Cores. *Science*, v. 319, n. 5870, p. 1646–1649, mar 2008. ISSN 0036-8075. Citado 2 vezes nas páginas 29 e 95.
- 44 SOARE, M. A.; CURTIN, W. A. Single-mechanism rate theory for dynamic strain aging in fcc metals. *Acta Materialia*, v. 56, n. 15, p. 4091–4101, 2008. ISSN 13596454. Citado na página 31.
- 45 SOARE, M. A.; CURTIN, W. A. Solute strengthening of both mobile and forest dislocations: The origin of dynamic strain aging in fcc metals. *Acta Materialia*, v. 56, n. 15, p. 4046–4061, 2008. ISSN 13596454. Citado na página 31.
- 46 ZHANG, F.; BOWER, A. F.; CURTIN, W. A. Finite element implementation of a kinetic model of dynamic strain aging in aluminum-magnesium alloys. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, v. 86, n. 1, p. 70–92, apr 2011. ISSN 00295981. Citado na página 32.
- 47 KERALAVARMA, S. M.; BOWER, A. F.; CURTIN, W. A. Quantum-to-continuum prediction of ductility loss in aluminium-magnesium alloys due to dynamic strain aging. *Nature communications*, Nature Publishing Group, v. 5, n. May, p. 4604, 2014. ISSN 2041-1723. Citado na página 32.
- 48 ZHOU, H. et al. Internal friction studies on dynamic strain aging in P91 ferritic steel. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 676, p. 361–365, 2016. ISSN 09215093. Citado 4 vezes nas páginas 33, 34, 79 e 93.
- 49 PENG, K.; QIAN, K.; CHEN, W. Effect of dynamic strain aging on high temperature properties of austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 379, n. 1-2, p. 372–377, 2004. ISSN 09215093. Citado 8 vezes nas páginas 33, 35, 44, 79, 80, 83, 86 e 95.

- 50 GURIA, A.; CHARIT, I. Observation of serrated flow in APMT<sup>TM</sup> steel. *Materials Letters*, v. 160, p. 55–57, 2015. ISSN 0167577X. Citado 5 vezes nas páginas [33](#), [34](#), [91](#), [92](#) e [93](#).
- 51 GURIA, A.; CHARIT, I. Tensile properties of accident-tolerant aluminum-bearing ferritic steels. *Annals of Nuclear Energy*, Elsevier Ltd, v. 100, p. 82–88, feb 2017. ISSN 03064549. Citado 6 vezes nas páginas [33](#), [34](#), [80](#), [81](#), [94](#) e [95](#).
- 52 VERMA, P. et al. Dynamic strain ageing, deformation, and fracture behavior of modified 9Cr–1Mo steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 621, p. 39–51, jan 2015. ISSN 09215093. Citado 10 vezes nas páginas [33](#), [45](#), [79](#), [80](#), [81](#), [82](#), [83](#), [85](#), [91](#) e [94](#).
- 53 CHOUDHARY, B. K.; PALAPARTI, D. P. R.; SAMUEL, E. I. Analysis of tensile stress-strain and work-hardening behavior in 9Cr-1Mo ferritic steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 44, n. 1, p. 212–223, 2013. ISSN 10735623. Citado 9 vezes nas páginas [33](#), [42](#), [79](#), [80](#), [82](#), [85](#), [87](#), [88](#) e [93](#).
- 54 ROY, A. K.; KUMAR, P.; MAITRA, D. Dynamic strain ageing of P91 grade steels of varied silicon content. *Materials Science and Engineering A*, v. 499, n. 1-2, p. 379–386, 2009. ISSN 09215093. Citado 8 vezes nas páginas [33](#), [35](#), [40](#), [79](#), [80](#), [85](#), [86](#) e [91](#).
- 55 HONG, S. G.; LEE, S. B. Dynamic strain aging under tensile and LCF loading conditions, and their comparison in cold worked 316L stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, v. 328, n. 2-3, p. 232–242, 2004. ISSN 00223115. Citado 6 vezes nas páginas [33](#), [36](#), [79](#), [80](#), [84](#) e [95](#).
- 56 BUONO, V.; GONZALEZ, B.; ANDRADE, M. Strain aging of AISI 430 ferritic stainless steel. *Scripta Materialia*, v. 38, n. 2, p. 185–190, dec 1997. ISSN 13596462. Citado 2 vezes nas páginas [35](#) e [93](#).
- 57 De Almeida, L. H.; Le May, I.; EMYGDIO, P. R. O. Mechanistic modeling of dynamic strain aging in austenitic stainless steels. *Materials characterization*, v. 41, p. 137–150, 1998. ISSN 1044-5803. Citado 2 vezes nas páginas [36](#) e [37](#).
- 58 HAN, F. F. et al. The tensile behavior of GH3535 superalloy at elevated temperature. *Materials Chemistry and Physics*, v. 182, p. 22–31, 2016. ISSN 02540584. Citado 3 vezes nas páginas [37](#), [85](#) e [92](#).
- 59 BAIRD, J.; MACKENZIE, C. Effects of nitrogen and manganese on the deformation substructure of iron. *Journal of The Iron and Steel Institute*, v. 202, p. 427–436, 1964. Citado 6 vezes nas páginas [38](#), [45](#), [82](#), [83](#), [85](#) e [86](#).
- 60 KNAPEK, M. et al. Occurrence of the Portevin Le-Châtelier effect in open-cell microcellular Al-2wt% Mg. *Scripta Materialia*, v. 132, p. 13–16, 2017. ISSN 13596462. Citado na página [39](#).
- 61 YUAN, L. et al. Mechanical properties and Portevin-Le Chatelier effect of a Ni-Cr-Mo alloy containing ordered phase with Pt2Mo-type structure at elevated temperature. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 680, n. October 2016, p. 115–120, 2017. ISSN 09215093. Citado na página [39](#).

- 62 CAI, Y. et al. Influence of Y' precipitates on the critical strain and localized deformation of serrated flow in Ni-based superalloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 690, p. 707–715, 2017. ISSN 09258388. Citado na página 39.
- 63 KOMARASAMY, M.; ALAGARSAMY, K.; MISHRA, R. S. Serration behavior and negative strain rate sensitivity of Al0.1CoCrFeNi high entropy alloy. *Intermetallics*, Elsevier Ltd, v. 84, p. 20–24, 2017. ISSN 09669795. Citado na página 39.
- 64 DAS, A. R. et al. Influence of dynamic strain ageing on fracture behaviour and stretch zone formation of a reactor pressure vessel steel. *International Journal of Fracture*, v. 202, n. 1, p. 79–91, 2016. ISSN 0376-9429. Citado 3 vezes nas páginas 39, 40 e 91.
- 65 SAINATH, G. et al. Applicability of Voce equation for tensile flow and work hardening behaviour of P92 ferritic steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Elsevier Ltd, v. 132-133, p. 1–9, 2015. ISSN 03080161. Citado 5 vezes nas páginas 41, 42, 79, 87 e 88.
- 66 LI, T.; ZHENG, J.; CHEN, Z. Description of full-range strain hardening behavior of steels. *SpringerPlus*, Springer International Publishing, v. 5, n. 1, p. 1316, dec 2016. ISSN 2193-1801. Citado 3 vezes nas páginas 42, 88 e 89.
- 67 CHOUDHARY, B. K.; CHRISTOPHER, J. Tensile flow and work hardening behaviour of type 316L(N) austenitic stainless steel in the framework of one-internal-variable and two-internal-variable approaches. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 636, p. 269–278, 2015. ISSN 09215093. Citado 7 vezes nas páginas 42, 85, 86, 87, 88, 89 e 90.
- 68 HUMPHREYS, F.; HATHERLY, M. *Recrystallisation and Related Annealing Phenomena*. Second edi. Oxford: Elsevier, 2004. 574p p. ISSN 978-0-08-044164-1. Citado 2 vezes nas páginas 43 e 66.
- 69 BRINDLEY, B.; BARNBY, J. Dynamic strain ageing in mild steel. *Acta Metallurgica*, v. 14, n. 12, p. 1765–1780, dec 1966. ISSN 00016160. Citado 4 vezes nas páginas 46, 81, 82 e 86.
- 70 ASTM. ASTM A370: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products. *ASTM International*, p. 1–50, 2014. ISSN 5938500001. Citado 2 vezes nas páginas 47 e 48.
- 71 QUEIROZ, R. R. U. *Envelhecimento Dinâmico em Aço Dual Phase de 600 MPa de Limite de Resistência*. 144 p. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de Minas Gerais, 2013. Citado 2 vezes nas páginas 47 e 80.
- 72 JHA, B. K. et al. Applicability of modified Crussard-Jaoul analysis on the deformation behaviour of dual-phase steels. *Journal of Materials Science Letters*, v. 6, n. 8, p. 891–893, 1987. ISSN 02618028. Citado na página 50.
- 73 CAI, M. H. et al. Strain hardening behavior of high performance FBDP, TRIP and TWIP steels. *Steel Research International*, v. 82, n. 3, p. 242–248, 2011. ISSN 16113683. Citado na página 50.

- 74 LEJAEGHERE, K. et al. Error Estimates for Solid-State Density-Functional Theory Predictions: An Overview by Means of the Ground-State Elemental Crystals. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, v. 39, n. 1, p. 1–24, 2014. ISSN 1040-8436. Citado na página 52.
- 75 QADRI, S. B.; DINAN, J. H. X-ray determination of dislocation density in epitaxial ZnCdTe. *Applied Physics Letters*, v. 47, n. 10, p. 1066–1068, 1985. ISSN 00036951. Citado na página 52.
- 76 AYERS, J. E. Measurement of threading dislocation densities in semiconductor crystals by X-ray diffraction. *Journal of Crystal Growth*, v. 135, n. 1-2, p. 71–77, 1994. ISSN 00220248. Citado na página 52.
- 77 GROMA, I. X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution. *Physical Review B*, v. 57, n. 13, p. 7535–7542, 1998. ISSN 0163-1829. Citado na página 60.
- 78 METZGER, T. et al. Defect structure of epitaxial GaN films determined by transmission electron microscopy and triple-axis X-ray diffractometry. *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, v. 77, n. 4, p. 1013–1025, 1998. ISSN 01418610. Citado na página 60.
- 79 GUBICZA, J. et al. Particle Size Distribution and Dislocation Density Determined by High Resolution X-Ray Diffraction in Nanocrystalline Silicon Nitride Powders. *Materials Science and Engineering: A*, v. 280, p. 263–269, 2000. Citado na página 61.
- 80 SHINTANI, T. et al. Evaluation of dislocation density in a Mg-Al-Mn-Ca alloy determined by X-ray diffractometry and transmission electron microscopy. *Nippon Kinzoku Gakkaishi/Journal of the Japan Institute of Metals*, v. 74, n. 12, p. 806–810, 2010. ISSN 00214876. Citado na página 61.
- 81 MALTA, P. O. *CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO ESTÁTICA E EVOLUÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRAFICA DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO 430 ESTABILIZADO COM NIÓBIO COM BASE NA TÉCNICA DE MICROSCOPIA POR ORIENTAÇÃO DE IMAGENS*. 147 p. Tese (Mestrado) — Universidade Federal de Minas Gerais, 2016. Citado na página 64.
- 82 KRAFFT, H. Alloy 430 Ferritic Stainless Steel Welds Fail due to Stress-Corrosion Cracking in Heat-Recovery Steam Generator. *Practical Failure Analysis*, v. 2, n. 4, p. 39–46, 2002. ISSN 1529-8159. Citado 2 vezes nas páginas 66 e 86.
- 83 RAABE, D.; HANTCHERLI, L. 2D Cellular Automaton Simulation of the Recrystallization Texture of an IF Sheet Steel Under Consideration of Zener Pinning. *Computational Materials Science*, v. 34, n. 4, p. 299–313, 2005. ISSN 09270256. Citado na página 68.
- 84 LEAPMAN, R. D.; HUNT, J. A. Comparison of detection limits for EELS and EDXS. *Microscopy Microanalysis Microstructures*, v. 2, n. 2-3, p. 231–244, 1991. ISSN 1154-2799. Citado na página 71.
- 85 MALTA, P. O. et al. Static Recrystallization Kinetics and Crystallographic Texture of Nb-Stabilized Ferritic Stainless Steel Based on Orientation Imaging Microscopy.

*Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 48, n. 3, p. 1288–1309, 2017. ISSN 1073-5623. Citado na página 79.

86 CHIU, Y.-T.; LIN, C.-K.; WU, J.-C. High-temperature tensile and creep properties of a ferritic stainless steel for interconnect in solid oxide fuel cell. *Journal of Power Sources*, Elsevier B.V., v. 196, n. 4, p. 2005–2012, 2011. ISSN 03787753. Citado 3 vezes nas páginas 79, 80 e 82.

87 CAILLARD, D. Dynamic strain ageing in iron alloys: The shielding effect of carbon. *Acta Materialia*, Elsevier Ltd, v. 112, n. June, p. 273–284, jun 2016. ISSN 13596454. Citado 11 vezes nas páginas 79, 82, 83, 88, 91, 92, 93, 94, 95, 96 e 97.

88 EHRNSTÉN, U. et al. Dynamic strain ageing and EAC of deformed nitrogen-alloyed AISI 316 stainless steels. In: ALLEN, T.; KING, P.; NELSON, L. (Ed.). *Proceedings of the Twelfth International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors*. Salt Lake City: The Minerals, Metals and Materials Society, 2005. p. 1475–1482. ISBN 9780873395953. Citado 3 vezes nas páginas 80, 87 e 94.

89 SAMUEL, K. G.; RAY, S. K.; SASIKALA, G. Dynamic strain ageing in prior cold worked 15Cr-15Ni titanium modified stainless steel (Alloy D9). *Journal of Nuclear Materials*, v. 355, n. 1-3, p. 30–37, 2006. ISSN 00223115. Citado 2 vezes nas páginas 80 e 87.

90 QUEIROZ, R. R. U.; CUNHA, F. G. G.; GONZALEZ, B. M. Study of dynamic strain aging in dual phase steel. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier B.V., v. 543, p. 84–87, 2012. ISSN 09215093. Citado na página 81.

91 SACHDEV, A. K. Dynamic Strain Aging of Various Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 13, p. 1793–1797, 1982. ISSN 0360-2133. Citado na página 81.

92 TERADA, M. et al. Effect of alpha prime due to 475 c aging on fracture behavior and corrosion resistance of DIN 1.4575 and MA 956 high performance ferritic stainless steels. *Journal of Materials Science*, v. 43, n. 2, p. 425–433, 2008. ISSN 00222461. Citado 2 vezes nas páginas 82 e 86.

93 MCGUIRE, M. *Stainless Steels For Design Engineers*. Russell Township: ASTM International, 2008. 305 p. ISBN 9780871707178. Citado na página 82.

94 CAILLARD, D.; BONNEVILLE, J. Dynamic strain aging caused by a new Peierls mechanism at high-temperature in iron. *Scripta Materialia*, Acta Materialia Inc., v. 95, n. 1, p. 15–18, 2015. ISSN 13596462. Citado na página 82.

95 VENTELON, L. et al. Dislocation core reconstruction induced by carbon segregation in bcc iron. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, v. 91, n. 22, 2015. ISSN 1550235X. Citado na página 83.

96 MANNAN, S. Role of dynamic strain ageing in low cycle fatigue. *Bull. Mater. Sci.*, v. 16, n. 6, p. 561–582, 1993. Citado 2 vezes nas páginas 83 e 84.

97 GAO, F. et al. Substructural changes during hot deformation of an Fe-26Cr ferritic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 31, n. 1, p. 21–27, 2000. ISSN 1073-5623. Citado 3 vezes nas páginas 83, 85 e 86.

- 98 HÄNNINEN, H. et al. Dynamic strain aging of Ni-base alloys Inconel 600 and 690. In: ALLEN, T.; KING, P.; NELSON, L. (Ed.). *Proceedings of the Twelfth International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors*. Salt Lake City: The Minerals, Metals and Materials Society, 2005. p. 1423–1430. ISBN 9780873395953. Citado 2 vezes nas páginas 84 e 96.
- 99 OKAMOTO, S.; MATLOCK, D. K.; KRAUSS, G. The transition from serrated to non-serrated flow in low-carbon martensite at 150oC. *Scripta Metallurgica et Materiala*, v. 25, n. 1, p. 39–44, 1991. ISSN 0956716X. Citado 2 vezes nas páginas 84 e 88.
- 100 SAMUEL, E. I.; CHOUDHARY, B. K.; Bhanu Sankara Rao, K. Influence of temperature and strain rate on tensile work hardening behaviour of type 316 LN austenitic stainless steel. *Scripta Materialia*, v. 46, n. 7, p. 507–512, 2002. ISSN 13596462. Citado 6 vezes nas páginas 85, 87, 88, 89, 90 e 95.
- 101 MICHEL, D.; MOTEFF, J.; LOVELL, A. Substructure of type 316 stainless steel deformed in slow tension at temperatures between 21 and 816C. *Acta Metallurgica*, v. 21, n. 9, p. 1269–1277, sep 1973. ISSN 00016160. Citado na página 85.
- 102 AKBARI, Z.; MIRZADEH, H.; CABRERA, J.-M. A simple constitutive model for predicting flow stress of medium carbon microalloyed steel during hot deformation. *Materials & Design*, Elsevier Ltd, v. 77, p. 126–131, 2015. ISSN 02613069. Citado 3 vezes nas páginas 86, 88 e 90.
- 103 MOLA, J.; De Cooman, B. C. Quenching and partitioning processing of transformable ferritic stainless steels. *Scripta Materialia*, Acta Materialia Inc., v. 65, n. 9, p. 834–837, 2011. ISSN 13596462. Citado na página 86.
- 104 ANGLADA, M.; NASARRE, M.; PLANELL, J. High temperature mechanical twinning of two Fe-Cr-Mo-Mo-Ni ferritic stainless steels. *Scripta Metallurgica*, v. 21, n. 7, p. 931–936, jul 1987. ISSN 00369748. Citado 3 vezes nas páginas 86, 94 e 95.
- 105 WU, Z. Q. et al. Microstructural evolution and strain hardening behavior during plastic deformation of Fe-12Mn-8Al-0.8C steel. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 584, p. 150–155, 2013. ISSN 09215093. Citado 2 vezes nas páginas 87 e 88.
- 106 SHTERNER, V.; TIMOKHINA, I. B.; BELADI, H. On the work-hardening behaviour of a high manganese TWIP steel at different deformation temperatures. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier, v. 669, p. 437–446, 2016. ISSN 09215093. Citado 2 vezes nas páginas 88 e 90.
- 107 KASHYAP, B. P.; MCTAGGART, K.; TANGRI, K. Study on the substructure evolution and flow behaviour in type 316L stainless steel over the temperature range 21–900C. *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, v. 57, n. 1, p. 97–114, 1988. ISSN 01418610. Citado na página 88.
- 108 YAZAWA, Y. et al. Development of ferritic stainless steel sheets with excellent deep drawability by {1 1 1} recrystallization texture control. *JSAE Review*, v. 24, n. 4, p. 483–488, 2003. ISSN 03894304. Citado na página 89.

- 109 CHIBANE, N.; AIT-AMOKHTAR, H.; FRESSENGEAS, C. On the strain rate dependence of the critical strain for plastic instabilities in Al-Mg alloys. *Scripta Materialia*, Acta Materialia Inc., v. 130, p. 252–255, 2017. ISSN 13596462. Citado 3 vezes nas páginas 89, 92 e 94.
- 110 GAO, F. et al. Constitutive modeling and dynamic softening mechanism during hot deformation of an ultra-pure 17%Cr ferritic stainless steel stabilized with Nb. *Metals and Materials International*, v. 20, n. 5, p. 939–951, 2014. ISSN 20054149. Citado na página 90.
- 111 WANG, H. D. et al. Experimental and numerical study of dynamic strain ageing and its relation to ductile fracture of a C-Mn steel. *Materials Science and Engineering A*, Elsevier B.V., v. 547, p. 19–31, 2012. ISSN 09215093. Citado na página 91.
- 112 GUPTA, C. et al. Fracture behaviour in the dynamic strain ageing regime of a martensitic steel. *Scripta Materialia*, v. 55, n. 12, p. 1091–1094, 2006. ISSN 13596462. Citado na página 91.
- 113 STECKMEYER, A. et al. Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, Elsevier B.V., v. 405, n. 2, p. 95–100, 2010. ISSN 00223115. Citado na página 91.
- 114 PINK, E.; GRINBERG, A. Serrated flow in a ferritic stainless steel. *Materials Science and Engineering*, v. 51, n. 1, p. 1–8, 1981. ISSN 00255416. Citado 2 vezes nas páginas 91 e 92.
- 115 PINK, E.; GRINBERG, A. Stress drops in serrated flow curves of Al5Mg. *Acta Metallurgica*, v. 30, n. 12, p. 2153–2160, 1982. ISSN 00016160. Citado 2 vezes nas páginas 91 e 95.
- 116 WINSTONE, M.; RAWLINGS, R. Substitutional dynamic strain ageing in an iron — 1.1 at. % niobium alloy. *Journal of Materials Science*, v. 6, p. 1355–1361, 1971. Citado 3 vezes nas páginas 92, 94 e 95.
- 117 BAIRD, J. D. The effects of strain-ageing due to interstitial solutes on the mechanical properties of metals. *Metallurgical Reviews*, v. 16, n. 1, p. 1–18, 1971. ISSN 0076-6690. Citado 3 vezes nas páginas 93, 94 e 96.
- 118 PERELOMA, E.; BATA, V.; GAZDER, A. The effect of chromium addition on the strain ageing and recrystallisation behaviour of low carbon steel. In: *3rd International Symposium on Science (ISSS 2012)*. Japan: The Iron Institute of Japan, 2012. p. 41–50. Citado na página 93.
- 119 OSAWA, K.; KURIHARA, K. Effect of the Interaction between Carbon and Substitutional Elements on the Deep Drawability and Texture of Cold-rolled Sheet Steels. *Tetsu-to-Hagane*, v. 75, n. 6, p. 948–955, 1989. ISSN 0021-1575. Citado na página 93.
- 120 TIAN, C. et al. Dynamic Strain Aging in a Newly Developed Ni e Co-Base Superalloy with Low Stacking Fault Energy. *Journal of Materials Science & Technology*, Elsevier Ltd, v. 29, n. 9, p. 873–878, 2013. ISSN 1005-0302. Citado na página 94.

- 121 IVANCHENKO, M. et al. Dynamic strain aging of nitrogen-alloyed AISI 316 L stainless steel. In: *Proceedings of the 7th International Conference on High Nitrogen Steels*. Ostend: GRIPS media GmbH., 2004. p. 641–649. ISBN 9781845692421. Citado na página 94.
- 122 TAKAHASHI, J. et al. Direct observation of niobium segregation to dislocations in steel. *Acta Materialia*, Elsevier Ltd, v. 107, p. 415–422, 2016. ISSN 13596454. Citado 2 vezes nas páginas 94 e 95.
- 123 MONTEIRO, S. N. et al. High Temperature Plastic Instability and Dynamic Strain Aging in the Tensile Behavior of AISI 316 Stainless Steel. *Materials Research*, No prelo, oct 2017. ISSN 1516-1439. Citado na página 95.
- 124 LESLIE, W. C. Iron and its dilute substitutional solid solutions. *Metallurgical Transactions*, v. 3, n. 1, p. 5–26, 1972. ISSN 0360-2133. Citado 2 vezes nas páginas 95 e 97.
- 125 PERELOMA, E. V. et al. Microstructural characterization of warm rolled Cr-containing low carbon steel. *Scripta Materialia*, v. 56, n. 6, p. 521–524, 2007. ISSN 13596462. Citado na página 95.
- 126 MOLA, J.; COOMAN, B. C. D. E. Quenching and Partitioning ( Q & P ) Processing of Martensitic Stainless Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, n. Aisi 430, p. 946–967, 2013. ISSN 10735623. Citado na página 95.
- 127 LIU, P. et al. Effects of dilute substitutional solutes on interstitial carbon in ?? -Fe: Interactions and associated carbon diffusion from first-principles calculations. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, v. 90, n. 2, 2014. ISSN 1550235X. Citado na página 95.
- 128 CHEN, C. et al. A study on aging carbide precipitation behavior of hadfield steel by dynamic elastic modulus. *Materials Science and Engineering A*, v. 677, p. 446–452, 2016. ISSN 09215093. Citado na página 96.
- 129 COCHARDT, A.; SCHOEK, G.; WIEDERSICH, H. Interaction between dislocations and interstitial atoms in body-centered cubic metals. *Acta Metallurgica*, v. 3, n. 6, p. 533–537, nov 1955. ISSN 00016160. Citado na página 96.
- 130 HENRIKSSON, K. O. E.; BJÖRKAS, C.; NORDLUND, K. Atomistic simulations of stainless steels: a many-body potential for the Fe–Cr–C system. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 25, n. 44, p. 445401, nov 2013. ISSN 0953-8984. Citado na página 96.
- 131 ZHANG, L. C. et al. Effect of pre-straining and bake hardening on the microstructure and mechanical properties of CMnSi TRIP steels. *Metallurgia Italiana*, v. 101, n. 6, p. 49–55, 2009. ISSN 00260843. Citado na página 96.
- 132 CUDDY, L. J.; LESLIE, W. C. Some aspects of serrated yielding in substitutional solid solutions of iron. *Acta Metallurgica*, v. 20, n. 10, p. 1157–1167, 1972. ISSN 00016160. Citado na página 97.