

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

**INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO A MORNOS E RECOZIMENTO NA
EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL, MICROTEXTURA E COMPORTAMENTO
MECÂNICO DE UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32205**

Autora: Tairine Berbert Tavares
Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos
Coorientadora: Dra. Daniella Gomes Rodrigues

Maio/2019

Tairine Berbert Tavares

Influência da deformação a morno e recozimento na evolução microestrutural, microtextura e comportamento mecânico de um aço inoxidável duplex UNS S32205

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Coorientadora: Dra. Daniella Gomes Rodrigues

Belo Horizonte

Universidade Federal de Minas Gerais

Escola de Engenharia

2019

T231i	<p>Tavares, Tairine Berbert. Influência da deformação a morno e recozimento na evolução microestrutural, microtextura e comportamento mecânico de um aço inoxidável duplex UNS S32205 [recurso eletrônico] / Tairine Berbert Tavares. – 2019. 1 recurso eletrônico (xii, 75 f. : il., color.) : pdf.</p> <p>Orientador: Dagoberto Brandão Santos. Coorientadora: Daniella Gomes Rodrigues.</p> <p>Dissertação (mestrado profissional) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Bibliografia: f. 65-75. Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.</p> <p>1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia física - Teses. 3. Aço inoxidável - Teses. 4. Laminação (Metalurgia) - Teses. I. Santos, Dagoberto Brandão. II. Rodrigues, Daniella Gomes. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU: 669(043)</p>
-------	---

AGRADECIMENTOS

Como bem destacado por Cervantes: “Quando se sonha sozinho é apenas um sonho. Quando se sonha junto é o começo da realidade”. Por essa razão, gostaria de manifestar meus sinceros agradecimentos a todos aqueles que, de alguma forma, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço a Deus por guiar o meu caminho e tornar toda esta conquista possível e à Nossa Senhora por me acalantar e dar força nos momentos mais críticos dessa jornada.

Ao Professor Doutor Dagoberto Brandão Santos, pelo conhecimento compartilhado, generosidade, dedicação e por se tornar, ao longo do tempo, um grande exemplo de pesquisador.

À equipe do Laboratório de Metalografia, em especial Fran, Bárbara, Dani e Paulinha, por todo o auxílio e por tornarem mais leve essa caminhada. À Patrícia pelo apoio e disponibilidade nas análises.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e Minas da UFMG, pela oportunidade de realização deste estudo, me ajudando a concretizar este sonho. Ao Centro de Microscopia da UFMG pela excelente estrutura disponibilizada.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, pela bolsa de mestrado concedida. À FAPEMIG, Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais, e, CAPES-PROEX, Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior, pelo suporte financeiro.

Aos meus pais e às minhas irmãs por todo o carinho, incentivo e amor irrestrito. Essa conquista não seria possível sem vocês. Ao João, por vibrar com as minhas vitórias como se fossem suas próprias e pelas palavras sábias nos desafios diários. À minha família pelo apoio incondicional e aos meus amigos, sobretudo à Grazielle, pelo ombro amigo e por me manterem firmes nessa caminhada.

Aos meus companheiros queridos de pós-graduação, Pedro e Jéssica, que direta ou indiretamente contribuíram com o enriquecimento deste trabalho, deixando meus dias melhores.

À Aperam South America pelo suporte no fornecimento do material e à Usiminas, em especial ao Dr. Fernando de Souza Costa, pelo apoio e colaboração técnica.

“Todas as vitórias ocultam uma abdicação”.

Simone de Beauvoir

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2: OBJETIVOS	3
2.1. Objetivo Geral.....	3
2.2. Objetivos Específicos.....	3
CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. Aços Inoxidáveis.....	4
3.1.1. Aços inoxidáveis duplex	6
3.2. Processo de Laminação	7
3.2.1. Deformação plástica.....	9
3.3. Tratamento Térmico de Recozimento	10
3.3.1. Recuperação	10
3.3.2. Recristalização e crescimento de grão	11
3.4. Textura Cristalográfica	13
3.4.1. Representação da textura cristalográfica.....	15
3.4.1.1. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	15
3.4.1.2. Figura de polo (PF).....	17
3.4.1.3. Função de distribuição de orientações (ODF).....	18
3.4.2. Textura de deformação	19
3.4.3. Textura de recristalização.....	22
3.5. Comportamento Mecânico: Metodologia de Hollomon e Jaoul-Crussard	24
CAPÍTULO 4: METODOLOGIA.....	26
4.1. Laminação a Morno e Recozimento.....	26
4.2. Tratamento Térmico de Recozimento	27
4.3. Análise Microestrutural	27
4.3.1. Microscopias ópticas (MO) e eletrônicas de varredura (MEV)	28
4.3.2. Difração de raios X (DRX)	28
4.3.3. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	29

4.4. Análise via Difração de Elétrons Retroespalhados	29
4.5. Textura Cristalográfica	29
4.6. Comportamento Mecânico	30
4.6.1. Ensaio de tração	30
4.6.2. Microdureza Vickers	31
CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
5.1. Análises Prévias ao Ensaio de Tração	32
5.1.1. Avaliação da microestrutura	32
5.1.2. Avaliação da textura cristalográfica via EBSD	37
5.1.3. Comportamento mecânico: microdureza Vickers	42
5.2. Análises Realizadas Após o Ensaio de Tração	43
5.2.1. Avaliação da microestrutura	43
5.2.2. Comportamento mecânico.....	51
5.2.2.1. Microdureza Vickers	51
5.2.2.2. Ensaio de tração.....	52
CAPÍTULO 6. CONCLUSÕES	61
CAPÍTULO 7: RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS	63
CAPÍTULO 8: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	64
REFERÊNCIAS.....	65

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1. Efeito do teor de cromo: (a) na passividade de aços-cromo expostos por 10 anos a uma atmosfera industrial; (b) na resistência de aços expostos à oxidação ao ar a altas temperaturas (1000°C) por 48 h.....	4
Figura 3.2. Representação esquemática de uma chapa contendo (a) grãos orientados aleatoriamente e (b) grãos apresentando textura cristalográfica	14
Figura 3.3. Representação esquemática dos componentes de um EBSD acoplado ao MEV	16
Figura 3.4. (a) Representação típica das bandas de <i>Kikuchi</i> em um mapa de EBSD. (b) Padrão de difração indexado de acordo com os índices de Miller	17
Figura 3.5. (a) Representação do plano de projeção e da esfera de referência a partir de uma chapa ao centro. (b) Projeção estereográfica das direções ortogonais RD, TD e ND usadas como eixos de coordenadas em uma figura de polo padrão	17
Figura 3.6. Representação de (a) Figura de polo inversa (IPF) e (b) Triângulo estereográfico de referência.....	18
Figura 3.7. Definição dos ângulos de Euler segundo Bunge	19
Figura 3.8. Espaço de Euler esquemático para representação das fibras de textura presente nos metais cfc: fibra α em vermelho, fibra β em laranja, fibra γ em verde e fibra τ , azul.....	20
Figura 3.9. Fibras características em metais ccc e representação de suas principais orientações na seção $\varphi_2 = 45^\circ$	21
Figura 3.10. ODF da fase ferrítica na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ em um AID (a) homogeneizado e (b) laminado a morno a 625°C com 90% de redução em espessura. Figuras de polo da fase austenítica em um AID (c) homogeneizado e (d) laminado a morno a 625°C com 90% de redução em espessura.....	22
Figura 3.11. (a) ODF da fase ferrítica na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ e (b) Figuras de polo da fase austenítica em um AID laminado a morno a 625°C com 90% de redução em espessura e recozido isotermicamente a 1175°C em diferentes intervalos de tempo. As	

intensidades das linhas de contorno são as mesmas das apresentadas na Figura 3.10	23
Figura 4.1. Representação do corpo de prova sub-tamanho utilizado para o ensaio de tração.....	30
Figura 5.1. Micrografias ópticas (a,c,e) e eletrônicas de varredura (b,d,f) das amostras nas condições (a,b) como fornecida e recozida (CFR), (c,d) laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) e (e,f) laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR).....	33
Figura 5.2. Mapa de fases das amostras nas condições (a) CFR, (b) 60% LMR, (c) 80% LMR. Os contornos de grão de alto ângulo estão indicados por preto e os de baixo ângulo por branco. As setas pretas indicam regiões de transição da estrutura alongada em um aspecto mais globular dos grãos	35
Figura 5.3. Difratogramas das amostras nas condições analisadas (como fornecida e recozida (CFR), laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) e laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR)).	36
Figura 5.4. Mapas de orientação da ferrita nas condições (a) CFR, (b) 60% LMR e (c) 80% LMR.	38
Figura 5.5. Mapas de orientação da austenita nas condições (a) CFR, (b) 60% LMR e (c) 80% LMR.	38
Figura 5.6. Seções de ODF das fases (a) ferrítica e (b,c,d) austenítica para todas as condições analisadas: CFR, 60% LMR, 80% LMR	40
Figura 5.7. Perfil de fratura do aço UNS S32205 nas condições analisadas no presente estudo via microscopia óptica. (a) como fornecida e recozida, (b) laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida e (c) laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR).....	43
Figura 5.8. Micrografias do aço UNS S32205 nas condições analisadas no presente estudo via MEV: como fornecida e recozida (a) longe da fratura, (b) região intermediária, (c) perto da fratura; laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (d) longe da fratura, (e) região intermediária, (f) perto da fratura; laminada a morno com	

80% de redução em espessura e recozida (g) longe da fratura, (h) região intermediária, (i) perto da fratura44

Figura 5.9. Micrografia do aço UNS S32205 na condição como fornecida e recozida via MEV. As setas indicam a formação de traços de martensita α' no interior da fase austenítica na região de fratura após ensaio de tração.45

Figura 5.10. Imagens de campo claro perto da fratura para as condições a) como fornecida e recozida (CFR); b) laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR); c) laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR); d) padrão de difração de elétrons para a amostra 80% LMR.....46

Figura 5.11. Micrografias via MET de regiões cisalhadas durante ensaio de tração em regiões mais afastadas da estrição. (a) Condição CFR; (b) Padrão de difração de elétrons em seção destacada em (a); (c) Condição 60% LMR; (d) Condição 80% LMR.48

Figura 5.12. (a) Micrografia via MET da fase austenítica na condição 60% LMR após ensaio de tração; (b) Padrão de difração de elétrons em região 1 destacada em (a); (c) Padrão de difração de elétrons em região 2 destacada em (a). A seta branca indica a formação de estruturas celulares no interior do grão austenítico.....49

Figura 5.13. Difrátogramas das amostras nas condições analisadas (como fornecida e recozida (CFR), laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) e laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR)) próximo à região de fratura após o ensaio de tração.....51

Figura 5.14. Evolução do perfil de microdureza em função da distância a partir da fratura após ensaio de tração em corpos de prova das condições analisadas52

Figura 5.15. Propriedades mecânicas extraídas do ensaio de tração em função das condições analisadas (como fornecida ou com 0% de redução; 60% de redução em espessura e 80% de redução em espessura): (a) limite de escoamento, (b) limite de resistência e (c) alongamento uniforme.....53

Figura 5.16. Curva de tensão-deformação verdadeira das amostras para as condições analisadas: como fornecida (em preto), laminada a morno com 60% de redução em

espessura (em vermelho) e laminada a morno com 80% de redução em espessura (em azul)53

Figura 5.17. Determinação do expoente de encruamento usando as análises de Hollomon e de Jaoul-Crussard para as três condições analisadas.....56

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1. Principais componentes de textura presentes nos metais cfc	20
Tabela 3.2. Componentes de textura em metais ccc	21
Tabela 4.1. Composição química do AID UNS S32205 (% em peso)	26
Tabela 4.2. Sequência de passes da laminação a morno no AID UNS S32205	27
Tabela 5.1. Testes de microdureza Vickers (carga de 2,98 N) do aço UNS S32205 após recozimento a 1050°C por 300 s para as condições como fornecida e laminadas a morno com 60% e 80% de redução em espessura	42

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1: Equação de Hollomon para a Curva de Fluxo.....	24
Equação 3.2: Análise Diferencial de Jaoul-Crussard.....	24
Equação 3.3: Equação de Ludwik.....	24
Equação 4.1: Cálculo da Energia de Falha de Empilhamento.....	28

LISTA DE NOTAÇÕES

α : Fase Ferrítica

α' : Martensita α'

χ : Fase Chi

γ : Fase Austenítica

γ_2 : Austenita Secundária

σ : Fase Sigma

AID: Aços Inoxidáveis Duplex

ASTM: *American Society for Testing and Materials*

ccc: Cúbica de Corpo Centrado

cfc: Cúbica de Face Centrada

DEMET: Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

EBSD: Difração de Elétrons Retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction*)

EDS: Espectroscopia de Energia Dispersiva

EFE: Energia de Falha de Empilhamento

HAGB: Contorno de Grão de Alto Ângulo (*High Angle Grain Boundary*)

IPF: Figura de Polo Inversa (*Inverse Pole Figure*)

LAGB: Contorno de Grão de Baixo Ângulo (*Low Angle Grain Boundary*)

LDSS: Aço Inoxidável *Lean Duplex* (*Lean Duplex Stainless Steel*)

LMR: Laminado a Morno e Recozido

MET: Microscópio Eletrônico de Transmissão

MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura

MO: Microscópio Óptico

M_i: Temperatura de Início de Transformação Martensítica

ND: Direção Normal (*Normal Direction*)

ODF: Função de Distribuição de Orientação (*Orientation Distribution Function*)

OIM: Microscopia por Orientação de Imagem (*Orientation Imaging Microscopy*)

RD: Direção de Laminação (*Rolling Direction*)

TD: Direção Transversal (*Transverse Direction*)

TRIP: Plasticidade Induzida por Transformação de Fases (*Transformation induced plasticity*)

TWIP: Plasticidade Induzida por Maclação (*Twinning Induced Plasticity*)

UFMG: Universidade Federal de Minas Gerais

XRD: Difração de Raios X (*X-Ray Diffraction*)

RESUMO

Por conta de sua combinação de propriedades favoráveis advindas da presença de fases ferrítica e austenítica, os aços inoxidáveis duplex têm ampliado sua aplicação nos diversos setores da indústria. Entretanto, pouco se tem conhecimento acerca das transformações de fases envolvidas durante a deformação e seus efeitos no comportamento mecânico do material, principalmente quando processado em temperaturas bem inferiores daquelas usualmente empregadas durante o trabalho a quente. Nesse contexto, o presente trabalho teve por objetivo investigar a evolução microestrutural e da textura cristalográfica e as propriedades mecânicas desenvolvidas em um aço inoxidável duplex UNS S32205 laminado a morno e recozido, com 60% e 80% de redução em espessura. Para tal, utilizou-se as técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e de transmissão e difração de elétrons retroespalhados. A avaliação da microestrutura, após deformação a morno e recozimento, revelou, entre a amostra 60% LMR e a 80% LMR, uma transição da estrutura do tipo bambu para um aspecto mais globular dos grãos. Também se verificou, com o aumento da redução em espessura do material, que a fase ferrítica apresentou um enfraquecimento da fibra α ($\langle 011 \rangle // RD$) e o desenvolvimento da fibra γ ($\langle 111 \rangle // ND$). Para a austenita, foi observado um enfraquecimento da componente Latão $\{110\} \langle 112 \rangle$ e um aumento da intensidade das componentes Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$ e Cu $\{112\} \langle 111 \rangle$. As propriedades mecânicas foram avaliadas por meio de ensaios de tração e microdureza Vickers, obtendo um valor médio de limite de resistência de 794 MPa e microdureza de 255 HV entre as condições avaliadas. Ensaios realizados após o ensaio de tração mostraram um aumento da microdureza próximo às regiões de fratura, o que, de acordo com resultados obtidos via MET, estaria associado a formação de martensita induzida por deformação, a qual apresentou uma relação de orientação Nishiyama-Wassermann (N-W) $\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha} \langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 001 \rangle_{\alpha}$ com a matriz austenítica. Ainda, foi observado em regiões afastadas da estrição a formação de martensita ϵ como fase precursora de α' , detendo a relação de Shoji-Nishiyama (S-N) $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 2110 \rangle_{\epsilon}$ com a fase γ . Avaliações das curvas de fluxo revelaram estágios bem definidos envolvidos no processo de encruamento do aço, elucidando os mecanismos de deformação secundários atuantes durante a deformação plástica.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex; Laminação a morno; Recozimento; Textura cristalográfica; Transformação de fase.

ABSTRACT

Due to the good combination of properties resulted from the presence of ferritic and austenitic phases, duplex stainless steels have been increasing their application on several industries sectors. However, there is a significant lack of knowledge on the phase transformations that occur during deformation and their effect on the mechanical behavior of the material, especially when they are processed in temperatures lower than the usual applied during hot working. In this context, the aim of this work was to investigate the microstructural and the texture evolution and the mechanical properties developed in a warm rolled and annealed UNS S32205 duplex stainless steel, with 60% and 80% thickness reduction. To do this, optical, scanning and transmission electron microscopy, and electron backscatter diffraction were used as main techniques. The microstructure evaluation revealed, after warm rolling and annealing processes, a transition of bamboo type into a pearl structure from the 60% WRA sample to the 80% WRA. Moreover, the ferrite phase presented a weakening of α -fiber, ($\langle 011 \rangle // RD$), and a development of γ -fiber, ($\langle 111 \rangle // ND$), as the level of thickness reduction increased. For the austenite, it was noted a weakening of $\{110\} \langle 112 \rangle$ Brass component and an increase in intensity of $\{110\} \langle 001 \rangle$ Goss and $\{112\} \langle 111 \rangle$ Copper components. The mechanical properties were assessed through tensile tests and Vickers microhardness, obtaining a tensile strength average of 794 MPa and microhardness of 255 HV between the analyzed conditions. Post deformation tests demonstrated an increase of microhardness towards the fractured regions, which according to TEM results was associated with the formation of deformation induced martensite. The orientation relationship developed between γ and α' -martensite was the $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha \langle 110 \rangle_\gamma // \langle 001 \rangle_\alpha$ Nishiyama–Wassermann (N-W). It was also noticed, at regions distant from fracture, the formation of ϵ -martensite, consider as a precursor for α' , in a Shoji-Nishiyama (S-N) $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 2110 \rangle_\epsilon$ orientation relationship with γ phase. Multi-stage work hardening behavior was observed through Hollomon and Jaoul-Crussard analysis, which confirmed the presence of secondary deformation mechanisms during the plastic deformation of the steel.

Keywords: Duplex stainless steel; Warm rolling; Annealing; Crystallographic texture; Phase transformation.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são ligas caracterizadas por uma microestrutura bifásica contendo frações volumétricas similares de ferrita (α) e austenita (γ). Tal configuração resulta em uma combinação favorável das propriedades das duas fases, de modo que os aços duplex apresentam boa resistência mecânica, tenacidade, soldabilidade e, devido ao elevado teor de cromo e à presença de outros elementos de liga como o molibdênio, excelente resistência à corrosão. Dessa forma, esses aços são amplamente usados em indústrias químicas, petroquímicas, energia, óleo e gás, e papel e celulose.

A rota de processamento usual para os AID envolve um trabalho a quente inicial seguido de laminação a frio e, normalmente, um tratamento térmico de recozimento final. Entretanto, uma vez que o trabalho a quente demanda um elevado gasto energético, o processamento do material a temperaturas inferiores, como na laminação a morno, tem se tornado uma opção alternativa mais interessante. Como consequência, materiais próximos à forma final podem ser produzidos, com o processo de laminação a frio podendo ser reduzido ou até mesmo eliminado e, em alguns casos, o tratamento térmico adicional evitado.

Além disso, os AID requerem um processamento metalúrgico cuidadoso devido às características das segundas fases que podem ser formadas. Em temperaturas acima de 700°C ou após longos períodos de aquecimento em temperaturas inferiores, fases deletérias, como sigma (σ) e chi (χ), podem ser formadas, resultando em uma degradação das propriedades do material. Por serem fases duras, a precipitação das fases σ e χ causam um efeito significativo de fragilização desses aços.

Durante a deformação plástica, as duas fases presentes nos aços duplex não exibem o mesmo comportamento. A fase ferrítica, com estrutura ccc, tem uma alta energia de falha de empilhamento (EFE) e, por apresentar numerosos sistemas de deslizamento, a deformação ocorre principalmente por escorregamento de deslocações. Por outro lado, a fase austenítica, com estrutura cfc, tem uma menor EFE e menos sistemas de deslizamento, se deformando através de escorregamento de deslocações, maclação (efeito TWIP) ou por transformação martensítica induzida por deformação (efeito TRIP).

Por conseguinte, a deformação plástica realizada durante o processo de conformação além de modificar as propriedades dos materiais policristalinos, por meio do aumento

da densidade de defeitos, também provoca alterações na microestrutura do material e o desenvolvimento de uma textura cristalográfica específica, afetando diretamente o comportamento anisotrópico do mesmo. No caso dos aços duplex, a textura de deformação formada é similar à dos aços monofásicos, ou seja, se desenvolve independentemente da fase adjacente.

Por sua vez, o tratamento térmico de recozimento é caracterizado por um aquecimento do material a uma temperatura suficiente para ocorrer uma redução da energia armazenada durante a laminação, o que acontece por meio dos processos de rearranjo e aniquilação de deslocamentos e eliminação de defeitos pontuais. Esse tratamento térmico é composto pelas etapas de recuperação, recristalização e crescimento de grão e, como resultado, promove a formação de grãos livres de defeitos, que, ao final do processo, garantem certa tenacidade ao material.

Devido aos vários mecanismos de deformação presentes na austenita, a força motriz para a recristalização nessa fase é maior do que para a ferrita, de modo que, durante o recozimento, a ferrita passa por extensa recuperação enquanto na austenita ocorre recristalização. Sendo assim, o recozimento também influencia a evolução da microestrutura e da textura durante o processamento dos aços e, conseqüentemente, seu comportamento mecânico. Dessa forma, compreender a microestrutura desenvolvida em ambas as fases de um aço inoxidável duplex após os processos de laminação a morno e recozimento se torna de grande interesse científico, tecnológico e industrial.

Neste trabalho foi avaliada a evolução da microestrutura e microtextura cristalográfica do aço inoxidável duplex UNS S2205 após laminação a morno e recozimento, e a sua influência nas propriedades mecânicas. Para isso, uma investigação acerca do comportamento mecânico dos aços, por meio de ensaios de microdureza Vickers, juntamente com a modelagem da curva de fluxo obtida no ensaio de tração, foi realizada a fim de se verificar mudanças de mecanismos durante a deformação plástica. Ademais, o efeito do processamento termomecânico na morfologia das fases presentes no AID e as transformações de fases resultantes da deformação foram determinadas via difração de elétrons retroespalhados (EBSD), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET).

CAPÍTULO 2: OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

O objetivo geral do presente trabalho consistiu em verificar a evolução da microestrutura, textura cristalográfica e desempenho mecânico após laminação a morno (com 60% e 80% de redução de espessura) e tratamento térmico de recozimento no aço inoxidável duplex UNS S32205.

2.2. Objetivos Específicos

Foram objetivos específicos deste projeto:

- Avaliar a microestrutura e a morfologia das fases em função da porcentagem de deformação a morno e recozimento;
- Estabelecer uma relação entre a evolução microestrutural e a microtextura cristalográfica formada após o tratamento de recozimento;
- Analisar a influência do processamento termomecânico e do tratamento térmico final nas propriedades mecânicas do material, por meio de ensaios de microdureza Vickers e de tração;
- Realizar modelagem da curva de fluxo do ensaio de tração para correlacionar o comportamento mecânico com a microestrutura apresentada;
- Verificar a transformação de fases induzida por deformação após ensaio de tração por metalografia qualitativa.

CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são ligas ferrosas à base de cromo que foram desenvolvidas com o intuito de aumentar a resistência à corrosão e à oxidação dos aços quando submetidos a ambientes hostis. Essas ligas contém cromo em alto teor, com no mínimo 12% Cr em solução sólida, e outros elementos de liga, que conferem as propriedades finais desejadas [1,2].

O cromo é o principal elemento de liga responsável pela resistência à corrosão destes aços, uma vez que, por ser um elemento menos nobre que o ferro nas séries eletroquímicas, forma rapidamente uma fina camada de óxido aderente à superfície quando em contato com um meio oxidante. Esta camada de óxido de cromo é uma barreira passiva, invisível, contínua e impermeável, que protege os aços inoxidáveis de ambientes agressivos mesmo a elevadas temperaturas. O efeito favorável deste elemento é aparente mesmo para pequenas concentrações, como demonstrado na Figura 3.1 (a), onde se observa uma redução gradual da tendência à corrosão na medida em que o seu teor aumenta na liga, atingindo valores mínimos na região dos aços inoxidáveis. Além disso, nota-se um comportamento semelhante com relação à tendência à oxidação a altas temperaturas com o aumento do teor de cromo, contudo, o efeito do elemento é mais positivo, neste caso, para concentrações acima de 20% em peso (Fig. 3.1(b)) [1,3,4].

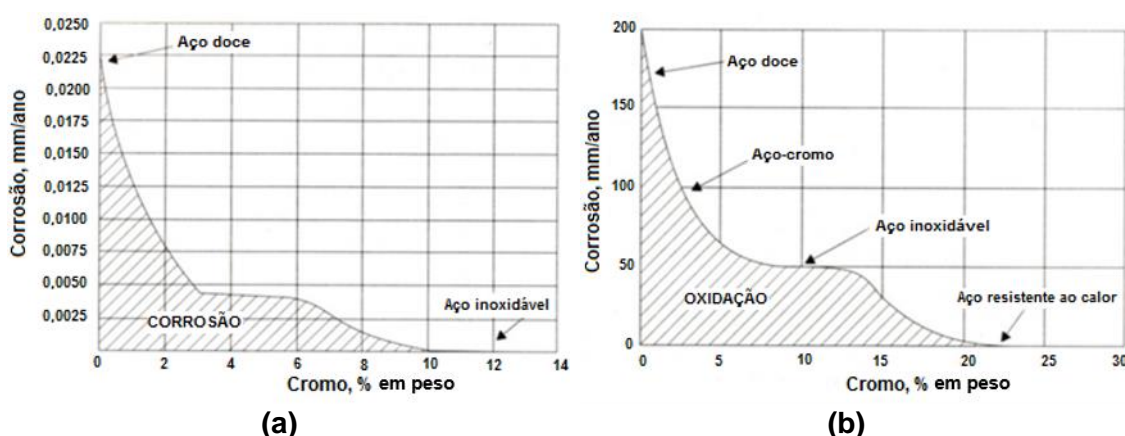


Figura 3.1. Efeito do teor de cromo: (a) na passividade de aços-cromo expostos por 10 anos a uma atmosfera industrial; (b) na resistência de aços expostos à oxidação ao ar a altas temperaturas (1000°C) por 48 h. Adaptado de [1].

A adição de cromo na liga Fe-C resulta em uma redução do campo de estabilidade da austenita, já que, por ser um elemento alfa-gênico, um aumento do conteúdo de Cr

provoca uma expansão do campo de Fe- α . Dessa forma, para composições referentes às dos aços inoxidáveis, a ferrita se torna completamente estável da temperatura ambiente até a temperatura *solidus*, onde se tem a fusão da liga. Entretanto, assim como ocorre para a ferrita com o Cr, alguns elementos de liga, dentre eles Ni e Mn, são estabilizadores de Fe- γ , de modo que sua adição restringe bastante o campo de Fe- α . Essas possíveis diferenças de composição e, conseqüentemente, de microestrutura, promoveram a divisão dos aços inoxidáveis em quatro classes principais: austeníticos, ferríticos, martensíticos e duplex [2-4].

Os aços inoxidáveis austeníticos incluem principalmente ligas do tipo Fe-Cr-Ni, contendo de 18% a 30% Cr, 8% a 20% Ni e 0,03% a 0,1% C em peso, cujas temperaturas de início de transformação martensítica (M_i) são relativamente baixas, o que resulta em uma estrutura austenítica (cúbica de face centrada – cfc) à temperatura ambiente [2,5]. Estes aços apresentam elevada ductilidade, conformabilidade, baixo limite de escoamento e alto limite de resistência, além de contabilizar por cerca de 70% da produção mundial de aços inoxidáveis. Ademais, por não possuírem transição de comportamento à fratura dúctil-frágil, são excelentes para aplicações a baixas temperaturas. Por outro lado, tais ligas se tornam mais dispendiosas devido à maior concentração de níquel e podem sofrer mais facilmente o processo de sensitização, caracterizado pela precipitação de carbonetos ao longo dos contornos de grão com enfraquecimento de sua resistência à corrosão [3,4].

No caso específico dos aços inoxidáveis ferríticos, tem-se uma estrutura predominantemente ferrítica (cúbica de corpo centrado – ccc), com composição variando entre 15% a 30% Cr e cerca de 0,12% C em peso, para toda a faixa de temperatura, com ausência, portanto, de transformação de fases no estado sólido [2]. Dessa forma, como não podem ser completamente austenitizados, estes aços não podem ser endurecidos por meio de tratamento térmico, sendo comumente conformados a frio, o que confere aos mesmos maior resistência mecânica, e usados na condição recozida [4]. Quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos, os aços ferríticos apresentam valores de limite de escoamento ligeiramente superiores, mas menores expoentes de encruamento. Devido a sua conformabilidade moderada e menor custo de produção, essas ligas são largamente utilizadas em processos de estampagem profunda para fabricação de eletrodomésticos e na indústria automobilística [6,7].

Aços inoxidáveis martensíticos possuem tipicamente a faixa mais baixa de conteúdo de cromo dos aços inoxidáveis (entre 11,5% a 18% em peso), e, portanto, apresentam menores resistências à corrosão. Por outro lado, este baixo teor de Cr permite que a concentração de carbono varie de 0,1% a 1,1% em peso, e que, conseqüentemente, martensitas com diferentes durezas sejam produzidas. Os aços inoxidáveis martensíticos são obtidos a partir de aços tratados na condição austenítica para formar martensita, por meio de um processo de resfriamento rápido conhecido como têmpera. Estes aços são usualmente empregados em componentes que exigem elevadas propriedades mecânicas, como resistência mecânica, dureza e resistência ao desgaste, e moderada resistência à corrosão [2,8,9].

A última classe é a dos aços inoxidáveis duplex, que são caracterizados por uma estrutura bifásica contendo frações volumétricas aproximadamente iguais de austenita e ferrita. Esta configuração tem como efeito uma combinação favorável das propriedades de ambos os aços, de modo que os aços duplex possuem uma resistência mecânica maior que os austeníticos, maior tenacidade que os ferríticos, boa soldabilidade e, devido ao elevado teor de Cr e à presença de outros elementos de liga, como o molibdênio, elevada resistência à corrosão. Como resultado, estes aços são amplamente utilizados nas indústrias química, petroquímica, papel e celulose, energia e petróleo e gás [10,11].

3.1.1. Aços inoxidáveis duplex

A microestrutura dos aços inoxidáveis duplex (AID) conhecida hoje foi inicialmente descrita por Bain e Griffiths em 1927, mas apenas na década de 30 é que estes aços se tornaram comercialmente disponíveis. A maior parte dos AID se solidifica na forma de ferrita e, posteriormente, com o resfriamento, sofre uma transformação parcial obtendo austenita. Os aços duplex são projetados para ter 50% de fase α e 50% de γ , em fração volumétrica, de modo que para se produzir tal estrutura é necessário um balanço adequado entre os elementos de liga alfa-gênicos (Mo, Ti, Nb, Si, Al) e os elementos gama-gênicos (Ni, Mn, C, N), além de se aumentar o teor de cromo para valores acima de 20% em peso. Observa-se, então, que as proporções de ferrita e austenita presentes dependem diretamente da composição e do tratamento térmico da liga [11,12].

A presença de elementos de liga formadores de segundas fases, como Cr e Mo, tornam a ferrita mais instável e propensa a se transformar em intermetálicos, nitretos e

carbonetos durante tratamentos térmicos em temperaturas entre 300°C e 1000°C. A fase frágil mais comumente observada é a fase sigma (σ), que se precipita com a austenita secundária (γ_2) em temperaturas aproximadas de 900°C. Nesta faixa de temperatura até 700°C, também é possível se formar em nitretos de cromo Cr_2N (ϵ), a depender da taxa de resfriamento da liga. A fase chi (χ) normalmente é observada como um precipitado intermediário, cuja estabilidade se dá em temperaturas inferiores às da fase σ (800°C). Para essas fases que se formam a elevadas temperaturas, nota-se que as fases σ e χ apresentam um efeito significativo de fragilização, enquanto a fase γ_2 atua reduzindo a resistência à corrosão média do aço. Ainda, pode-se ter a formação de fases R, π , τ , partículas de ϵ -Cu e carbonetos do tipo M_7C_3 e M_{23}C_6 . Em temperaturas mais baixas, a solubilidade na ferrita se reduz fortemente, podendo ocorrer segregação de Cr nos grãos de ferrita com consequente decomposição espinodal dessa fase. Essa transformação é conhecida como fragilização a 475°C (ocorre principalmente entre 300°C e 500°C) e resulta na formação da fase α' , com subsequente endurecimento e fragilização da ferrita [2,11,12].

3.2. Processo de Laminação

A laminação é o processo de conformação mecânica mais amplamente utilizado para se deformar plasticamente o material, visto sua alta produção e possibilidade de controle do produto final. Nesta operação, o material passa por entre cilindros de laminação, estando sujeito a uma elevada tensão compressiva exercida em sua superfície. Dessa forma, o principal objetivo do processo é promover a redução da espessura do material a cada passe de laminação, de modo que, conseqüentemente, tem-se um aumento proporcional de seu comprimento devido ao princípio de conservação de volume [13,14]. A rota de processamento comumente utilizada na produção de aços inoxidáveis duplex envolve uma etapa inicial de laminação a quente seguida de laminação a frio e, normalmente, um tratamento térmico de recozimento final [15].

O processo de laminação a quente é caracterizado pelo início da transformação do lingote ou placa advindos da aciaria em um material cuja forma atenda às especificações finais do produto. Nessa etapa, o material é deformado plasticamente em uma temperatura acima de sua temperatura de recristalização, podendo atingir valores da ordem de 1250°C no caso dos aços. Durante o trabalho a quente, o metal é continuamente recristalizado e, com o aumento da deformação, é possível se obter uma redução efetiva do tamanho de grão do material. Em temperaturas elevadas, o metal

apresenta baixo limite de escoamento e elevada ductilidade, de modo que grandes deformações plásticas podem ser realizadas sem se ter o endurecimento no material. Além disso, imperfeições originalmente presentes no material podem ser minimizadas ou até eliminadas e diferenças de composições entre a superfície e o centro da placa, reduzidas. Contudo, tem-se um acabamento superficial ruim devido à presença de oxidação e um baixo controle dimensional resultante da contração decorrente do resfriamento [3,16].

Por outro lado, na laminação a frio objetiva-se um produto com melhor acabamento superficial e tolerância dimensional. Neste caso, o processamento ocorre em temperaturas relativamente baixas quando comparadas à temperatura de fusão da liga e podem ser atingidas reduções de 50% a 90% em espessura. Durante o trabalho a frio, uma elevada tensão exercida pelos cilindros na superfície do material se torna necessária para se promover a redução da seção transversal. Dessa forma, grande parte da energia despendida no processo é liberada na forma de calor, enquanto que o restante é retido na forma de defeitos cristalinos. Conseqüentemente, além da modificação na microestrutura promovida pelo alongamento dos grãos na direção de laminação, há alteração nas propriedades do material devido ao seu encruamento, como o aumento da resistência e da dureza, e a redução da ductilidade [13,17].

Na laminação a morno, o aço é laminado em temperaturas intermediárias, dentro do campo de estabilidade da ferrita (650°C – 800°C), sem a necessidade de ser completamente austenitizado. Dessa forma, a temperatura na qual ocorre a mudança de fase de austenita (cfc) para ferrita (ccc) define a temperatura abaixo da qual se tem a laminação a morno propriamente dita. Uma vez que o trabalho a quente demanda um elevado gasto energético, a laminação a morno se torna uma opção atrativa por empregar menores temperaturas de aquecimento, o que reduz as perdas energéticas, o desgaste dos cilindros de laminação e, conseqüentemente, os custos do processo. Além disso, por produzir materiais próximos às condições finais desejadas, com propriedades adequadas e dimensões especificadas, o trabalho a frio posterior pode ser reduzido ou até mesmo eliminado e, em alguns casos, não se faz necessário tratamento térmico final [15,18,19].

O processo de laminação dos aços inoxidáveis duplex ocorre com o desenvolvimento de uma morfologia bandeada em um arranjo alternado das fases ferrítica e austenítica [19,20]. Tal desenvolvimento microestrutural está relacionado ao fato de que, durante a laminação, a presença de uma segunda fase não influencia no mecanismo de

deformação da primeira, ou seja, a ferrita e a austenita presentes no AID se deformam como materiais monofásicos independentemente uma da outra. Ainda, a acomodação da deformação ocorre majoritariamente nos contornos entre as fases na direção de laminação [20,21].

3.2.1. Deformação plástica

No processo de laminação, ambas as fases presentes nos AID se alinham na direção de laminação, de modo que a microestrutura se torna morfologicamente anisotrópica, além de se ter o desenvolvimento de uma textura cristalográfica de deformação específica em cada fase [22,23]. Não obstante, o processo ainda resulta em uma deformação permanente do material com o aumento da densidade dos defeitos cristalinos na estrutura.

Durante a deformação plástica desses aços, a ferrita e a austenita não exibem o mesmo comportamento, uma vez que, devido às características estruturais, a deformação não é distribuída de forma homogênea entre as duas fases [22]. A ferrita, por apresentar uma estrutura ccc, com numerosos sistemas de escorregamento, se deforma principalmente por deslizamento de planos cristalinos causado por movimentação de deslocações. Dessa forma, devido a essa elevada mobilidade, os processos de aniquilação e rearranjo das mesmas são favorecidos pelos mecanismos de escorregamento cruzado (*cross-slip*) e escalagem (*climb*), resultando em uma menor densidade de deslocações e em uma alta energia de falha de empilhamento (EFE) na estrutura ferrítica [23-25].

Por outro lado, a fase austenítica, com estrutura cfc, pode-se deformar por movimentação de deslocações, maclação mecânica (efeito TWIP), ou por transformação martensítica induzida por deformação (efeito TRIP). Contudo, por ter uma baixa mobilidade de deslocações (deslocações parciais mais afastadas) devido ao menor número de sistemas de escorregamento em sua estrutura, os fenômenos de deslizamento cruzado e escalagem são dificultados. Como resultado, as deslocações ficam mais homogêneas espalhadas no grão encruado e a estrutura apresenta uma EFE consideravelmente menor quando comparada com a ferrita. Dessa forma, a austenita detém uma maior capacidade de encruamento além de apresentar maiores valores de energia armazenada [22-25].

Como resultado desses fatores, durante o tratamento térmico de recozimento, os mecanismos de amaciamento que se desenvolvem nas fases presentes também se

tornam diferentes. Por apresentar um maior valor de EFE, a ferrita passa por um extenso processo de recuperação enquanto que a austenita, com menor EFE, desenvolve recristalização preferencialmente em heterogeneidades que possuem uma grande quantidade de defeitos cristalinos, como interfaces entre as fases, maclas de deformação e bandas de cisalhamento. Isso ocorre pois, uma vez que essas regiões retêm grande parte da energia de deformação, elas desempenham um papel importante no início do processo de recristalização, servindo de locais preferenciais para a nucleação e crescimento de grãos [22,26].

3.3. Tratamento Térmico de Recozimento

Durante a conformação plástica do material, tem-se a elevação de sua energia livre devido ao aumento da densidade de defeitos cristalinos. Essas alterações no reticulado do metal resultam em um campo de tensões nas regiões deformadas, o que torna o material termodinamicamente instável. A aplicação, então, de um tratamento térmico posterior à deformação plástica, serve para que processos termicamente ativados, como a difusão no estado sólido, sejam favorecidos, possibilitando a execução de mecanismos que promovam o desaparecimento ou o rearranjo de tais defeitos em uma configuração de menor energia, a fim de se eliminar ou minimizar as tensões geradas [27,28].

O recozimento, então, é um tipo de tratamento térmico que tem por finalidade promover o amaciamento do material com consequente alteração da microestrutura, textura e propriedades mecânicas. Tais alterações ocorrem basicamente por meio dos processos de recuperação e recristalização, etapas que governam o recozimento e que são fortemente dependentes da temperatura de tratamento e da porcentagem de deformação aplicada ao material [29,30].

3.3.1. Recuperação

O processo de recuperação refere-se a mudanças que ocorrem no material deformado antes da recristalização e que resultam em uma restauração parcial de suas propriedades antes da deformação. A ocorrência do processo em metais está associada ao tipo de material, à sua pureza, ao grau de deformação ao qual o material foi submetido e às temperaturas aplicadas durante a laminação e recozimento [27].

A formação de deslocamentos para acomodar a deformação plástica leva a um aumento da energia livre do material, de modo que a recuperação ocorre, então, principalmente

por mudanças na estrutura das deslocações com o intuito de reverter este acréscimo. Durante o tratamento térmico, os processos de aniquilação de deslocações de sinais opostos e rearranjo das mesmas em configurações de menor energia se sucedem a fim de reduzir a energia armazenada na estrutura. Tais processos ocorrem por meio dos mecanismos de escorregamento cruzado e escalada, onde deslocações de mesmo sinal agrupam-se em subcontornos de grãos (ou contornos de baixo ângulo), minimizando seus campos de tensão, enquanto que deslocações de sinais contrários se subtraem [23].

Durante a recuperação, mudanças microestruturais no material ocorrem em pequena escala e, por essa razão, o processo normalmente é avaliado de forma indireta pelas variações nas propriedades físicas ou mecânicas, como limite de escoamento, resistividade elétrica e dureza [23]. Nesse contexto, a EFE se torna um parâmetro importante a se considerar, visto que determina as taxas com que ocorrem a escalada ou o escorregamento das deslocações. Em metais com baixa EFE, os quais não apresentam estrutura celular após a deformação a frio, como os aços inoxidáveis austeníticos, a escalada é dificultada, de modo que pouca recuperação ocorre antes da recristalização. Por outro lado, em metais com alta EFE, como é o caso dos aços inoxidáveis ferríticos, a escalada ocorre rapidamente, tendo-se um significativo processo de recuperação com consequente diminuição da energia interna devido ao rearranjo de deslocações [27].

Considerando que a força motriz para as etapas do recozimento é a energia armazenada durante a deformação plástica, na medida em que se estabelecem os parâmetros associados à recuperação, há o detrimento daqueles que promovem a recristalização, ou seja, as etapas competem entre si reduzindo a susceptibilidade do material à ocorrência de outro fenômeno. Dessa forma, regiões que possuem um menor grau de deformação estarão susceptíveis a um processo mais extenso de recuperação, enquanto que regiões de maiores deformações desenvolverão preferencialmente a recristalização [28].

3.3.2. Recristalização e crescimento de grão

A recristalização pode ser entendida como alterações na microestrutura do material decorrentes do tratamento térmico onde se tem a formação de novos grãos livres de deformação, com menor energia retida. O processo está associado à eliminação de defeitos na microestrutura por formação e migração de contornos de alto ângulo. Em

outras palavras, envolve mecanismos que promovem o rearranjo de deslocamentos dando origem a regiões livres de defeitos que, quando associadas a contornos de alto ângulo de alta mobilidade, migram facilmente sobre a matriz encruada. Dessa forma, na medida em que a transformação avança, a região recristalizada aumenta tendendo a consumir as regiões ainda deformadas [27,28].

A recristalização primária é convenientemente dividida em dois regimes: nucleação e crescimento. Na etapa de nucleação tem-se o aparecimento dos primeiros novos grãos na microestrutura. Os núcleos que dão origem a esses novos grãos recristalizados passam a existir assim que o material é deformado, uma vez que subestruturas de deformação com altas diferenças de orientações locais, como bandas de transição e cisalhamento, podem constituir locais propícios para conter núcleos pré-formados para o início da recristalização. Já durante a etapa de crescimento, os novos grãos se desenvolvem, consumindo o material deformado. Ainda, a nucleação e o crescimento de grãos desempenham um papel importante na textura final da recristalização, uma vez que determinam o tamanho e a orientação dos novos grãos formados na microestrutura [23].

De acordo com os princípios da recristalização, uma deformação mínima é necessária para fornecer a energia utilizada como força motriz para a nucleação e o crescimento, dando início ao processo de recristalização. Conseqüentemente, o aumento do grau de deformação além de promover um aumento na energia retida pelo material, fornece uma maior quantidade de sítios para a nucleação. Dessa forma, a temperatura na qual se terá a recristalização reduz, já que grande parte da energia necessária se encontra armazenada na estrutura. Além disso, uma vez que os mecanismos que controlam a recristalização são termicamente ativados, a temperatura na qual se tem a ocorrência do fenômeno decresce à medida que o tempo de recozimento aumenta, obedecendo à cinética proposta pela equação de Arrhenius [27].

Quando a recristalização se completa, a microestrutura de grãos recristalizados ainda não está totalmente estabilizada, de modo que a quantidade de contornos de grãos existentes passa a exercer um papel fundamental como potencial termodinâmico para o crescimento. Neste caso, como a força motriz para o processo se encontra na energia superficial dos contornos, à medida que o tamanho de grão cresce, ocorre conseqüente redução do número de grãos por unidade de volume e diminuição da área total de contornos, resultando em um decaimento da energia total a eles associada [28,30].

O crescimento de grão pode ocorrer de duas formas: i) contínua - com o coalescimento uniforme dos grãos, aumentando seu tamanho médio, o que caracteriza o crescimento de grão normal e ii) descontínua - com o crescimento acentuado de apenas alguns grãos, processo conhecido como recristalização secundária ou crescimento anormal de grãos. Durante o crescimento normal, a microestrutura atinge um estado quase estacionário, no qual o tamanho médio dos grãos se torna praticamente invariante. Por outro lado, na recristalização secundária, há o crescimento preferencial de alguns poucos grãos, que atingem dimensões fora do comum, consumindo a matriz de grãos menores. Em seus estágios intermediários, esse crescimento anormal leva a uma distribuição bimodal de tamanhos de grãos, que desaparece ao final do processo [23].

Para que a recristalização secundária ocorra, é necessário que o crescimento normal de grãos seja inibido ou impedido. Dessa forma, fatores que influenciam o crescimento de grão passam a ter significativa importância no atraso ou eliminação da recristalização em questão. A temperatura de tratamento influencia fortemente na mobilidade dos contornos de grão de alto ângulo, favorecendo o processo de crescimento ao ceder energia para o sistema. A presença de impureza em solução sólida retarda o crescimento de grão ao ancorar os contornos, contudo não é suficiente para estabilizar de maneira concreta a estrutura da matriz. Consequentemente, apenas a presença de partículas de segunda fase, textura pronunciada e limitações na espessura da amostra são fatores que podem efetivamente impedir o crescimento de grão [23,27].

3.4. Textura Cristalográfica

Os metais policristalinos são constituídos por grãos que, individualmente, podem apresentar orientações cristalográficas diferentes dos grãos adjacentes. De forma geral, esses grãos podem estar orientados aleatoriamente com relação a um sistema de referência (Fig. 3.2 (a)) ou apresentarem orientações particulares, em maior ou menor grau, o que caracteriza a textura cristalográfica (Fig. 3.2 (b)). Essa distribuição de orientações não aleatórias pode-se desenvolver em materiais metálicos durante o processamento e produzir uma condição de anisotropia no material, com o desenvolvimento de propriedades mecânicas direcionais [23].

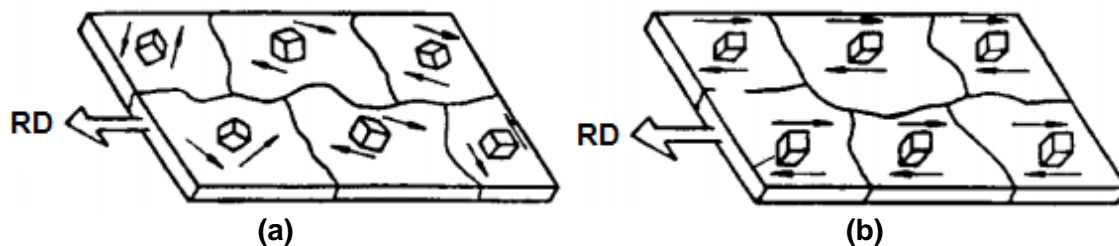


Figura 3.2. Representação esquemática de uma chapa contendo (a) grãos orientados aleatoriamente e (b) grãos apresentando textura cristalográfica. Adaptado de [31].

Durante a conformação mecânica, a deformação plástica ocorre principalmente por deslizamentos de determinados planos cristalinos, que tendem a se orientar de maneira preferencial com respeito à direção de máxima deformação. Nesse processo, o reticulado cristalino sofre rotação, por deslizamento de planos ou por maclação, para orientações favoráveis, estabelecendo a textura de deformação. O tipo de orientação preferencial que se desenvolve depende fortemente do número e tipo de sistemas de deslizamento disponíveis, da orientação inicial dos grãos antes da deformação, da mudança de forma imposta na conformação devido à direção de deformação principal e da temperatura em que o material foi deformado [13,23].

As formas de representação comumente utilizadas para se analisar as texturas cristalográficas em um material são por meio de componentes ou fibras. As componentes de textura são utilizadas para representação da distribuição de orientações em uma pequena quantidade de orientações específicas. Já a representação por fibras parciais, diz respeito a uma faixa de orientações que se encontram limitadas a um determinado grau de liberdade (rotação) com relação a um eixo fixo. As fibras podem ser definidas em termos dos eixos da amostra ou em termos de coordenadas cristalográficas [32].

Além disso, a abordagem habitualmente usada para definir as orientações da textura cristalográfica em uma chapa laminada envolve a notação pelos índices de Miller $\{hkl\}$ e considera as direções ortogonais: direção de laminação (RD, *rolling direction*), direção normal (ND, *normal direction*) e direção transversal (TD, *transversal direction*). Dessa forma, a componente de textura é apresentada por um plano cristalográfico $\{hkl\}$ de grãos paralelos à superfície da amostra, seguido da direção cristalográfica $\langle uvw \rangle$ desses grãos que é paralela à direção de laminação [33].

Quando, após a laminação, o material passa pelo tratamento térmico de recozimento alterações na textura de deformação podem ocorrer. Em temperaturas mais baixas de tratamento, onde ocorre apenas a ativação do fenômeno de recuperação, pequena ou

nenhuma modificação será verificada na textura. Por outro lado, em temperaturas mais altas, nas quais se tem o processo de recristalização, geralmente ocorre o aparecimento de uma nova textura diferente da textura de deformação, denominada textura de recristalização. O subsequente crescimento normal de grão não provoca alterações significativas na textura formada, contudo, caso ocorra a recristalização secundária uma textura diferente das de deformação e recristalização pode ser originada [23].

3.4.1. Representação da textura cristalográfica

Do ponto de vista macroscópico, o processo de análise da textura cristalográfica baseia-se no método de difração de raios X usando um goniômetro de textura, por meio do qual se obtém um perfil médio de intensidades difratadas referente a todo o volume da amostra. Tal abordagem provê uma visão geral das orientações cristalográficas presentes no material, contudo, não é possível estabelecer uma relação entre a textura observada e a microestrutura dos grãos avaliados. Dessa forma, a aplicação de métodos de avaliação da microtextura se torna mais eficiente, uma vez que correlaciona a orientação estatística de grãos individuais com a localização espacial desses. Como consequência, alguns fenômenos locais podem ser avaliados, como parâmetros e propriedades interfaciais, parâmetros morfológicos e geométricos dos grãos, variações de orientação dentro de grãos individuais, efeito das propriedades locais, relações entre as fases e medições diretas da função de distribuição de orientação (ODF) [34].

Dessa forma, o presente trabalho empregará a técnica EBSD acoplado a um microscópio eletrônico de varredura, a fim de coletar tanto os aspectos morfológicos da microestrutura quanto os cristalográficos.

3.4.1.1. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

O método mais amplamente usado para determinação da microtextura e caracterização cristalográfica de metais compreende um sistema de EBSD acoplado ao MEV, como ilustrado na Figura 3.3. Este conjunto permite de forma ágil a análise de imagem e dados cristalográficos por meio da difração de elétrons incidentes na amostra [34].

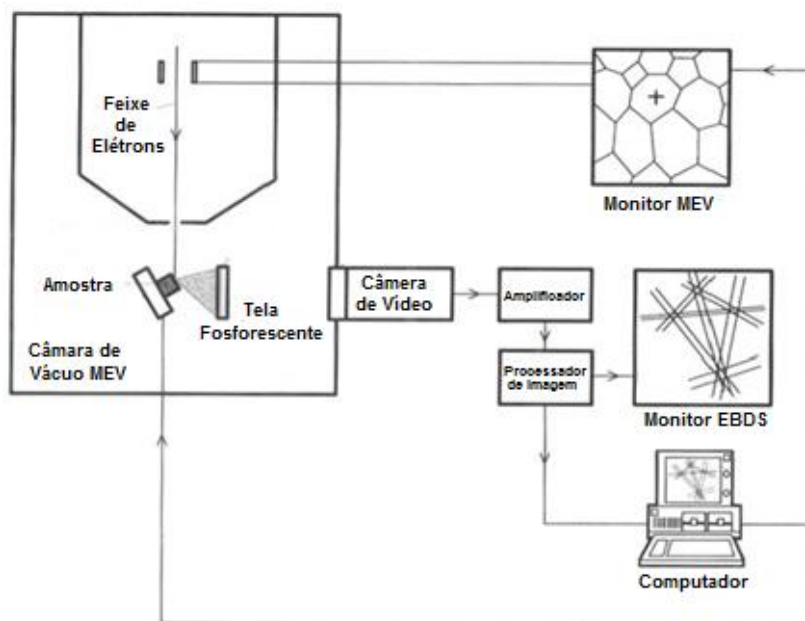


Figura 3.3. Representação esquemática dos componentes de um EBSD acoplado ao MEV [34].

A técnica de EBSD consiste no posicionamento da amostra dentro da câmara do MEV em uma determinada angulação, de modo a favorecer o espalhamento de elétrons em todas as direções quando o feixe penetrar o sólido cristalino. A inclinação formada entre a superfície da amostra e o feixe incidente tem medida aproximada de 70° , uma vez que, neste caso, uma maior proporção de elétrons retroespalhados capazes de serem difratados e escaparem da superfície da amostra é produzida. A então incidência desses elétrons sobre uma tela fosforescente emite sinais que são capturados por uma câmera de vídeo e indexados na forma de um mapa de EBSD por meio de um processador de imagens. O padrão de difração é formado a partir da interação dos elétrons com os planos cristalográficos da amostra, dando origem a um conjunto de linhas paralelas denominadas linhas de *Kikuchi* (Fig. 3.4 (a)). Dessa forma, como os resultados obtidos são característicos de cada estrutura cristalina presente, o mapeamento e a identificação dos ângulos formados entre essas linhas fornece a distribuição cristalográfica de acordo com os índices de Miller, possibilitando, então, a interpretação dos mapas de EBSD gerados (Fig. 3.4 (b)) [34,35].

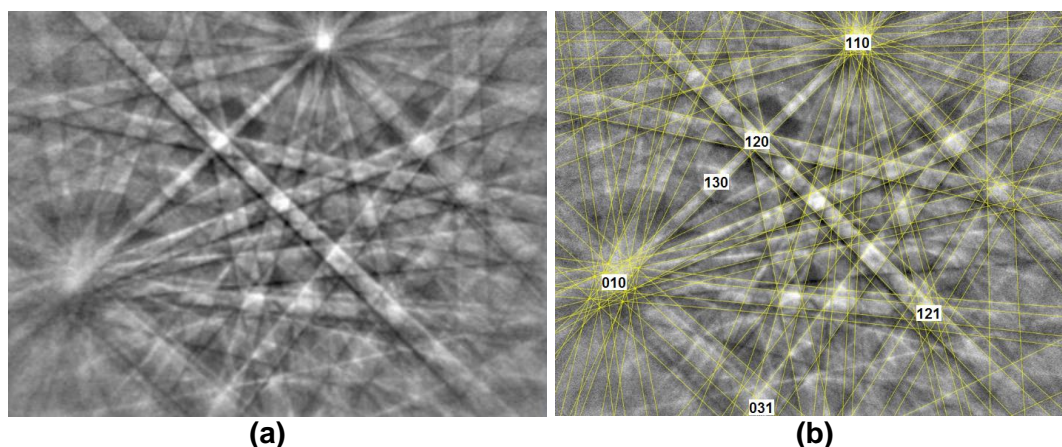


Figura 3.4. (a) Representação típica das bandas de *Kikuchi* em um mapa de EBSD. (b) Padrão de difração indexado de acordo com os índices de Miller. Adaptado de [36].

3.4.1.2. Figura de polo (PF)

A figura de polo é uma projeção estereográfica bidimensional na qual as posições e intensidades de orientações cristalográficas de um plano (hkl) específico são plotadas usando eixos da amostra como eixos de referência. No caso de uma chapa, convenientemente se utiliza as direções ortogonais de laminação (RD, ND e TD) como os eixos de coordenadas da projeção estereográfica. Dessa forma, considera-se o ponto focal da projeção o eixo ao longo da direção ND e faz-se a projeção de pontos de uma superfície paralela ao plano RD-TD (Fig. 3.5). Grãos com orientações preferenciais tendem a apresentar polos aglomerados ao redor das direções anteriormente citadas, de modo que outras regiões da projeção permanecem desocupadas [23,35].

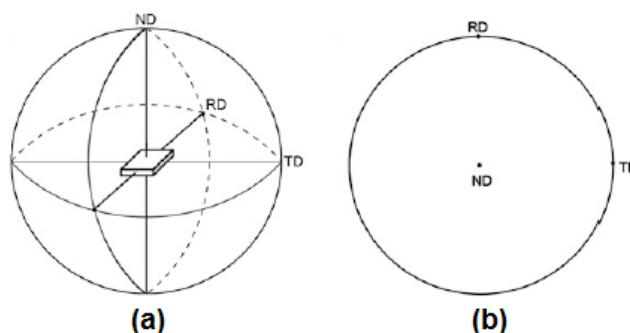


Figura 3.5. (a) Representação do plano de projeção e da esfera de referência a partir de uma chapa ao centro. (b) Projeção estereográfica das direções ortogonais RD, TD e ND usadas como eixos de coordenadas em uma figura de polo padrão [35].

A figura de polo direta é, então, a representação das projeções estereográficas paralelas a um determinado plano (hkl), no caso, RD-TD, ao longo de um eixo perpendicular, ND. Por outro lado, a figura de polo inversa, assim como o próprio nome já diz, define uma imagem exatamente inversa à da figura de polo, ou seja, representa a distribuição das

principais orientações paralelas a uma dada superfície na amostra em relação a um padrão de referência previamente definido. Os dados obtidos a partir dessa análise são apresentados graficamente na forma de um triângulo estereográfico, onde a orientação individual dos cristais é representada por um código de cores, ou linhas de isofrequência, característico para cada estrutura cristalina avaliada (Fig. 3.6). Os mapas IPF são usualmente utilizados no estudo de materiais que apresentam uma textura tipicamente de fibras, com a presença de um alinhamento preferencial de um eixo cristalográfico [35,37].

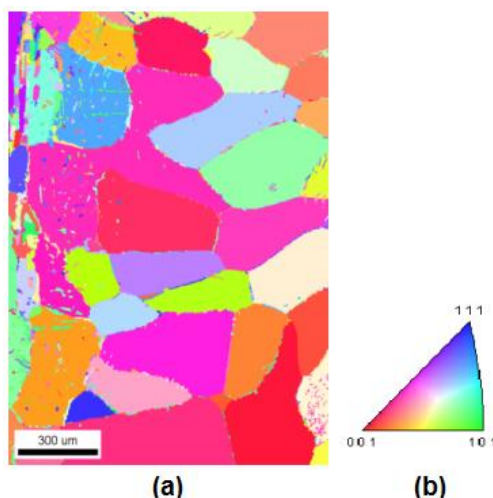


Figura 3.6. Representação de (a) Figura de polo inversa (IPF) e (b) Triângulo estereográfico de referência. Adaptado de [10].

3.4.1.3. Função de distribuição de orientações (ODF)

A textura por meio da figura de polo apresenta informações semi-quantitativas, de modo que a função de distribuição de orientações é uma metodologia estatística que contém dados mais completos acerca da textura de um material, especificando a frequência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. A ODF quantifica a textura dos materiais em termos de três ângulos de Euler independentemente do tamanho, forma e localização dos grãos [23,37].

O sistema de notações mais comumente utilizado foi proposto por Bunge, por meio dos ângulos Φ , φ_1 e φ_2 (Fig. 3.7). Cada grão em um material pode ser representado por um conjunto específico de ângulos de Euler, o que definirá sua respectiva orientação g , onde $g = (\Phi, \varphi_1, \varphi_2)$. Dessa forma, a função de distribuição de orientação, $f(g)$, estima a densidade e distribuição da textura cristalográfica em um determinado intervalo no espaço, com respeito ao quadro de referências da amostra, de modo que grãos com orientações similares apresentarão cores análogas [35,37].

Para um grão contido em uma estrutura cúbica, a ODF pode ser definida com base em três eixos cristalinos mutuamente perpendiculares, estabelecendo uma relação com os sistema de referência da amostra definido pelas direções RD, TD e ND. Além disso, a função distribuição de orientações não pode ser medida diretamente, devendo ser calculada por meio de figuras de polo previamente estabelecidas [23,35].

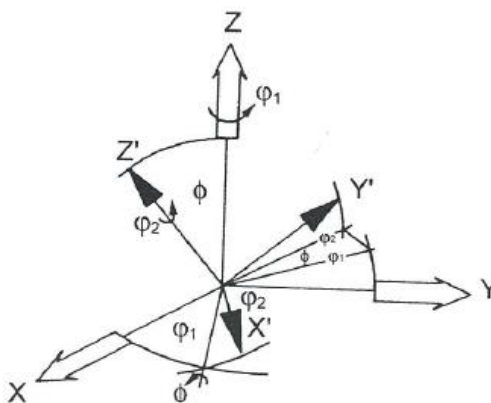


Figura 3.7. Definição dos ângulos de Euler segundo Bunge [23].

3.4.2. Textura de deformação

Durante a deformação plástica, as mudanças de orientação que se sucedem decorrem das deformações resultantes dos mecanismos de deslizamento e maclação nos sistemas mais favoravelmente orientados com relação a direção de laminação, não ocorrendo, portanto, de forma aleatória [27].

A natureza da textura de deformação depende essencialmente da estrutura do material e de suas características plásticas. Em metais cfc, duas fibras de orientação mais importantes são observadas: i) em pequenas deformações tem-se a fibra α ($\{011\}/\text{RD}$), que se estende de Goss (G) $\{011\}\langle 100 \rangle$ à Latão (B) $\{011\}\langle 211 \rangle$; ii) em maiores graus de deformação, a textura é principalmente caracterizada pela fibra β , que sai do Cobre (C) $\{112\}\langle 111 \rangle$ pela orientação S $\{123\}\langle 634 \rangle$ e encontra a fibra α na posição (B) [34,35]. As principais fibras de textura presentes nesses metais são representadas na Figura 3.8. Além disso, algumas componentes típicas de orientações da textura de deformação desses materiais podem ser observadas na Tabela 3.1.

A energia de falha de empilhamento desempenha um importante papel na determinação da textura de laminação. Em metais cfc com baixa EFE, como os aços inoxidáveis austeníticos, a orientação seguindo a fibra α é a mais estável. Tal textura normalmente se apresenta com uma forte componente Latão (B) $\{011\}\langle 211 \rangle$ e uma componente

Goss (G) $\{011\}\langle 100\rangle$ de menor intensidade. Para o desenvolvimento desse tipo de textura, o processo de deformação adicional por meio da maclação mecânica se torna essencial [23,27,35].

Fibra	Eixo da Fibra	Ângulo de Euler
α	$\langle 011\rangle//ND$	$0^\circ, 45^\circ, 0^\circ - 90^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
γ	$\langle 111\rangle//ND$	$60^\circ, 54.7^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 54.7^\circ, 45^\circ$
τ	$\langle 011\rangle//TD$	$90^\circ, 0^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
β	-	$90^\circ, 35^\circ, 45^\circ - 35^\circ, 45^\circ, 90^\circ$

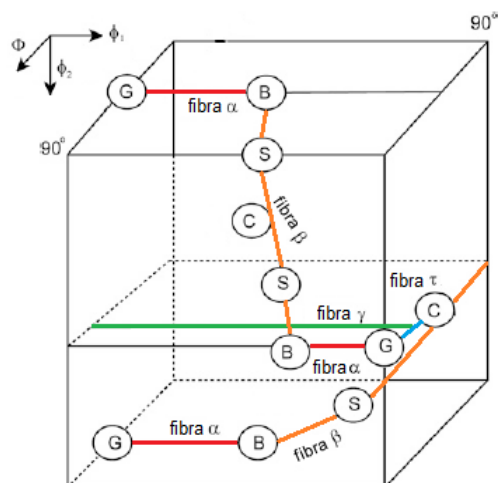


Figura 3.8. Espaço de Euler esquemático para representação das fibras de textura presente nos metais cfc: fibra α em vermelho, fibra β em laranja, fibra γ em verde e fibra τ , azul. Adaptado de [34,35].

Tabela 3.1. Principais componentes de textura presentes nos metais cfc

$\{hkl\}\langle uvw\rangle$	Componente	Φ	ϕ_1	ϕ_2
$\{001\}\langle 100\rangle$	Cubo	0°	0°	0°
$\{001\}\langle 110\rangle$	Cubo Girado	0°	45°	0°
$\{112\}\langle 111\rangle$	Cobre (C)	35°	90°	45°
$\{011\}\langle 211\rangle$	Latão (B)	45°	35°	90°
$\{123\}\langle 634\rangle$	S	37°	59°	63°
$\{011\}\langle 100\rangle$	Goss	45°	0°	90°
$\{011\}\langle 011\rangle$	Goss Girado	90°	0°	45°
$\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8\rangle$	Dillamore (D)	27°	90°	45°

Adaptado de [27].

As texturas em metais ccc também são descritas em termos de algumas orientações de fibras no espaço Euler. As principais componentes de textura presentes nesses metais correspondem às fibras α e γ . As componentes de textura pertencentes à fibra α , conhecida por fibra RD, possuem direção $\langle 110\rangle$ paralela à direção de laminação, enquanto que as componentes da fibra γ , ou fibra ND, apresentam componentes cujas normais aos planos $\{111\}$ estão paralelas à direção normal à chapa. Podem ser observadas, ainda, as fibras η ($\langle 001\rangle//RD$) e ϵ ($\langle 011\rangle//TD$) [13, 35]. As fibras de textura características desses metais podem ser observadas na Figura 3.9 e suas componentes típicas na Tabela 3.2.

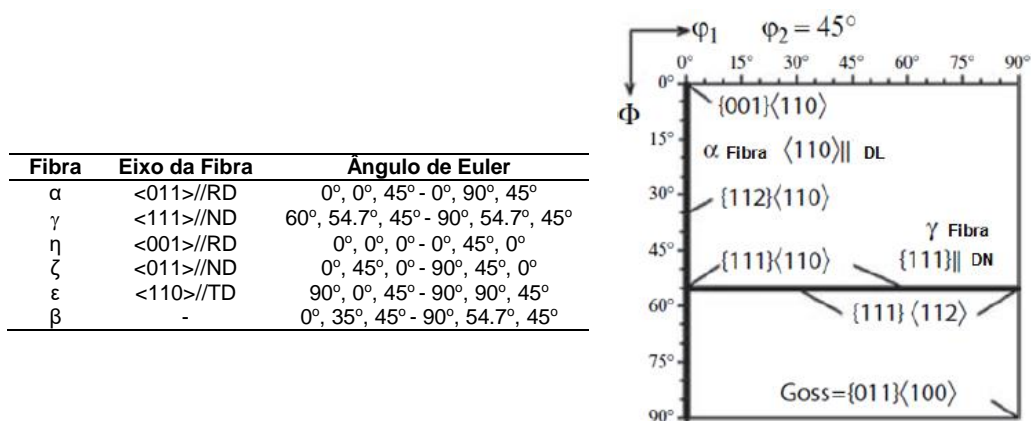


Figura 3.9. Fibras características em metais ccc e representação de suas principais orientações na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ [34].

Tabela 3.2. Componentes de textura em metais ccc

$\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Componente	Φ	φ_1	φ_2
$\{001\}\langle 100 \rangle$	Cubo	0	45	45
$\{001\}\langle 110 \rangle$	Cubo Girado	0	45	0
$\{011\}\langle 100 \rangle$	Goss	90	90	45
$\{110\}\langle 110 \rangle$	Goss Girado	90	0	45
$\{11118\}\langle 4411 \rangle$	Taylor	63	90	45

Adaptado de [27].

Estudo realizado por Zaid e Bhattacharjee [38] verificou em um aço inoxidável duplex laminado a quente e recozido uma fase ferrítica contendo fibra γ ($\langle 111 \rangle // ND$) e uma componente cubo girado deslocada ao longo de φ_1 por $\pm 15^\circ$, na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ (Fig. 3.10 (a)), e uma fase austenítica com uma discreta textura do tipo metal puro (ou tipo cobre) caracterizada pelas componentes S ($\{123\}\langle 634 \rangle$), C ($\{112\}\langle 111 \rangle$) e B ($\{110\}\langle 112 \rangle$), (Fig. 3.10 (c)). Além disso, após o processo de laminação a morno a $625^\circ C$ com 90% de redução em espessura, foi observada a presença de ambas as fibras RD e ND para a ferrita na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ (Fig. 3.10 (b)) e o desenvolvimento de uma textura predominantemente do tipo metal puro na austenita (Fig. 3.10 (d)).

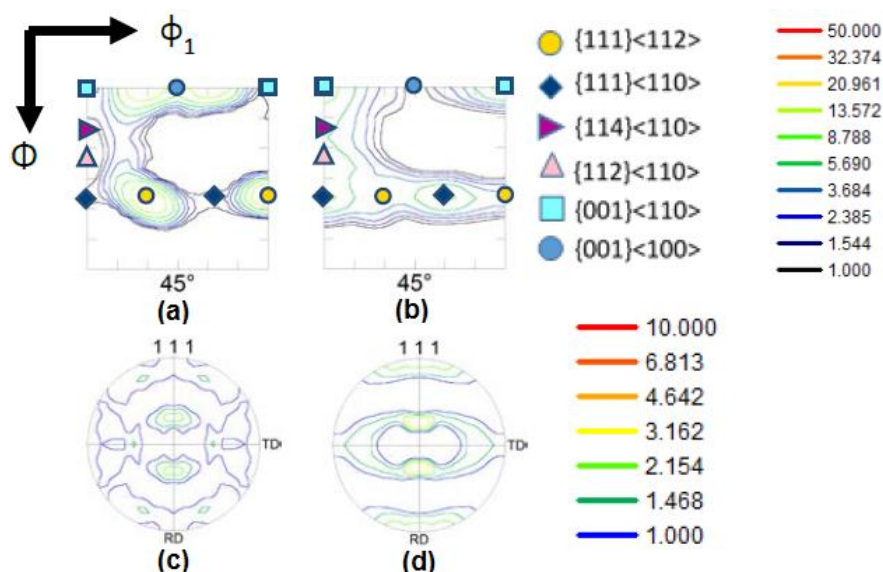


Figura 3.10. ODF da fase ferrítica na seção $\phi_2 = 45^\circ$ em um AID (a) homogeneizado e (b) laminado a morno a 625°C com 90% de redução em espessura. Figuras de polo da fase austenítica em um AID (c) homogeneizado e (d) laminado a morno a 625°C com 90% de redução em espessura. Adaptado de [38].

3.4.3. Textura de recristalização

Uma vez que a recristalização é caracterizada pela formação de novos grãos livres de deformação e seu crescimento envolve a migração de contornos de alto ângulo, mudanças na orientação dos cristais e, conseqüentemente, da textura podem ocorrer. Em comparação com as texturas de deformação, as texturas de recristalização são mais complexas, uma vez que além de se ter a energia de falha de empilhamento como um parâmetro dominante, o estado deformado, a temperatura de recozimento e a precipitação de segundas fases exercem uma forte influência no comportamento do material frente à recristalização. Dessa forma, a textura resultante do processo dependerá da textura inicial do material antes da deformação, do grau de deformação durante a laminação, da pureza do material e da extensão do processo de crescimento de grão que ocorre subsequentemente à recristalização primária [32,35].

Assim como a textura de deformação, a textura de recristalização em materiais cfc apresenta uma significativa dependência do tipo de material trabalhado, especialmente no que tange à energia de falha de empilhamento. Em metais cfc com alta EFE, a componente cubo exerce um papel importante durante o tratamento térmico. Já metais com baixa EFE, como os aços inoxidáveis austeníticos, geralmente exibem uma textura de recristalização bem mais discreta, caracterizada pela orientação do tipo Latão recristalizado (BR) $\{236\}\langle 385 \rangle$. Em contrapartida, nos metais ccc, o processo de

recristalização tende a aumentar a fração volumétrica da fibra $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ e reduzir a intensidade da fibra $\langle 110 \rangle // \text{RD}$, particularmente a componente $\{112\} // \langle 110 \rangle$ [32,35].

De acordo com Zaid e Bhattacharjee [38], após o recozimento isotérmico de um aço inoxidável duplex laminado a morno com 90% de redução em espessura, a textura da fase ferrítica apresentou uma fibra RD bem mais intensa do que a fibra ND (Fig. 3.11 (a)). Esse resultado pode ser atribuído ao forte comportamento de recuperação da ferrita durante o tratamento térmico. As componentes da fibra RD desenvolvem recuperação durante o tratamento, enquanto que as componentes de ND apresentam uma típica textura de recristalização. Como a laminação a morno de AID reduz a força motriz para o processo de recristalização, tem-se a formação de uma fibra RD bem mais intensa. Por outro lado, a textura de recristalização da austenita se apresentou bastante similar a obtida após laminação a morno, indicando uma retenção da textura de deformação mesmo após longo processo de recozimento (Fig. 3.11 (b)). Tal retenção pode ser atribuída a um processo de recristalização descontínuo sem seleção de uma orientação preferencial na fase em questão. Uma vez que o Latão não foi a componente dominante na textura resultante da laminação a morno, o crescimento preferencial de grãos orientados em $\{236\} \langle 385 \rangle$ não se desenvolveu durante o recozimento.

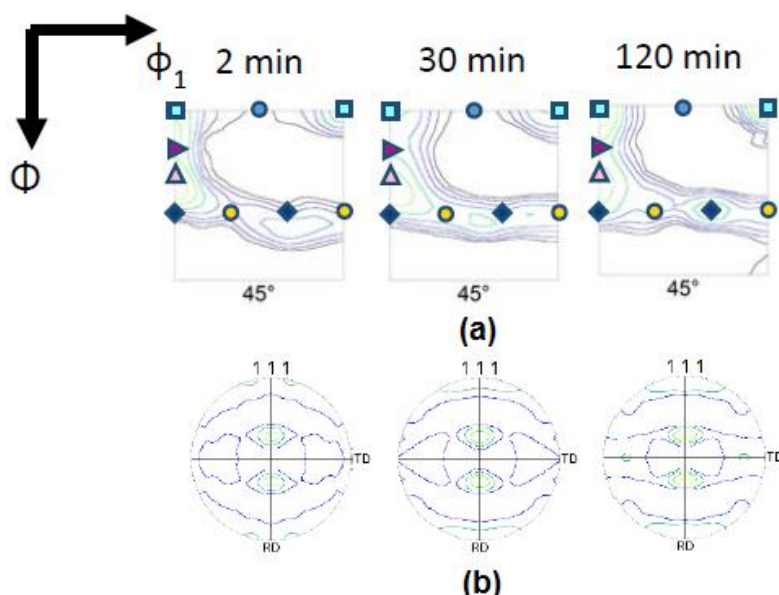


Figura 3.11. (a) ODF da fase ferrítica na seção $\phi_2 = 45^\circ$ e (b) Figuras de polo da fase austenítica em um AID laminado a morno a 625°C com 90% de redução em espessura e recozido isotermicamente a 1175°C em diferentes intervalos de tempo. As intensidades das linhas de contorno são as mesmas das apresentadas na Figura 3.10. Adaptado de [38].

3.5. Comportamento Mecânico: Metodologia de Hollomon e Jaoul-Crussard

Durante um ensaio de tração, a descrição das curvas de tensão x deformação e do encruamento dos metais por meio de expressões matemáticas é uma abordagem largamente utilizada, uma vez que permite analisar a região plástica da deformação por meio de parâmetros que descrevem o comportamento do material. Além disso, mudanças no mecanismo de deformação durante a tração podem produzir estágios diferentes na curva analisada [39].

O método de Hollomon para análise da relação existente entre a tensão e a deformação é extensivamente usado em metais e ligas, contudo, a equação por ele proposta apresenta limitações quando mais de um mecanismo de deformação está presente no material, como é o caso de materiais bifásicos como os aços inoxidáveis duplex [39]. Por essa razão, a utilização do método de Jaoul-Crussard (JC) se torna uma alternativa mais interessante. O modelo de JC é uma extensão do aplicado por Hollomon, permitindo uma melhor modelagem da curva de fluxo da região plástica do ensaio [40].

A análise usando a abordagem de Hollomon (Eq. 3.1) assume, considerando a curva de tensão (σ) x deformação (ϵ) verdadeira, que:

$$\sigma = k\epsilon^n \quad (3.1)$$

onde σ é a tensão verdadeira, ϵ é a deformação verdadeira, n é o expoente de encruamento e k , coeficiente de resistência. Neste caso, n e k são obtidos a partir da inclinação e da interseção com o eixo y da curva $\ln \sigma - \ln \epsilon$, linearização da curva de fluxo, respectivamente [41,42].

Por outro lado, para determinar as variações significantes no expoente de encruamento dos metais e ligas à medida em que são deformados, Jaoul-Crussard propôs um método (Eq. 3.2) baseado na forma logarítmica da diferencial em relação a ϵ da equação proposta por Ludwik (Eq. 3.3):

$$\ln(d\sigma/d\epsilon) = \ln(kn) + (n - 1)\ln\epsilon \quad (3.2)$$

$$\sigma = \sigma_0 + k\epsilon^n \quad (3.3)$$

onde se tem o uso de um parâmetro adicional, σ_0 , que leva em consideração o limite de escoamento do material [40,41].

Ambos os métodos apresentam um erro associado por manipular os logaritmos dos dados obtidos a partir do ensaio de tração. Parâmetros como n , k e σ_0 , neste caso, tendem a ser imprecisos, uma vez que a inclinação da reta depende da localização da origem da deformação, o que leva a incertezas devido a variações na estrutura do material [42].

Uma curva de tração dividida em vários estágios indica a existência de mecanismos de deformação secundários em ligas com baixa energia de falha de empilhamento, como é o caso da austenita nos aços inoxidáveis duplex. Essa fase, por sua vez, apresenta, durante a deformação plástica, uma maior resistência ao movimento de escorregamento cruzado das deslocações, provocando um aumento da taxa de encruamento e da resistência mecânica. Como resultado, essas alterações nas propriedades mecânicas podem levar à formação de martensita induzida por deformação devido ao efeito TRIP [43].

CAPÍTULO 4: METODOLOGIA

O material utilizado no presente trabalho é um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32205, laminado a quente, recozido e resfriado em água, com espessura de 5,16 mm, de procedência industrial. A análise química da liga fornecida pelo fabricante é apresentada na Tabela 4.1, com o teor de cada elemento definido em porcentagem em peso.

Tabela 4.1. Composição química do AID UNS S32205 (% em peso)

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N	P	S	Fe
0,026	1,83	0,25	22,43	5,44	3,04	0,15	0,03	0,0002	Balanço

O processamento termomecânico foi realizado em um laminador do tipo Steckel em uma faixa de temperatura entre 1000°C e 800°C e o tratamento térmico de recozimento se deu a 1050°C, sendo ambos executados pela própria empresa Aperam South America.

Com o intuito de avaliar a evolução da microestrutura do aço a partir dos procedimentos realizados, reservou-se parte do material na condição de fornecimento.

4.1. Laminação a Morno e Recozimento

O processo de laminação a morno foi realizado por meio de múltiplos passes na direção de laminação original em um laminador de escala laboratorial, da marca Fröhling, instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMET) da UFMG. Um forno mufla foi utilizado para o pré-aquecimento e encharque das chapas a 600°C durante 30 min antes do processo de laminação, a fim de obter homogeneidade de temperatura. Além disso, antes de cada passe subsequente, as chapas foram reaquentadas por 15 min para garantir a manutenção da temperatura a 600°C. Reduções de aproximadamente 60% e 80% em espessura foram realizadas com o propósito de avaliar a influência da deformação plástica no material. Para isso, laminou-se o material como fornecido até o passe 9, atingindo uma espessura de 2,16 mm, referente à redução de 60%, e, então, cortou-se a tira laminada devido à limitação de tamanho do forno utilizado. Dessa forma, parte da tira foi conservada com a redução de 60% em espessura e a outra parte prosseguiu no processo de laminação até atingir 80% de redução, totalizando 16 passes e uma espessura final de 1,22 mm. Após esse último passe, a etapa de laminação foi interrompida. A sequência de passes é descrita na Tabela 4.2.

Tabela 4.2. Sequência de passes da laminação a morno no AID UNS S32205

Passe	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Redução por passe (%)	Redução Total (%)
1	5,16	4,75	7,95	7,95
2	4,75	4,5	5,26	12,79
3	4,5	4,0	11,11	22,48
4	4,0	3,65	8,75	29,26
5	3,65	3,25	10,96	37,02
6	3,25	3,05	6,15	40,89
7	3,05	2,75	9,84	46,71
8	2,75	2,45	10,91	52,52
9	2,45	2,16	11,84	58,14
10	2,16	1,85	13,95	64,15
11	1,85	1,60	13,51	68,99
12	1,60	1,40	12,50	72,87
13	1,40	1,30	7,14	74,81
14	1,30	1,27	2,31	75,39
15	1,27	1,25	1,57	75,76
16	1,25	1,22	2,40	76,36

Posteriormente, as tiras laminadas a morno foram resfriadas ao ar natural até a temperatura ambiente e cortadas, de modo a facilitar o manuseio das mesmas nas etapas subsequentes.

4.2. Tratamento Térmico de Recozimento

Para a realização do tratamento térmico em condições isotérmicas utilizou-se um forno estacionário do tipo mufla, do Laboratório de Tratamentos Térmicos - DEMET/UFMG. O recozimento foi realizado nas amostras nas condições como fornecida e laminadas a morno com 60% e 80% de redução em espessura, a fim de avaliar a evolução microestrutural a partir de diferentes níveis de deformação. O tempo de encharque selecionado para o tratamento térmico foi de 300 s, a uma temperatura de 1050°C. Após o recozimento, as amostras foram, também, resfriadas ao ar.

4.3. Análise Microestrutural

A caracterização microestrutural das amostras foi realizada por meio de micrografias ópticas (MO), eletrônicas de varredura (MEV) e de transmissão (MET) e por difração de raios X na seção longitudinal (RD-ND), posteriormente à preparação adequada das mesmas de acordo com o procedimento convencional de metalografia.

4.3.1. Microscopias ópticas (MO) e eletrônicas de varredura (MEV)

A etapa de preparação do material iniciou-se com o embutimento a quente das amostras com resina termofixa à base de pó de cobre e baquelite, de modo a possibilitar a análise da seção desejada. Em seguida, as amostras foram cuidadosamente lixadas e polidas nos equipamentos do Laboratório de Metalografia – DEMET/UFMG.

Para revelar a microestrutura do material, as amostras foram quimicamente atacadas com reativo Behara (solução de estoque: 48 g de bifluoreto de amônia; 800 mL de água destilada; 400 mL de ácido clorídrico. Solução de ataque: 100 mL de solução de estoque e 1 g de metabissulfito), com o tempo de aplicação com algodão de 5 s, ou por meio de ataque eletrolítico com ácido oxálico – 10% volume em água destilada (solução de 90 mL de água destilada e 10 g de ácido oxálico. O tempo de ataque foi de 30 s, com tensão de 3 V em uma fonte de corrente contínua).

As análises microestruturais foram feitas por meio de microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura instalados no DEMET/UFMG.

Ainda por meio do MEV foi possível realizar a análise de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), técnica semi-quantitativa para determinação da composição química das fases presentes no AID, a fim de se calcular a energia de falha de empilhamento (EFE) da fase austenítica. Tal determinação pode ser feita por meio da equação de Scharrm e Reed [44] (Eq. 4.1), a qual permite prever, de acordo com o valor encontrado de EFE, o mecanismo de deformação dominante na fase avaliada.

$$EFE = -53 + 6,3 \times (\%Ni) + 0,7 \times (\%Cr) + 3,2 \times (\%Mn) + 9,3 \times (\%Mo) \text{ (\% em peso)} \quad (4.1)$$

4.3.2. Difração de raios X (DRX)

A análise de difração de raios X foi realizada em um difratômetro da marca Panalytical, modelo Empyrean, com radiação Cu K α ($\lambda = 0,15418$ nm), instalado no Laboratório de Raio X do DEMET/UFMG, varrendo ângulos de 10° a 120° ao passo de 0,02 s⁻¹. O objetivo principal foi identificar e quantificar as fases presentes no material e seus planos cristalográficos correspondentes a cada pico do difratograma em todas as condições analisadas. As fases foram identificadas por comparação com padrões de difração disponíveis no banco de dados do ICSD.

4.3.3. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Para a análise em MET, as amostras de diferentes espessuras foram desbastadas em lixas de 100 a 1200 mesh e polidas com pasta diamante até obterem-se folhas finas com espessura abaixo de 70 μm . Posteriormente, retirou-se a partir dessas folhas pequenos discos com cerca de 3 mm de diâmetro. Os discos obtidos foram, então, polidos quimicamente com auxílio do equipamento Tenupol-5 (marca Strüers) localizado no Centro de Microscopia da UFMG, utilizando para tal uma solução contendo 5% de ácido perclórico e 95% de metanol, a uma temperatura entre -30°C e -20°C e aplicando-se uma tensão de 20 V. Para tal, foi utilizado um microscópio Tecnai G2-20 - SuperTwin FEI, operando a 200 kV, também localizado no Centro de Microscopia descrito acima.

4.4. Análise via Difração de Elétrons Retroespalhados

Com base na técnica EBSD, foram realizadas aquisições de mapas através de MEV para investigação da microestrutura e microtextura do material estudado. Para isso, as amostras previamente preparadas foram analisadas antes do ataque químico descrito na seção 4.3, acrescido de polimento adicional. Esse polimento final foi realizado com o auxílio de uma politriz automática Minimet da marca Struers por um tempo médio de 90 min. Para tal, utilizou-se um pano Op-Chem (marca Strüers), sob o qual a amostra foi imersa em uma solução contendo 30,0 mL de sílica coloidal de 0,04 μm . Posteriormente, a amostra foi ainda submetida a um polimento automático nas mesmas condições anteriores com uma solução OP-S (0,04 μm), por um tempo aproximado de 10 min.

Os dados via EBSD foram coletados na seção longitudinal, no centro da espessura das amostras, utilizando uma aceleração de feixe de 20 kV, com passo de 0,2 μm e fração de pontos indexados para cada amostra com índice de confiança maior que 0,1. Para essa análise, varreu-se uma área referente a 64 μm x 125 μm em todas as condições estudadas.

4.5. Textura Cristalográfica

A avaliação da textura cristalográfica via EBSD das condições analisadas foi realizada por meio do software TSL-OIM™. A densidade e a distribuição das orientações cristalográficas foram determinadas por meio de mapas de Função de Distribuição de Orientação (ODF) e Figuras de Polo Inversas (IPF), a fim de se conhecer as texturas presentes no aço estudado.

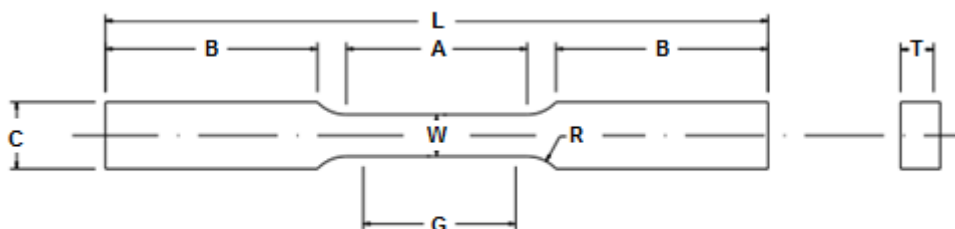
As seções do espaço de Euler foram geradas em termos do sistema de notação de Bunge (Φ , φ_1 e φ_2), fixando-se um dos ângulos para a avaliação da intensidade das componentes de textura em duas dimensões. Para a ferrita, utilizou-se a seção com φ_2 constante (45°), enquanto que para a austenita φ_2 admitiu valores de 0° , 45° e 65° . Esses valores de φ_2 foram escolhidos com base nos ângulos que refletem a melhor visualização da respectiva textura nas fases correspondentes.

4.6. Comportamento Mecânico

O comportamento mecânico do material foi avaliado por meio de ensaios de tração e microdureza Vickers na condição de fornecimento, laminadas a morno e recozidas.

4.6.1. Ensaio de tração

Para os ensaios de tração, corpos de prova com dimensões de sub-tamanho estabelecidas pela norma ASTM A370-10 [45] foram usinados, com seção retangular de área útil medindo 25 mm de comprimento e 6,25 mm de largura, respeitando a espessura das condições analisadas, como representado na Figura 4.1. As amostras foram retiradas paralelamente à direção de laminação.



Região do Corpo de Prova	(mm)
G (comprimento da região do extensômetro)	25,0 ± 0,08
W (largura da região útil do corpo de prova)	6,25 ± 0,05
T (espessura do corpo de prova)	*
R (raio de concordância)	6,0
L (comprimento total)	100,0
A (comprimento da região útil)	32,0
B (comprimento da garra)	32,0
C (largura da garra)	10,0

*espessura da amostra a ser analisada após recozimento: condição de fornecimento = 5,16 mm; 60% de redução = 2,16 mm; 80% de redução = 1,22 mm.

Figura 4.1. Representação do corpo de prova sub-tamanho utilizado para o ensaio de tração.

Os ensaios foram realizados em uma máquina Instron modelo 5582, equipada com célula de carga de 100 kN, utilizando o software *Blue Hill* para aquisição e processamento de dados. O corpo de prova foi ensaiado à temperatura ambiente, com

uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} , sendo esta verificada por um extensômetro posicionado ao longo do comprimento útil.

4.6.2. Microdureza Vickers

A microdureza Vickers foi medida conforme a norma ASTM E92-16 [46], com o auxílio de um instrumento Future Tech FM700 nas amostras antes e após o ensaio de tração. A fim de se garantir com maior exatidão os valores obtidos, cada resultado foi determinado a partir de uma média de 20 indentações ao longo das regiões centrais das seções longitudinais das amostras, aplicando-se uma carga de 2,98 N (0,3 kgf) com tempo médio de penetração de 10 s. A microdureza realizada após o ensaio de tração teve o intuito de verificar possíveis alterações microestruturais com a deformação plástica do material, o que evidenciaria transformação de fases induzida por deformação.

CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Análises Prévias ao Ensaio de Tração

5.1.1. Avaliação da microestrutura

A Figura 5.1 apresenta a microestrutura do aço UNS S32205 nas condições avaliadas no presente estudo via microscopia óptica e eletrônica de varredura. Na representação, ND é a direção normal e RD é a direção de laminação. Os resultados encontrados mediante o emprego dessas metodologias foram equivalentes, diferindo apenas na resolução obtida, de modo que serão apresentados em conjunto.

A partir da observação das imagens, é possível verificar microestruturas típicas de um aço duplex com suas fases ferrítica (mais escura) e austenítica (mais clara), como revelado pelo ataque químico com o reativo Behara. Nota-se que, para a condição como fornecida e recozida, a microestrutura já se apresentava fortemente orientada, alinhada à direção de laminação resultante do processo de conformação a quente prévio. Desse modo, a microestrutura continha um aspecto bandeado, constituído por lamelas alternadas de ferrita e austenita, com espessura variando de 2,2 μm a 4,6 μm .

As amostras laminadas a morno e recozidas apresentaram certa diferença com relação à morfologia. O acréscimo de deformação, com a redução em espessura, intensificou o referido bandejamento, tornando os grãos de ferrita e austenita mais alongados na direção de laminação, o que, como resultado, promoveu uma redução do espaçamento lamelar e aumento das áreas dos contornos de grão. O valor médio do espaçamento para essas condições variou entre 1,7 μm e 3,2 μm .

Ademais, para a condição laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR), a microestrutura apresentou um aspecto mais globular associado às lamelas alinhadas. Essa diferença em morfologia é uma indicação do nível de energia armazenada durante o processo de laminação a morno. De acordo com Keichel *et al.* [47], a transição de uma estrutura lamelar para uma condição mais globular ocorre pela difusão de uma fase ao longo dos contornos de grão da outra. Dessa forma, a força motriz do processo é a redução da energia interfacial do material e, uma vez que o aumento da deformação promove uma redução da espessura das lamelas e o aumento da interface entre as duas fases, pode-se inferir que a amostra 80% LMR apresentou uma força motriz superior à condição com 60% de redução em espessura, o que gerou tal diferença na morfologia [48].

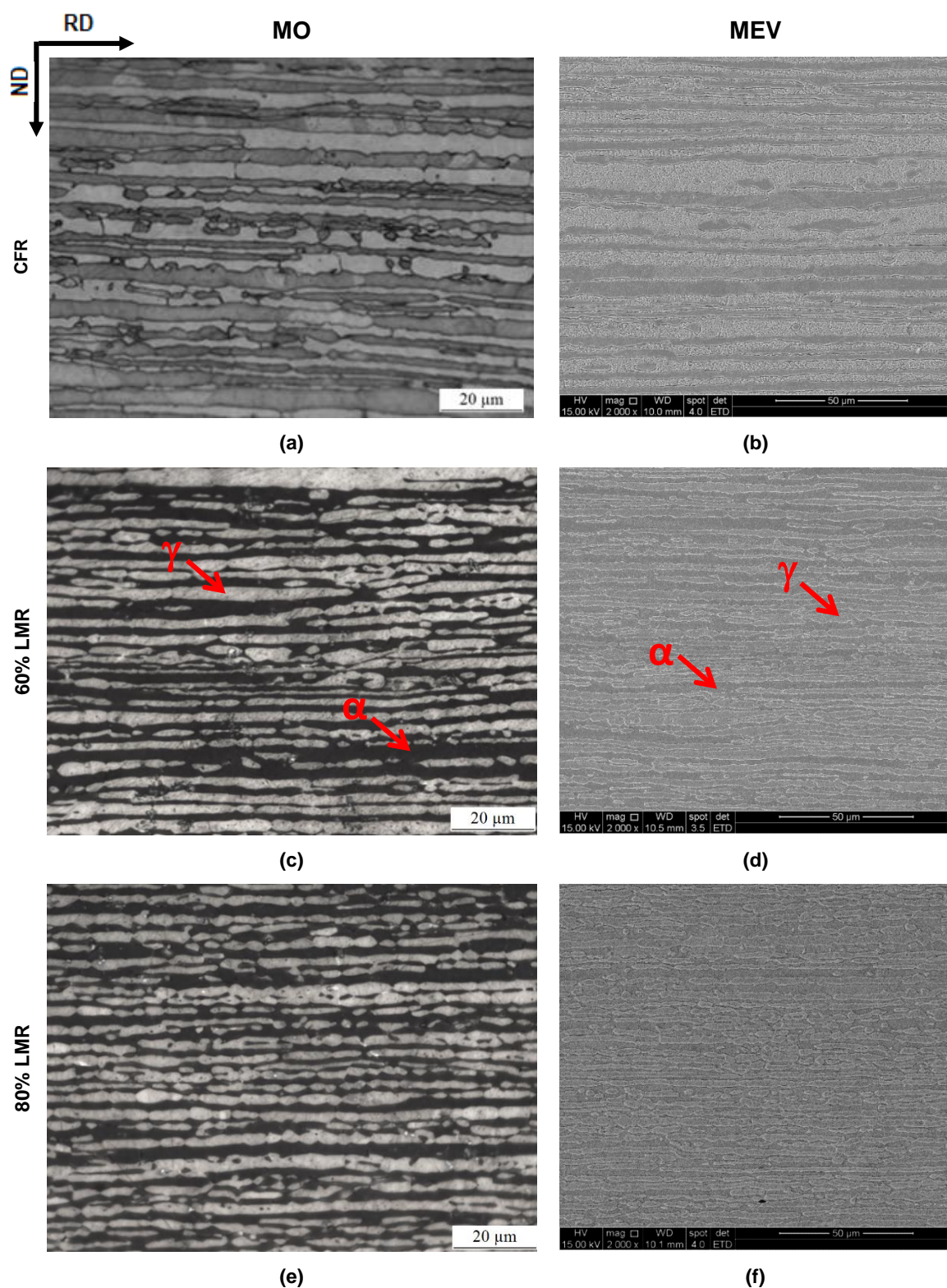


Figura 5.1. Micrografias ópticas (a,c,e) e eletrônicas de varredura (b,d,f) das amostras nas condições (a,b) como fornecida e recozida (CFR), (c,d) laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) e (e,f) laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR).

A morfologia dos grãos, então, é inerente ao processo de laminação prévio ao qual o material foi submetido. A espessura das lamelas de ferrita e austenita, alongadas na

direção de laminação, tende a ser relativamente pequena, uma vez que a presença de uma fase contém o crescimento de grão da outra. Estudos anteriores [49,50] observaram que, de certa forma, os grãos da fase α se apresentam razoavelmente maiores que os da fase γ , pois a estrutura ccc permite maior mobilidade atômica, o que favorece o processo de difusão.

Resultados de EBSD obtidos em um AID 2205 laminado a quente e recozido também apontaram a diferença de comportamento existente entre as duas fases do aço [51]. Observou-se que após o tratamento térmico, os grãos de austenita se apresentaram mais fragmentados, indicando que um processo parcial ou completo de recristalização prevaleceu nessa fase. Por outro lado, os grãos de ferrita permaneceram alongados, o que sugere que apenas o processo de recuperação se sucedeu. Essa diferença de comportamento, como discutido anteriormente, pode ser explicada com base na diferença de energia acumulada nas fases, a qual tende a ser maior na austenita do que na ferrita. De forma adicional, análises realizadas por Herrera *et al.* [49], revelaram diferenças microestruturais expressivas entre ferrita e austenita após a deformação, com aquela apresentando uma microestrutura do tipo bambu bem mais pronunciada do que esta.

A Figura 5.2 ilustra a microestrutura usando o mapa de fases, onde a fase austenítica é representada pela cor verde e a ferrita por vermelho em todas as amostras. É possível notar que a condição como fornecida e recozida apresentou uma morfologia alongada paralelamente à direção de laminação, estrutura tipicamente conhecida como do tipo bambu, constituída por lamelas alternadas de ferrita e austenita. Como observado anteriormente, a amostra laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) exibiu uma microestrutura ainda lamelar, similar à condição de fornecimento, mas com a espessura das lamelas relativamente mais fina do que a condição anterior. Nesta Figura, a fase austenítica apresentou a maior parte das lamelas divididas por contornos de grão de alto ângulo (HAGBs), enquanto que a partição de uma fração considerável de lamelas de ferrita ocorreu por contornos de grão de baixo ângulo (LAGBs). Um ângulo de desorientação crítico ($\omega = 15^\circ$) foi aplicado entre os grãos para se diferenciar LAGBs de HAGBs, além de uma resolução de desorientação mínima de 2° . De fato, durante o recozimento, a fase ferrítica desenvolve um intenso processo de amaciamento por recuperação, em comparação com a austenita, devido à sua elevada energia de falha de empilhamento (EFE). Isto reduz a energia armazenada no material, dando origem a uma microestrutura do tipo bambu com contornos de grão

de baixo ângulo. A austenita, por outro lado, sofre recristalização, gerando uma estrutura alongada dividida, em sua maioria, por contornos de grão de alto ângulo.

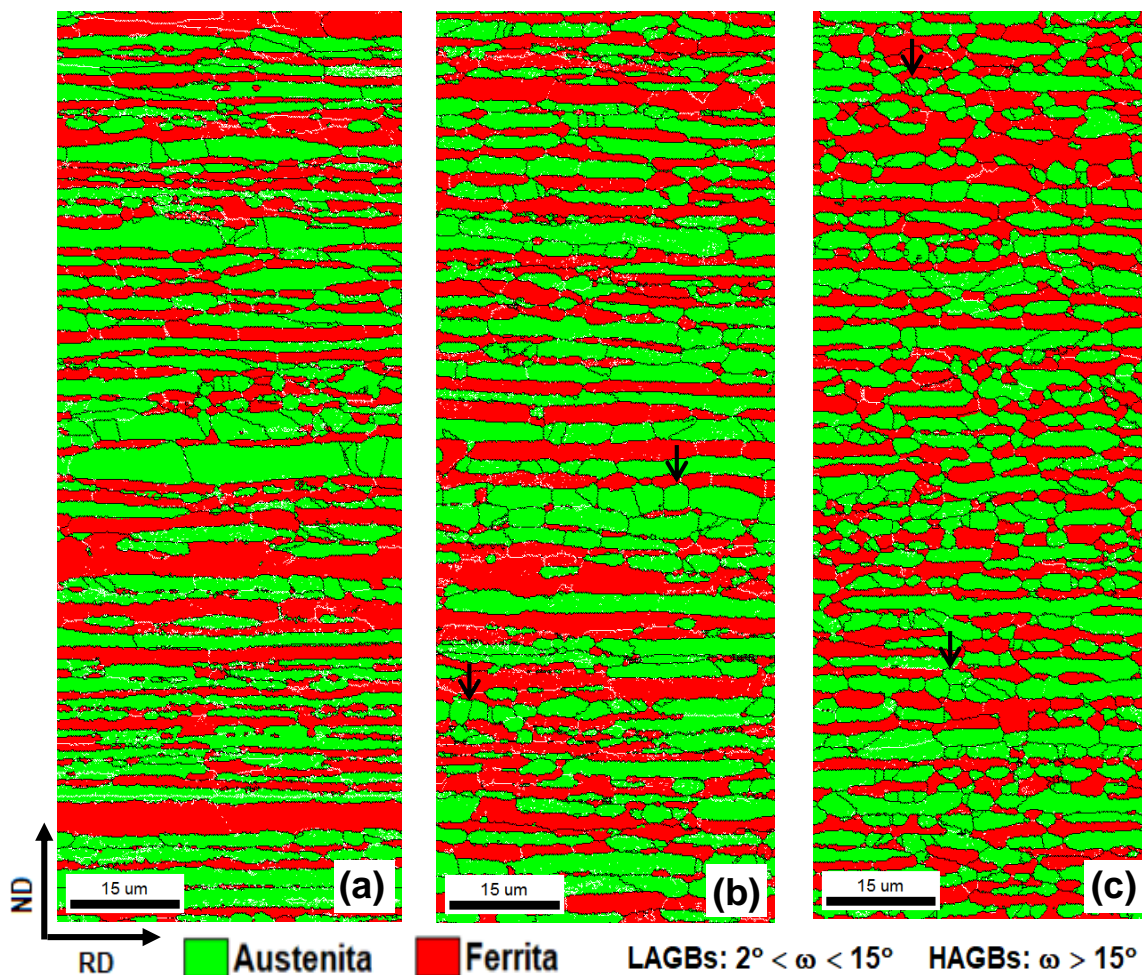


Figura 5.2. Mapa de fases das amostras nas condições (a) CFR, (b) 60% LMR, (c) 80% LMR. Os contornos de grão de alto ângulo estão indicados por preto e os de baixo ângulo por branco. As setas pretas indicam regiões de transição da estrutura alongada em um aspecto mais globular dos grãos. Adaptado de [48].

A amostra laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR), por sua vez, apresentou uma microestrutura do tipo bambu acrescida de um aspecto mais globular dos grãos [48]. Essa mudança de uma estrutura alongada para uma estrutura mais globular pode ser observada em algumas regiões, indicadas por setas na Figura 5.2 (b) e (c), e, como apontado nas análises via microscopia, é uma indicação da diferença do nível de energia armazenada após a laminação a morno. Tal transição ocorre por meio de processos difusionais com a migração de contornos existentes entre as fases α e γ . Keichel *et al.* [47] reportaram que a mudança na morfologia é iniciada por qualquer alteração nos ângulos de contato nas junções triplas das fases e nos contornos de grão.

A análise realizada via difração de raios-x nas amostras do aço 2205 (Fig. 5.3) indicou que a microestrutura presente é constituída apenas por ferrita e austenita em todas as condições estudadas. Uma observação digna de nota é a redução da intensidade dos picos da fase α , principalmente $\alpha(110)$ e $\alpha(220)$, com o processo de laminação a morno, quando comparado com a condição de fornecimento. Tal alteração na intensidade dos picos pode ser atribuída tanto a redução da fração de ferrita na microestrutura após o processamento termomecânico, quanto a mudança na orientação dos grãos proveniente da textura resultante. Conseqüentemente, é possível observar uma alteração na fração volumétrica das fases na microestrutura, calculada com base na integração das áreas de cada pico de difração, a partir do tratamento termomecânico, com um aumento significativo da proporção de austenita de 24% na amostra como fornecida, para um valor médio de 40% nas amostras laminadas.

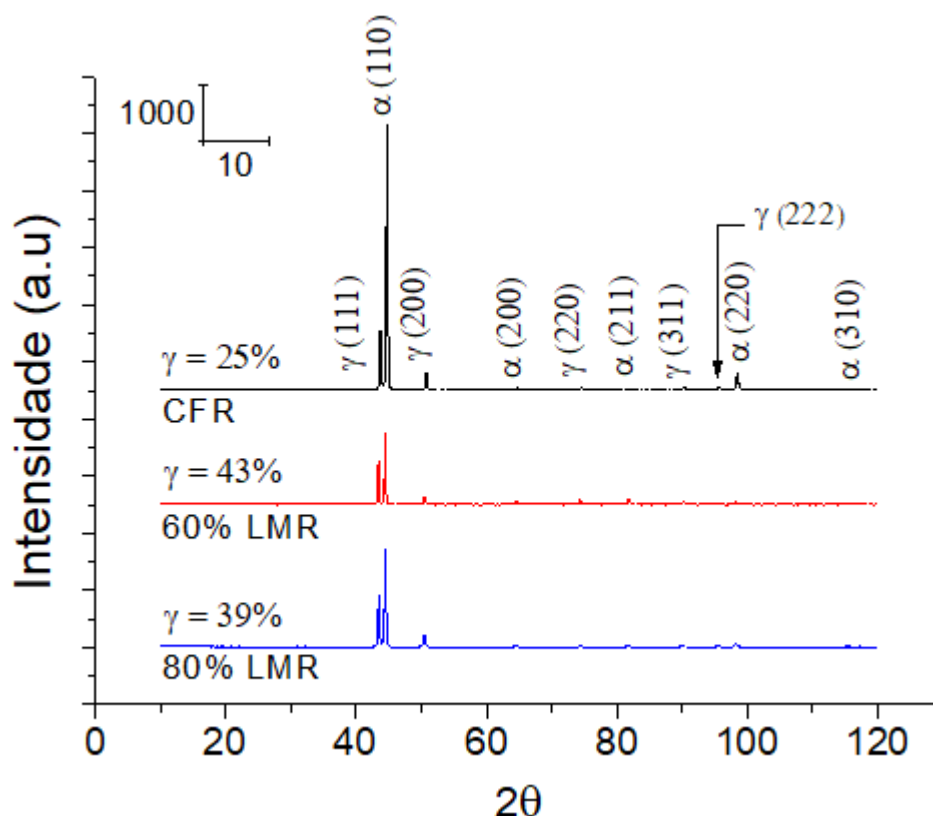


Figura 5.3. Difratogramas das amostras nas condições analisadas (como fornecida e recozida (CFR), laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) e laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR)).

Essa diferença na proporção das fases pode provocar alterações significativas nas propriedades do material e, conseqüentemente, em sua aplicabilidade. Okayasu e Ishida [52], durante estudo com aço inoxidável *lean duplex* (LDSS) SUS821L1 laminado a frio e recozido a 1100°C em diferentes tempos (de 1 h a 15 h), com o intuito de obter

diferentes proporções entre γ e α , observaram que a dureza e a resistência do material aumentam com o acréscimo na fração da austenita, obtendo um resultado ótimo para uma proporção similar entre as fases, ou seja, 50% de γ , valor a partir do qual se verificou uma redução dessas propriedades. Tal aumento nas propriedades mecânicas está associado à severa deformação interna existente nos contornos entre as fases e a interrupção de deslizamento de planos na fase γ pelo início de deformação na fase α , indicando que a deformação no AID ocorreu inicialmente na austenita.

5.1.2. Avaliação da textura cristalográfica via EBSD

As figuras 5.4 e 5.5 representam os mapas de orientação da ferrita e da austenita, respectivamente, a partir da seção longitudinal das amostras nas condições analisadas. Como pode ser observado, a orientação dos grãos austeníticos e ferríticos é significativamente heterogênea, uma vez que a coloração representativa das fases se encontra bem diferente.

Na condição de fornecimento, a fase α apresentou grãos majoritariamente orientados ao longo da fibra α , ou seja, $\langle 110 \rangle // RD$, como pode ser observado em conjunto com a função de distribuição de orientação (ODF) da fase (Fig. 5.6 (a)). Já a fase γ , a princípio, era constituída por uma coloração mais clara, com a orientação dos grãos composta principalmente pela fibra α_{CF} ($\langle 110 \rangle // ND$), e também com forte orientação segundo a componente Latão (B) $\{011\} \langle 211 \rangle$. Os processos de laminação a morno e recozimento promoveram algumas alterações nas orientações dos grãos, mas basicamente intensificaram as direções observadas na condição anterior. Para a amostra 60% LMR, a fração de grãos alinhados em $\langle 100 \rangle // ND$ se apresentou mais forte do que a $\langle 111 \rangle // ND$ na fase ferrítica. Já na fase austenítica, intensificou-se a orientação dos grãos da fibra α , passando a apresentar um alinhamento preferencial à direção $\langle 110 \rangle // ND$. Um acréscimo de deformação provoca, por fim, na amostra 80% LMR, o desenvolvimento de uma fibra γ ($\langle 111 \rangle // ND$) mais intensa na fase ferrítica, enquanto que na austenita, verifica-se uma intensificação da direção já observada nas condições anteriores, a direção $\langle 110 \rangle // ND$.

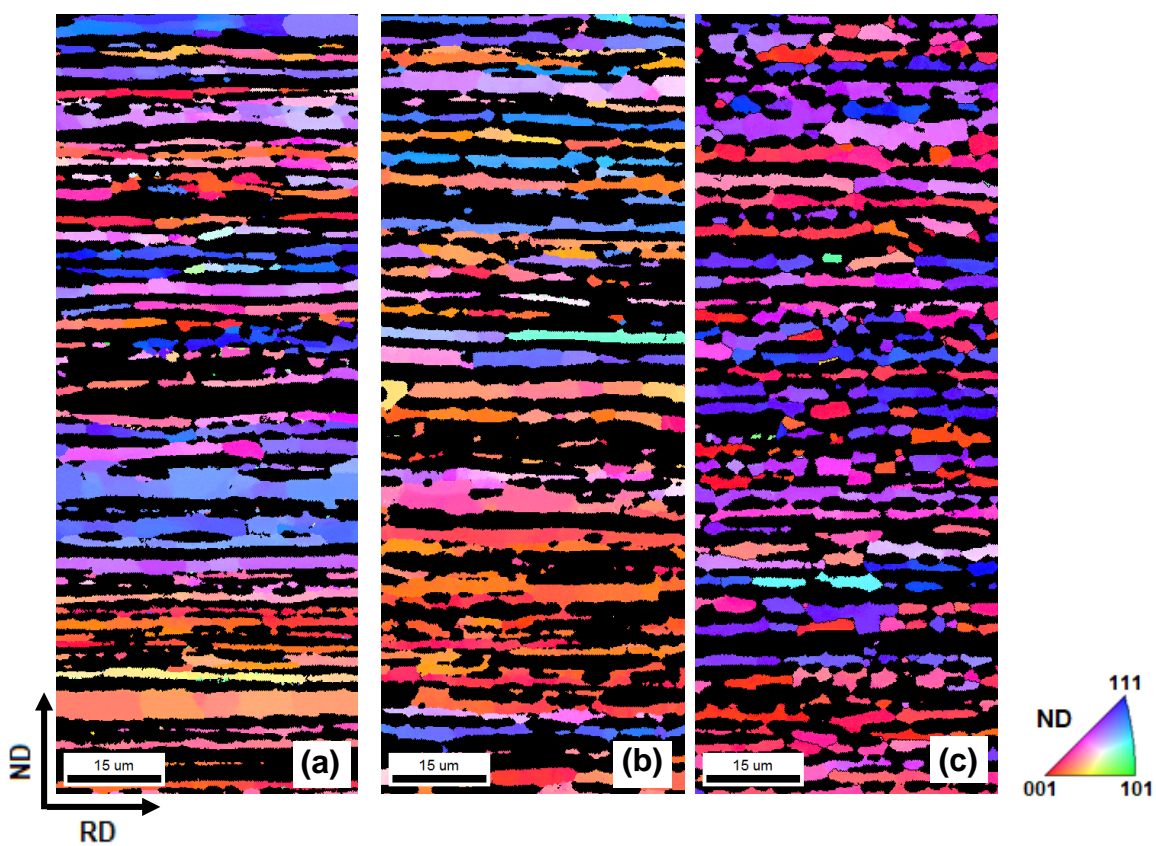


Figura 5.4. Mapas de orientação da ferrita nas condições (a) CFR, (b) 60% LMR e (c) 80% LMR.

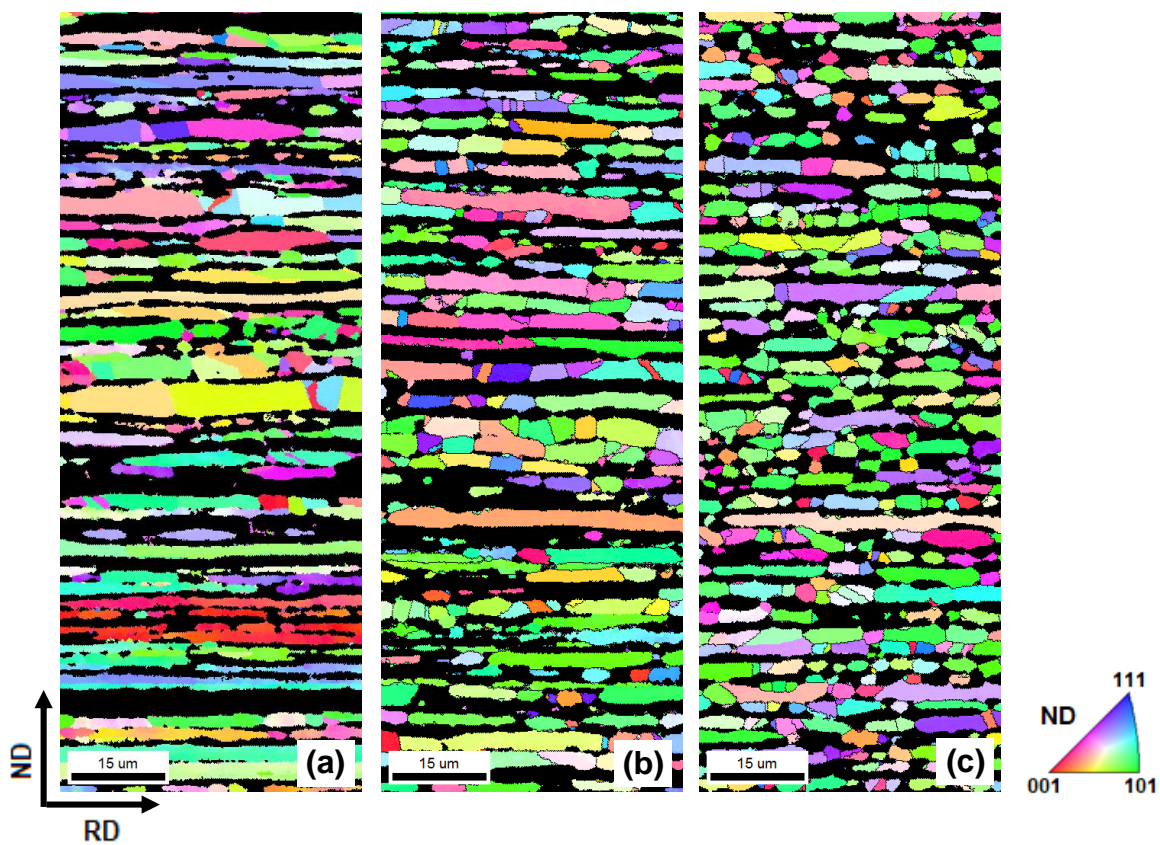


Figura 5.5. Mapas de orientação da austenita nas condições (a) CFR, (b) 60% LMR e (c) 80% LMR.

Na verdade, metais com estrutura cúbica de corpo centrado, como é o caso da ferrita nos AID, quando submetidos ao processo de laminação a frio e recozimento, desenvolvem uma textura fortemente dependente da textura inicial do material, ou seja, na condição laminada a quente [53], fato esse similar ao observado no presente estudo após o processamento a morno do aço. Moura *et al.* [54], de modo análogo, observaram que, após laminação a frio e recozimento, a textura e a evolução da microestrutura da fase ferrítica em um aço UNS S32304 dependem do bandeamento e da textura inicial no material laminado a quente e recozido. Por outro lado, os autores [54] também verificaram que a recristalização na austenita ocorre como em aços austeníticos monofásicos, independentemente da presença da ferrita.

As microtexturas, na forma de ODF, das amostras nas condições analisadas são mostradas na Figura 5.6. Para a avaliação da textura na fase austenítica, foram avaliadas seções com o ângulo φ_2 fixado em 0° , 45° e 65° , enquanto que para a ferrita, as análises foram feitas apenas para $\varphi_2 = 45^\circ$, uma vez que tais ângulos ilustram de forma representativa a orientação cristalográfica desenvolvida nos grãos das respectivas fases. Observa-se que a textura predominantemente desenvolvida na fase ferrítica é caracterizada pela fibra α ($\langle 011 \rangle // RD$), em todas as condições estudadas. Além disso, é possível notar que o processo de conformação a morno promove um enfraquecimento desse tipo de fibra e um moderado desenvolvimento da fibra γ , de modo que a amostra 80% LMR apresentou uma fibra γ ($\langle 111 \rangle // ND$) ligeiramente mais intensa do que a amostra 60% LMR. A presença notável da fibra α na condição de fornecimento contribuiu para a sua permanência após o tratamento termomecânico. Este resultado está coerente, visto que a fibra α é a fibra de maior estabilidade na laminação a frio da ferrita. Por outro lado, a fase austenítica apresentou na condição de fornecimento uma textura constituída principalmente pelas componentes Latão $\{110\} \langle 112 \rangle$ e S $\{123\} \langle 634 \rangle$. Com o processo de laminação a morno, ocorreu o enfraquecimento da componente Latão $\{110\} \langle 112 \rangle$ e o aumento da intensidade nas orientações Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$ e Cu $\{112\} \langle 111 \rangle$ [48].

Aços inoxidáveis ferríticos monofásicos apresentaram um comportamento semelhante durante tratamento térmico após laminação. Verificou-se que durante o recozimento, os grãos alinhados na direção da fibra α tendem a ser consumidos por grãos orientados com a fibra γ , visto que aqueles detêm uma baixa energia armazenada [53-55]. Entretanto, nos aços duplex, há um incompleto desenvolvimento desta fibra, fato esse que pode ser atribuído à presença de lamelas de austenita, as quais atuam como

barreiras ao crescimento dos grãos orientados segundo a fibra γ , principalmente na direção normal [54]. Dessa forma, os grãos da fibra α não são consumidos em sua totalidade, participando da textura final de recristalização do material.

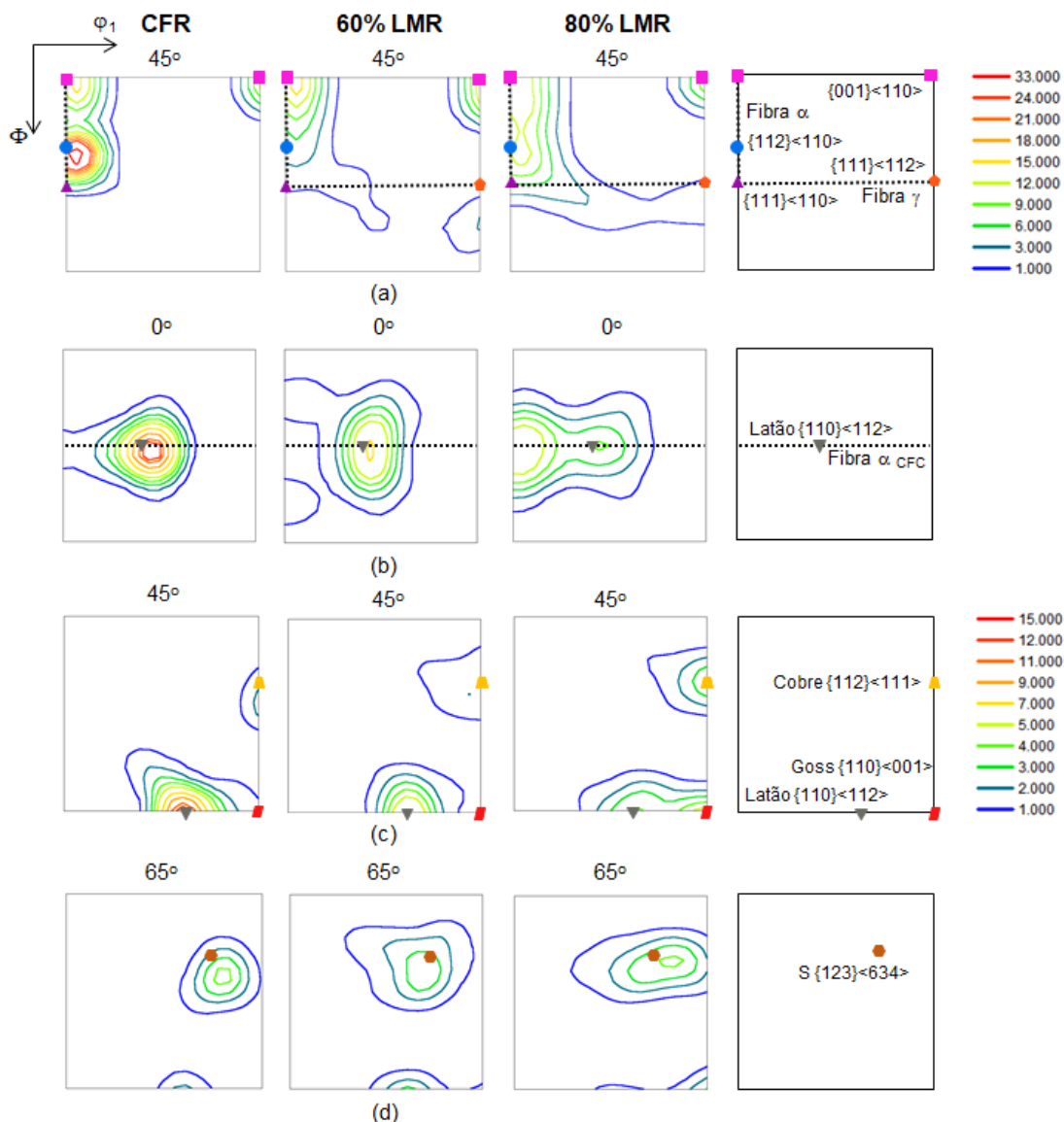


Figura 5.6. Seções de ODF das fases (a) ferrítica e (b,c,d) austenítica para todas as condições analisadas: CFR, 60% LMR, 80% LMR. Adaptado de [48].

Estudos anteriores [27,56] reportaram que grãos orientados na direção da fibra α armazenam uma menor energia, de modo que durante o recozimento, a recristalização é dificultada, sendo esses grãos, então, consumidos com o avanço do tratamento térmico. No caso do AID avaliado nesse estudo, a amostra CFR apresentou uma maior intensidade da fibra α . Desse modo, essa condição, combinada com o processo de laminação a morno, resultou em uma menor energia armazenada, o que favoreceu o

processo de recuperação e a retenção da fibra α na ferrita. Já para a austenita, observou-se o desenvolvimento das componentes Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ e Cu $\{112\}\langle 111\rangle$ após o recozimento da amostra com 80% LMR. De acordo com Chowdhury *et al.* [57] a presença da orientação Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ na textura de recristalização está primariamente associada à maclação desenvolvida durante o recozimento em um aço inoxidável austenítico metaestável. Além disso, em um estudo com o aço inoxidável austenítico 310S laminado a frio e recozido [58], foi notado que o acréscimo no nível de deformação, antes da etapa de recozimento, promove um aumento na intensidade da componente Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ ao final do tratamento térmico. A presença de Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ e Cu $\{112\}\langle 111\rangle$ após a laminação a morno e recozimento foi verificada por Odnobokova *et al.* [59] em estudo com o aço inoxidável 304L, processado a 300°C. Eles também reportaram que a textura formada nas amostras laminadas a morno e a frio foram relativamente similares [48].

Como discutido anteriormente, Badji e colaboradores [51] em trabalho com aço inoxidável duplex 2205, laminado a quente e recozido, observaram que a recristalização foi a etapa dominante na austenita durante o tratamento térmico, visto que as lamelas de γ apresentaram vários grãos recristalizados. Por outro lado, os grãos de ferrita permaneceram alongados ao longo da direção de laminação, o que sugere que, na fase, ocorreu apenas um processo de recuperação característico. Devido à diferença de mecanismo dominante durante o recozimento, a textura, então, resultante na austenita se caracterizou por uma mistura de texturas de deformação e recristalização, enquanto que na ferrita se verificou uma retenção da textura de deformação, uma vez que o processo de recuperação não causa alterações significativas na orientação dos grãos. Dessa forma, observou-se uma textura da fase austenítica majoritariamente composta pela componente Latão $\{110\}\langle 112\rangle$, com menores intensidades das componentes Cu $\{112\}\langle 111\rangle$, Cubo $\{100\}\langle 001\rangle$, Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ e S $\{123\}\langle 634\rangle$. Já a textura da ferrita esteve basicamente constituída por fibra α ($\langle 011\rangle//RD$), com uma forte intensidade da componente Cubo Girado $\{001\}\langle 110\rangle$, e a presença, de maneira não muito proeminente, da fibra γ ($\langle 111\rangle//ND$).

Gonçalves [60] observou após a laminação a frio e recozimento desse mesmo aço (AID 2205), o desenvolvimento da fibra α com alta intensidade na fase ccc, a qual também continha fracos indícios de fibra γ . Para a fase cfc, observou-se um decréscimo de intensidade da componente Latão e um aumento de intensidade das componentes Cobre e Dillamore, cujas orientações são características de textura de recristalização.

Como visto anteriormente, comportamento semelhante foi observado no aço 2205 analisado no presente estudo, o que vai ao encontro das conclusões obtidas por Odnobokova *et al.* [59] sobre o processamento a morno e a frio de um aço inoxidável austenítico. Segundo Kumar e Ghosh [61], as diferenças presentes nas intensidades das orientações ou mudança de textura em metais cfc estão correlacionadas com a energia de falha de empilhamento (EFE) do material, a qual influencia fortemente a deformação plástica do mesmo. Textura do tipo cobre se desenvolve preferencialmente em metais com alta EFE, enquanto metais com baixa EFE tendem a apresentar textura do tipo Latão, componente fortemente observada na fase austenítica do AID em questão neste estudo.

5.1.3. Comportamento mecânico: microdureza Vickers

No presente trabalho, os valores relativos à microdureza do material nas três condições analisadas convergem para um valor médio de 255 HV, como pode ser observado na Tabela 5.1. Essa aproximação dos valores das amostras laminadas a morno com a condição de fornecimento, se deve aos fenômenos de recuperação e recristalização que ocorrem durante o tratamento térmico.

Tabela 5.1. Testes de microdureza Vickers (carga de 2,98 N) do aço UNS S32205 após recozimento a 1050°C por 300 s para as condições como fornecida e laminadas a morno com 60% e 80% de redução em espessura

Condição Estudada	HV (após recozimento a 1050°C por 300 s)
Como fornecida	265 ± 7
Laminada a morno com 60% de redução	244 ± 5
Laminada a morno com 80% de redução	256 ± 6

Adaptado de [43].

De acordo com Gottstein [29], durante a deformação plástica, deslocamentos são geradas e armazenadas na estrutura cristalina, acarretando no encruamento do metal. O subsequente processo de recozimento, por outro lado, promove a aniquilação e rearranjo dessas deslocamentos em uma configuração de menor energia, o que possibilita o amaciamento do material e, conseqüentemente, alteração em suas propriedades mecânicas, como redução da resistência e da dureza e aumento da ductilidade. Dessa forma, os resultados obtidos por meio do ensaio em questão estão em concordância com o comportamento que se espera após o tratamento térmico.

5.2. Análises Realizadas Após o Ensaio de Tração

5.2.1. Avaliação da microestrutura

As Figuras 5.7 e 5.8 ilustram as micrografias presentes ao longo da superfície do corpo de prova de tração até a região de fratura. É possível observar que próximo à região de estrição, há uma mudança na direção de alinhamento das lamelas de ferrita e austenita, além de um refinamento da microestrutura. Segundo Haslam *et al.* [62], a aplicação de tensão promove o aumento da mobilidade dos contornos de grão da estrutura, de modo que a combinação do deslizamento de contorno de grão com a sua migração causam uma mudança de orientação, com respeito à direção de tração. Essa alteração na orientação cristalográfica ocorre por meio de uma rotação física da austenita, ao longo de determinadas direções, em busca de planos de escorregamento mais favoráveis, no caso os planos {111}, a fim de acomodar a tensão aplicada durante a deformação [43,63].

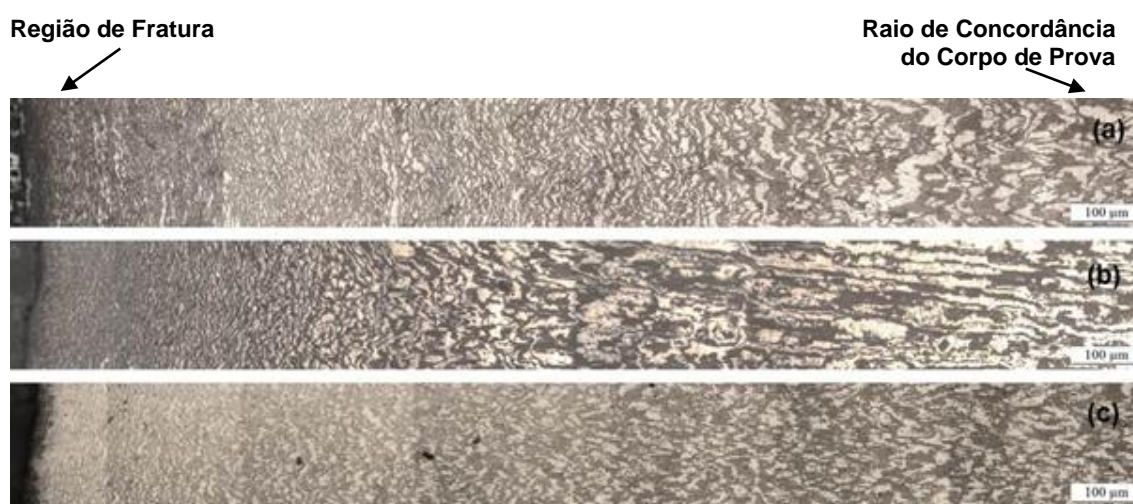


Figura 5.7. Perfil de fratura do aço UNS S32205 nas condições analisadas no presente estudo via microscopia óptica. (a) como fornecida e recozida, (b) laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida e (c) laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR). Adaptado de [43].

Descobertas realizadas por Liu *et al.* [64] em filmes de ouro nanocristalinos verificaram que a rotação de grãos durante o ensaio de tração pode ocorrer devido à tensão de cisalhamento causada pelo deslizamento de contornos de grão juntamente com a anisotropia elástica derivada dos grãos adjacentes. Além disso, a energia do contorno de grão resultante dos processos de recozimento ou recristalização também se torna um fator preponderante para tal mudança de orientação. Eles sugerem,

ainda, que o processo de rotação sob tração é uma fonte potencial do aumento de ductilidade em metais nanocristalinos.

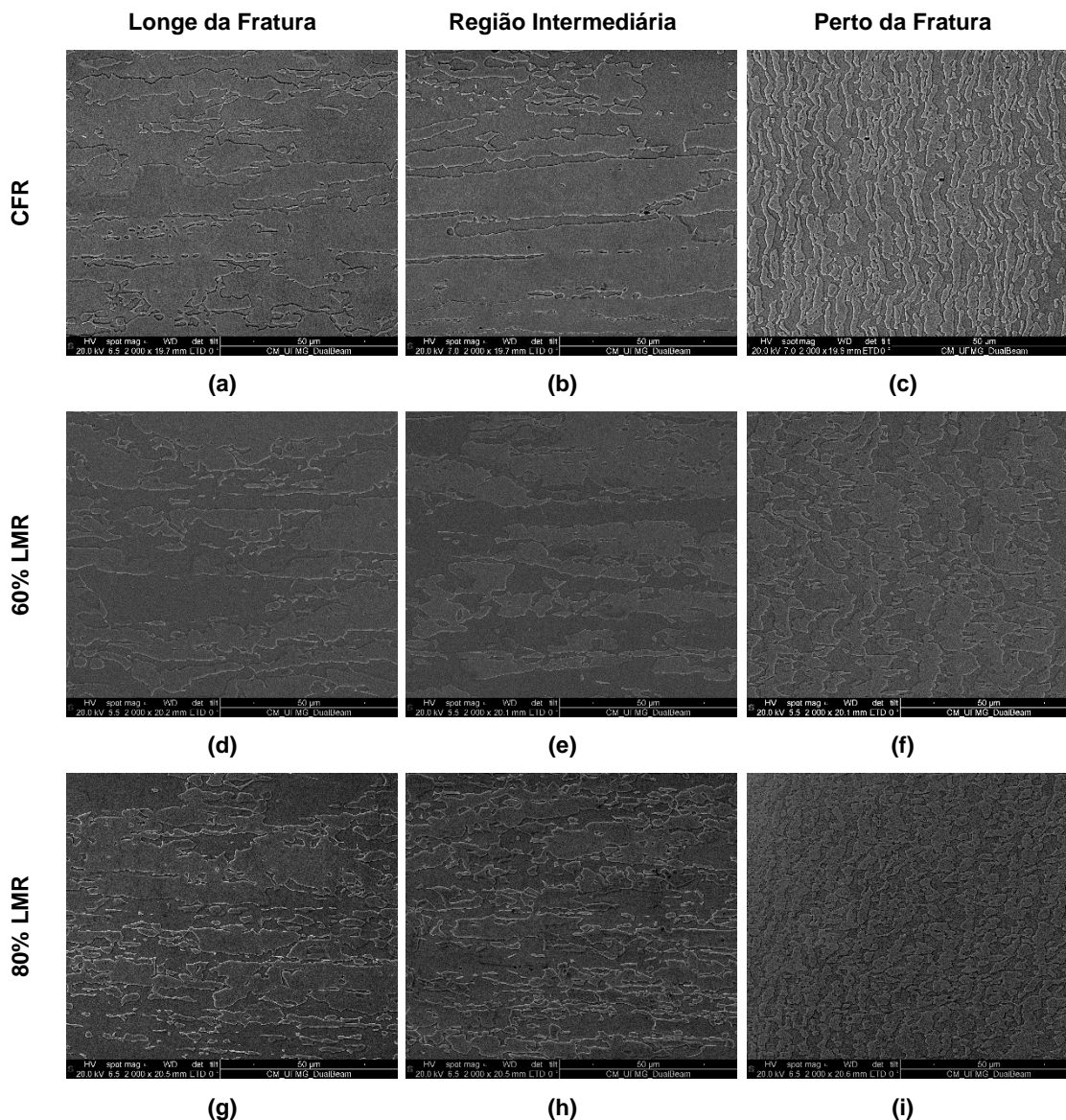


Figura 5.8. Micrografias do aço UNS S32205 nas condições analisadas no presente estudo via MEV: como fornecida e recozida (a) longe da fratura, (b) região intermediária, (c) perto da fratura; laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (d) longe da fratura, (e) região intermediária, (f) perto da fratura; laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (g) longe da fratura, (h) região intermediária, (i) perto da fratura. Adaptado de [43].

De fato, estudos desenvolvidos por Tirumalasetty *et al.* [63] constataram que a rotação da austenita, em um aço TRIP, depende do estado de tensão local desenvolvido durante o ensaio de tração e da orientação relativa dos grãos e que, de certa forma, este fenômeno contribui para o alongamento do material sob tensão, resultando em um atraso do processo de estricção e conseqüente aumento da ductilidade. Foi

observado por eles ainda que a fase ferrítica passa a se deformar de forma mais ativa a partir de 13% de redução em espessura, de modo que nas deformações iniciais os mecanismos que contribuem com a ductilidade são justamente a rotação dos grãos austeníticos e a transformação de fase induzida por deformação de austenita em martensita. Contudo, de acordo com Bhadeshia [65], essa transformação é responsável por apenas ~2% da deformação total nesses aços, o que permite inferir que a rotação é o mecanismo dominante que explica o comportamento desses materiais durante o início da deformação plástica.

A Figura 5.9 retrata a região de estricção no corpo de prova. É possível observar a formação de discretas frações de martensita no interior dos grãos austeníticos. Sabe-se que a formação de martensita α' pode estar associada a bandas de cisalhamento, falhas de empilhamento, maclas, martensita ϵ e contornos de grão, os quais atuam como sítios de nucleação preferenciais para a fase [66]. De acordo com Perdahcioglu *et al.* [67,68], a deformação plástica à qual o material eventualmente é submetido durante o ensaio de tração, atua como uma força motriz adicional para se ter a transformação de fase induzida por deformação. Além disso, a formação desta fase no interior da austenita durante o ensaio pode contribuir para o aumento da capacidade de alongamento do material. Neste caso, a martensita suporta uma tensão de tração maior do que a austenita, atuando como um reforço adicional, à medida em que as fases se deformam em conjunto [69].

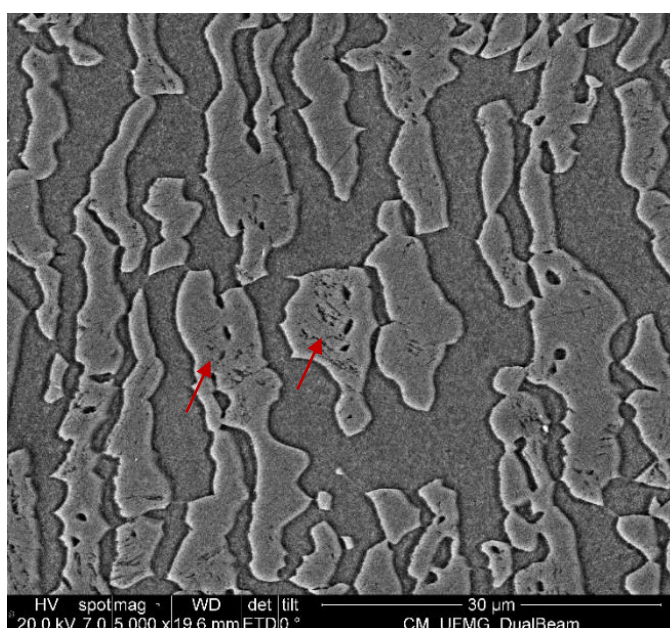


Figura 5.9. Micrografia do aço UNS S32205 na condição como fornecida e recozida via MEV. As setas indicam a formação de traços de martensita α' no interior da fase austenítica na região de fratura após ensaio de tração.

De fato, martensita α' foi observada via MET nas regiões próximas à fratura após o ensaio de tração para todas as condições estudadas, como pode ser observado na Figura 5.10. A fase apresentou morfologia típica de ripas, cujas espessuras variaram entre 5 e 85 nm. Pequenas frações de martensita foram detectadas, isso se deve ao fato de que a austenita, por estar contida entre lamelas de matriz ferrítica, apresenta limitações para a deformação, o que, conseqüentemente, restringe a formação de martensita [70]. Além disso, o aumento da proporção de fase induzida por deformação com o avanço do estiramento resulta em um aumento da taxa de encruamento do material, afetando diretamente suas propriedades mecânicas, como será discutido em seções posteriores. Contudo, por outro lado, este acréscimo na fração de martensita pode promover uma redução gradual da cinética de transformação de γ em α' [71]. A análise de campo claro com difração de área selecionada (*selected area diffraction pattern* – SADP) via MET (Fig. 5.10 (d)) revelou que a martensita α' induzida por deformação apresenta a relação de orientação ($\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha <110>_\gamma // <001>_\alpha$) com a matriz austenítica, que corresponde à relação de Nishiyama-Wassermann (N-W) existente entre as fases ccc e cfc.

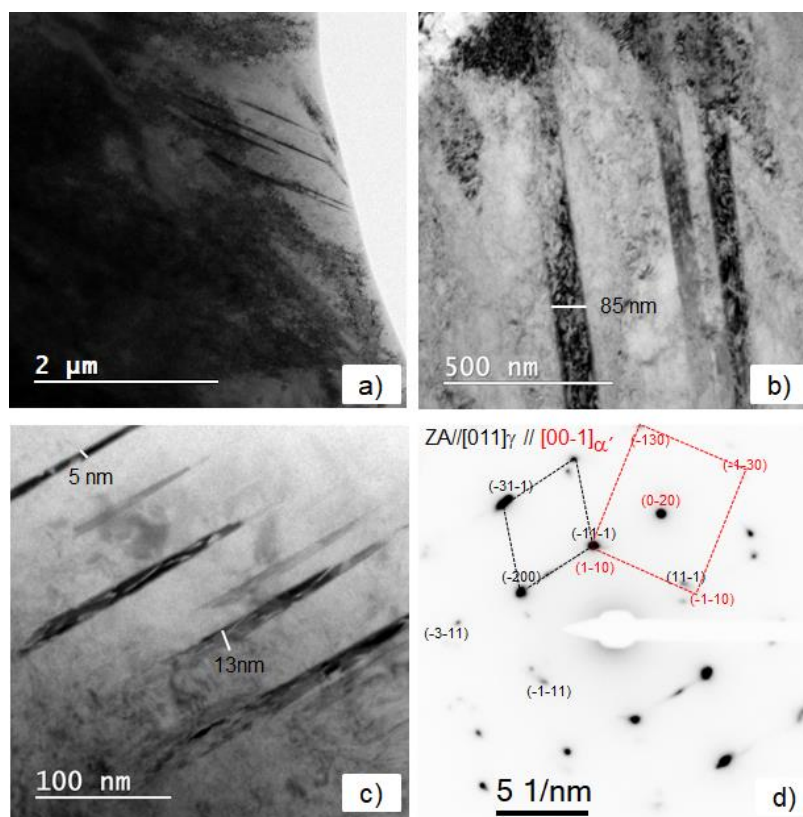


Figura 5.10. Imagens de campo claro perto da fratura para as condições a) como fornecida e recozida (CFR); b) laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR); c) laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR); d) padrão de difração de elétrons para a amostra 80% LMR. Fonte [48].

Durante a aplicação de tensão nesses aços, tem-se o aumento da densidade de deslocações, resultante da necessidade de acomodação da deformação. Em deformações ainda maiores, é esperado que este aumento seja acompanhado da ativação de sistemas de deslizamento, a qual tende a ocorrer mais facilmente na ferrita do que na austenita. Desse modo, outras formas de deformação localizada são susceptíveis a acontecer na fase γ , a depender de sua EFE. Do ponto de vista energético, mecanismos de deformação por maclação mecânica, transformação de fase induzida e formação de bandas de cisalhamento podem ocorrer, uma vez que são gerados quando as condições para a deformação por escorregamento de planos não são favoráveis [72].

Por conta da composição química do aço avaliado, a austenita pode ser considerada uma fase metaestável com um valor médio de EFE, sem nenhuma evidência de maclação como mecanismo de deformação dominante no interior de seus grãos. Contudo, a instabilidade da fase e as tensões exercidas pela matriz ferrítica existente ao redor podem promover transformações martensíticas induzidas por deformação durante o processamento. Observações realizadas via MET (Fig. 5.11) revelaram o desenvolvimento de bandas de cisalhamento em regiões do corpo de prova mais afastadas da estrição, ou seja, que presenciaram um menor grau de deformação. Por meio da análise de campo claro com difração de área selecionada na condição de fornecimento (Fig. 5.11(b)), foi observado um valor de reflexão (d) igual a 2,17 nm. Este valor não é compatível com as fases austenítica e ferrítica, de acordo com os padrões conhecidos, mas é próximo ao dos planos (1-100) da estrutura hexagonal compacta. Dessa forma, utilizou-se parâmetros de rede da martensita ϵ *cobalt*, a qual apresenta uma estrutura cristalina diferente das demais, com $a = 2,5071$ nm e $c = 4,0686$ nm, para se fazer a indexação. A martensita, nesse caso, foi identificada com o eixo de zona de [0001] na matriz austenítica cujo eixo de zona é [001]. A relação de orientação existente entre a martensita ϵ e a fase γ foi a de Shoji-Nishiyama (S-N), $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 2110 \rangle_{\epsilon}$ [73].

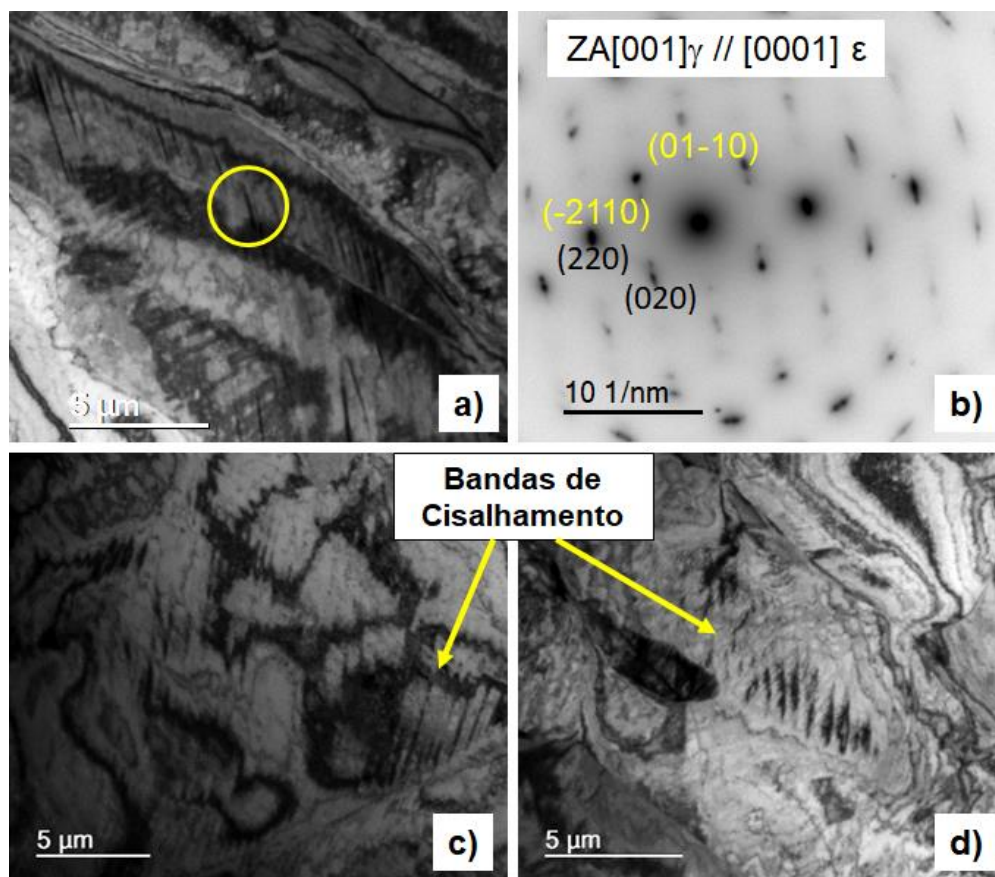


Figura 5.11. Micrografias via MET de regiões cisalhadas durante ensaio de tração em regiões mais afastadas da estrição. (a) Condição CFR; (b) Padrão de difração de elétrons em seção destacada em (a); (c) Condição 60% LMR; (d) Condição 80% LMR.

O desenvolvimento desta estrutura martensítica está relacionado à formação de defeitos planares em pequenas deformações durante o estiramento. Com o aumento da deformação, a martensita ϵ tende a se transformar em martensita α' , atuando, então, como precursora dessa fase [74]. De fato, Breda *et al.* [75] observaram que embriões de martensita α' podem ser formados nas interseções de ϵ , além de outras bandas de cisalhamento. Maria *et al.* [73], em estudo com um LDSS, também verificaram a formação de pequenas frações de martensita ϵ no interior de bandas de cisalhamento após aplicação de baixos níveis de deformação. Ainda, Zhang e Hu [76] reportaram que a gradual transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ contribui para o aumento da plasticidade, uma vez que, ao auxiliar na acomodação do carregamento externo, permite que o processo de instabilidade em tensão ocorra para maiores valores de deformação.

A formação de regiões cisalhadas no interior dos grãos também foi observada nas condições 60% LMR e 80% LMR, Figura 5.11 (c) e (d), respectivamente. Estruturas

similares às da amostra como fornecida e recozida foram notadas, contudo, para se ter uma confirmação acerca da microestrutura presente nessas regiões, e para avaliação da possível formação de martensita ϵ nessas condições, seria necessária uma nova análise via MET, inviável para o estudo em questão.

Na Figura 5.12, acerca da amostra 60% LMR, é possível observar a formação de estruturas celulares no interior dos grãos além de densas paredes de deslocações, como indicado pela seta branca. O aumento, então, nos resultados de dureza apresentados após o ensaio de tração advém, além da presença de fases duras como a martensita, da formação de subgrãos e emaranhados, células e densas paredes de deslocações. Tal acúmulo de defeitos e o desenvolvimento de heterogeneidades, como bandas de cisalhamento, no interior dos grãos, dificultam a deformação plástica do material, aumentando sua resistência e, conseqüentemente, a dureza.

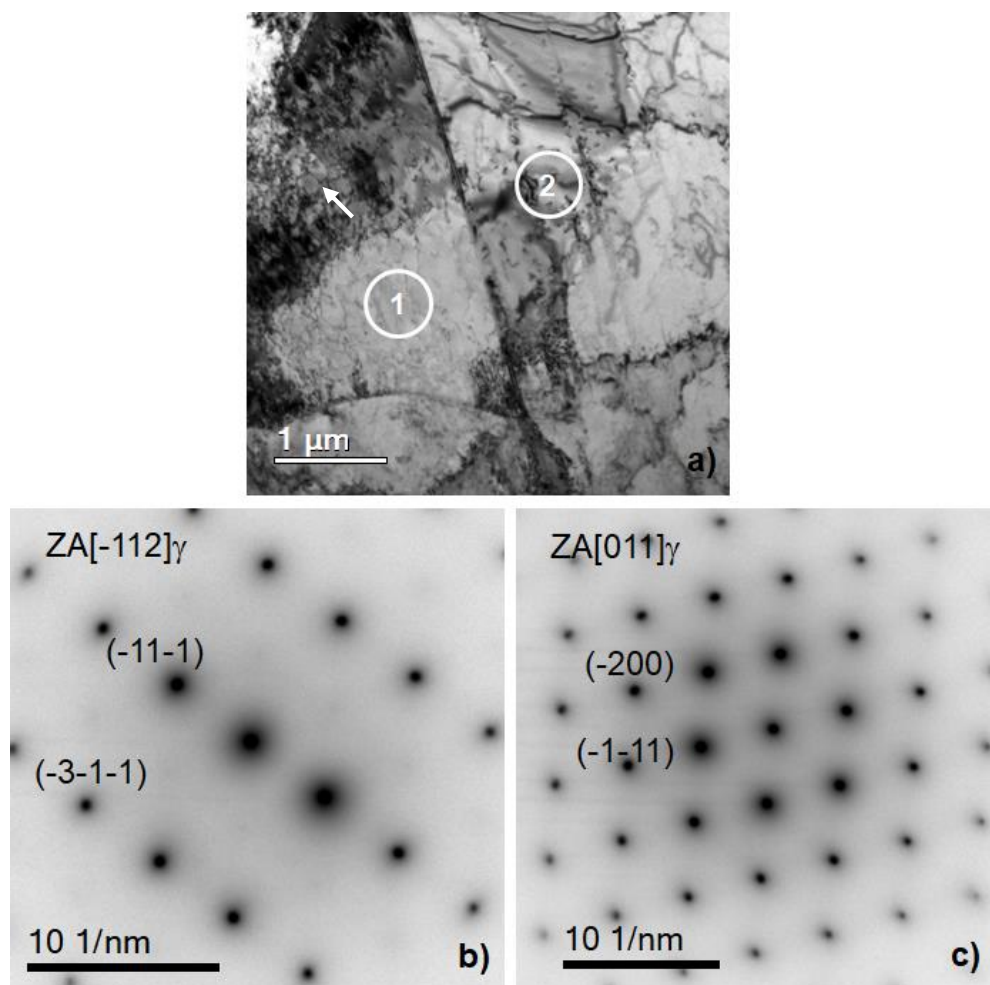


Figura 5.12. (a) Micrografia via MET da fase austenítica na condição 60% LMR após ensaio de tração; (b) Padrão de difração de elétrons em região 1 destacada em (a); (c) Padrão de difração de elétrons em região 2 destacada em (a). A seta branca indica a formação de estruturas celulares no interior do grão austenítico.

De acordo com Dini e Ueji [77], a ativação de sistemas de deslizamento primários durante o início da deformação plástica resulta no empilhamento de deslocações ao longo dos contornos de grãos. Com a continuidade do tensionamento, o número de sítios ou fontes de deslocações também aumenta, de modo que a ativação de uma maior quantidade de sistemas de deslizamento e a resistência à mobilidade das deslocações se fazem presentes, promovendo o rearranjo em uma geometria mais complexa. A difração de elétrons nas duas regiões destacadas por círculos (Fig. 5.12 (a)), ambas no interior da fase austenítica, mostra que a região 1 (Fig. 5.12 (b)) apresenta bandas de cisalhamento circundada por deslocações livres, enquanto que a região 2 (Fig. 5.12 (c)), emaranhados aparentemente aleatórios de deslocações foram verificados, o que evidencia, mais uma vez, os diferentes mecanismos de deformação desenvolvidos durante a deformação do material.

Segundo Foct e Akdut [78], em estudo com aços inoxidáveis duplex, quando o escorregamento, a maclação, a formação de bandas de cisalhamento e a transformação martensítica na austenita não são suficientes para acomodar a deformação externa imposta, o processo de recuperação dinâmica passa a atuar na fase ferrítica em maiores deformações. As áreas na ferrita, então, que desenvolvem esse mecanismo, usualmente exibem a orientação Cubo $\{100\}\langle 001\rangle$.

Os resultados da difração de raios-x feita na região de fratura das amostras após o ensaio de tração constataram, também, que a microestrutura presente é constituída apenas por ferrita e austenita. Assim como o processo de laminação a morno, a deformação produzida sob tração também promoveu uma redução da intensidade dos picos da fase α , redução essa da ordem de 10 vezes quando comparado com a condição de fornecimento antes do ensaio. Ainda, observou-se um aumento significativo das intensidades das orientações segundo os planos $\alpha(200)$, $\alpha(211)$, $\gamma(220)$ e $\gamma(311)$, com conseqüente detrimento dos planos $\alpha(110)$ e $\gamma(111)$. Picos de martensita ϵ , cuja estrutura hexagonal compacta apresenta parâmetros cristalográficos diferentes da ferrita, não foram encontrados, para a faixa de detecção do instrumento utilizado no presente estudo, em nenhuma das amostras ensaiadas sob tensão, como pode ser observado na Figura 5.13. Este resultado é consistente com as análises obtidas em estudos anteriores [79,80] em aços inoxidáveis duplex submetidos a deformação plástica e posterior recozimento, nos quais a fase γ se transforma diretamente em α' , sem a presença de uma fase intermediária (ϵ).

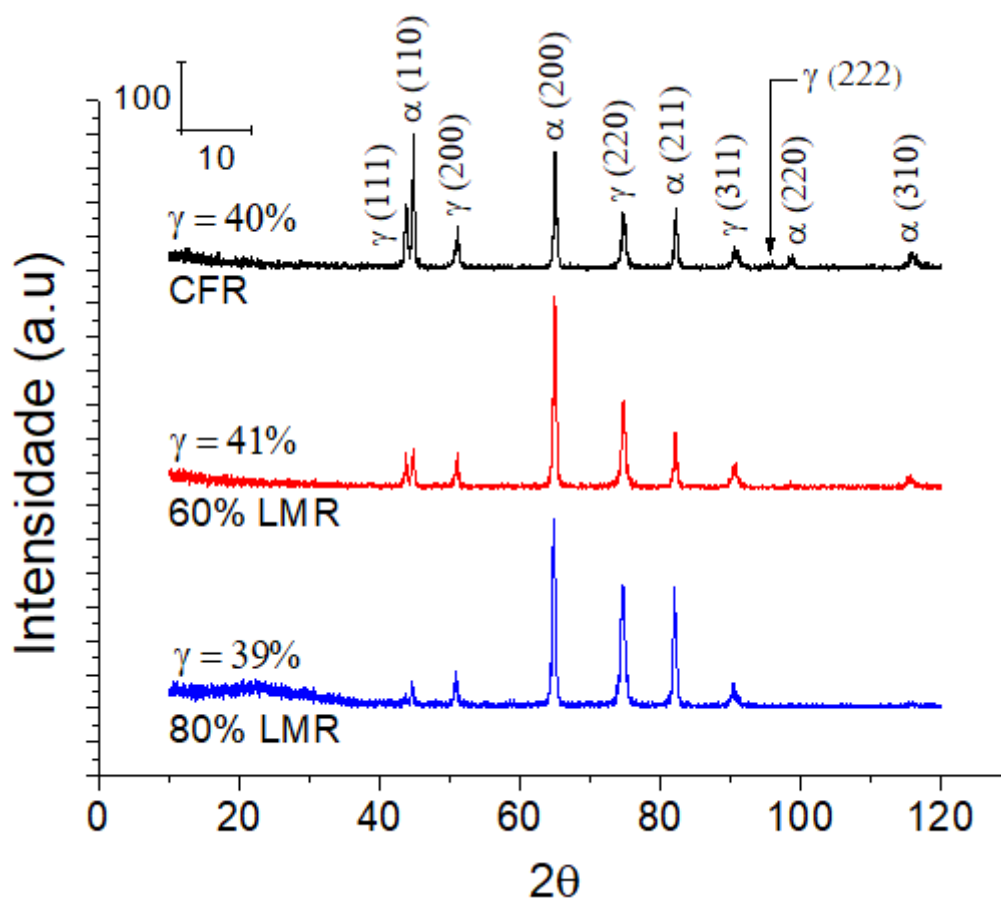


Figura 5.13. Difratogramas das amostras nas condições analisadas (como fornecida e recozida (CFR), laminada a morno com 60% de redução em espessura e recozida (60% LMR) e laminada a morno com 80% de redução em espessura e recozida (80% LMR)) próximo à região de fratura após o ensaio de tração.

5.2.2. Comportamento mecânico

5.2.2.1. Microdureza Vickers

O perfil de dureza encontrado nos corpos de prova a partir da fratura após o ensaio de tração está ilustrado na Figura 5.14. É possível observar, posteriormente à deformação, um aumento gradual da dureza nas regiões próximas à fratura, atingindo um valor aproximado de 400 HV para todas as condições analisadas. Este valor, além de estar relacionado ao endurecimento do material devido ao encruamento, indica a formação de fases duras na estrutura, como a martensita, anteriormente detectada na análise microestrutural. Além disso, nas amostras previamente submetidas à laminação a morno, maiores valores de dureza foram encontrados, o que pode estar relacionado, a princípio, a uma maior fração volumétrica de martensita induzida por deformação nessas condições [48].

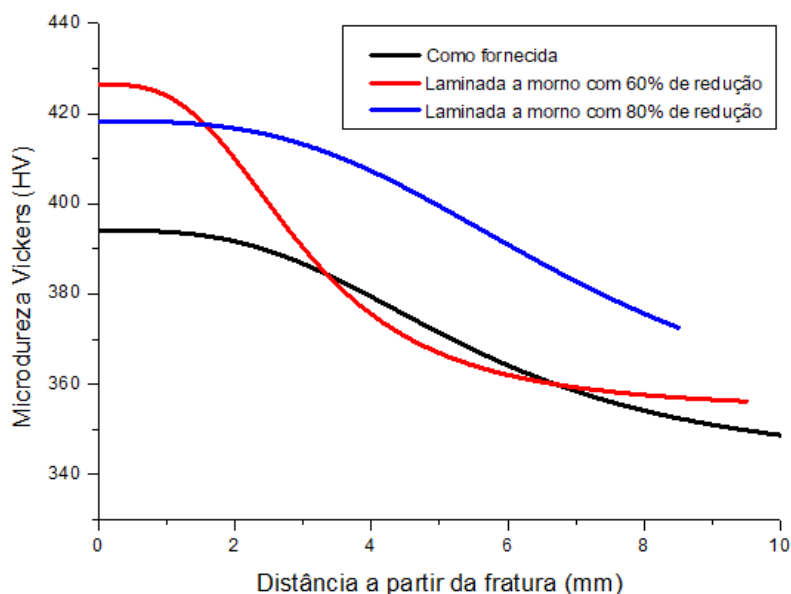


Figura 5.14. Evolução do perfil de microdureza em função da distância a partir da fratura após ensaio de tração em corpos de prova das condições analisadas. Adaptado de [48].

De fato, estudos anteriores [67,68,81] evidenciaram, para o caso de aços inoxidáveis austeníticos, que existe uma barreira energética, função de diversas propriedades do material, a partir da qual se tem a transformação martensítica induzida por deformação (efeito TRIP). Nesse contexto, a deformação plástica produzida durante o ensaio de tração atua como força motriz para a ativação de tais mecanismos de transformação. Em ensaios à temperatura ambiente, a martensita se forma para níveis de tensões logo acima do limite de escoamento e, a deformação inelástica na estrutura do material resultante de sua transformação, promove uma subsequente dissipação de energia mecânica. Como resultado da transformação parcial de austenita em martensita, tem-se o aumento da resistência mecânica do material com conseqüente aumento da dureza na região.

5.2.2.2. Ensaio de tração

O efeito da deformação a morno e recozimento nas propriedades do material com base no ensaio de tração estão apresentados na Figura 5.15. Observa-se que as propriedades mecânicas extraídas das curvas de tensão (σ) - deformação (ϵ) de engenharia não apresentam variações expressivas entre as condições estudadas. Os valores médios encontrados foram aproximadamente 540 ± 20 MPa para o limite de escoamento, 790 ± 20 MPa para o limite de resistência e $0,290 \pm 0,04$ mm/mm para o alongamento uniforme. Além disso, as regiões de deformação plástica uniforme das curvas típicas de σ - ϵ verdadeiras estão representadas na Figura 5.16, onde se verifica

um comportamento análogo para todas as amostras analisadas durante todo o ensaio. Essa semelhança, portanto, endossa os resultados obtidos anteriormente no ensaio de microdureza referentes aos fenômenos de recuperação e recristalização.

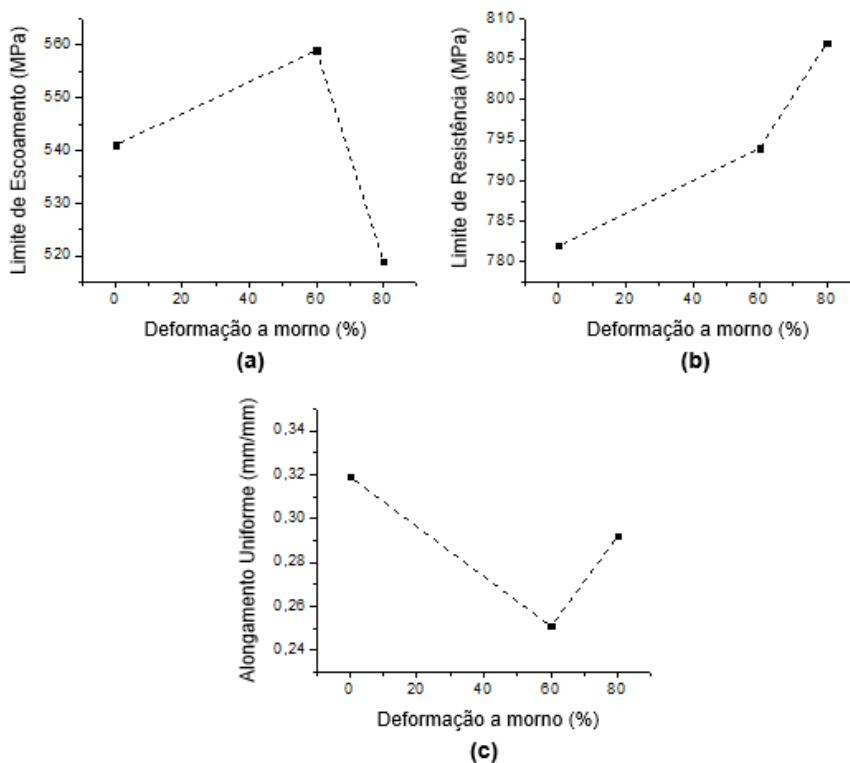


Figura 5.15. Propriedades mecânicas extraídas do ensaio de tração em função das condições analisadas (como fornecida ou com 0% de redução; 60% de redução em espessura e 80% de redução em espessura): (a) limite de escoamento, (b) limite de resistência e (c) alongamento uniforme.

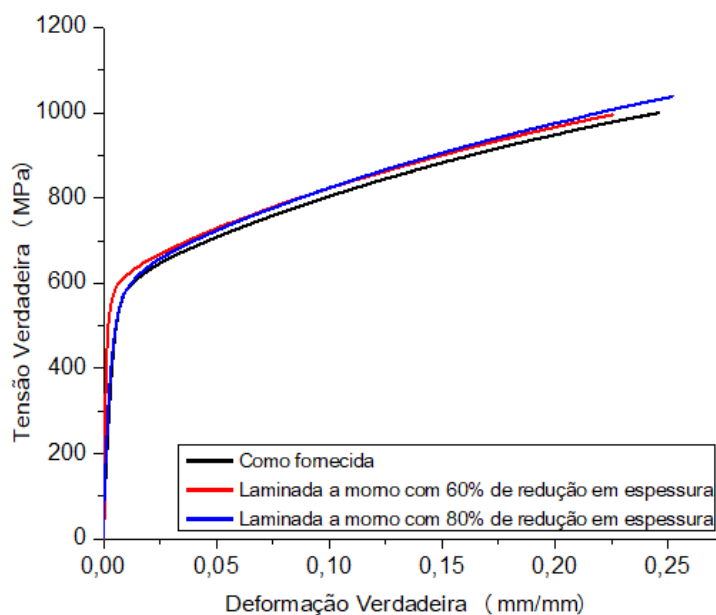


Figura 5.16. Curva de tensão-deformação verdadeira das amostras para as condições analisadas: como fornecida (em preto), laminada a morno com 60% de redução em espessura (em vermelho) e laminada a morno com 80% de redução em espessura (em azul). Adaptado de [48].

O processo de endurecimento do material é usualmente relacionado à redução de mobilidade das deslocações devido à sua interação com obstáculos na estrutura cristalina, como regiões deformadas, precipitados e outras deslocações, resultantes da deformação plástica [13]. Em aços bifásicos, como é o caso dos aços inoxidáveis duplex, a capacidade de endurecimento está associada às diferentes respostas plásticas das fases individualmente durante a sollicitação. A distribuição da deformação plástica ocorre de forma heterogênea entre as duas fases: em menores deformações, até por volta de 15%, a austenita apresenta uma maior taxa de encruamento mesmo apresentando uma maior resistência ao deslizamento; por outro lado, a ferrita começa a se deformar e acomodar as deformações plásticas em valores mais altos, contribuindo fortemente para o endurecimento do material. Além disso, em função de sua energia de falha de empilhamento (EFE), a austenita pode sofrer transformação de fase induzida por deformação, dando origem à estrutura martensítica e resultando em um severo encruamento do material. Dessa forma, a tendência da fase austenítica em desenvolver um determinado mecanismo de deformação depende fortemente do valor de EFE bem como dos fatores que influenciam esta energia [20,74,79,82,83].

Fatores como composição química e temperatura de deformação, juntamente com o estado de tensão, o tamanho de grão e a taxa de deformação, desempenham um papel importante no grau de transformação martensítica existente na microestrutura final e, portanto, nas propriedades mecânicas do material [84,85]. Durante o processo de deformação plástica, a austenita pode sofrer deslizamento de deslocações, maclação mecânica (efeito TWIP) ou transformação martensítica induzida por deformação (efeito TRIP), a qual, como reportado pela literatura [85,86], pode ocorrer por meio de duas sequências de transformação: (i) $\gamma \rightarrow \alpha'$ e (ii) $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$. Esse último mecanismo é mais propenso a ocorrer quando o valor de EFE da austenita for inferior a 20 mJ/m². Já para um valor de EFE entre 20 mJ/m² e 50 mJ/m², a maclação se torna o mecanismo de deformação mais importante e, para valores superiores a 50 mJ/m², predomina-se o deslizamento de deslocações [87].

Com base na análise de composição via Thermo-CalcTM e EDS da fase austenítica presente no AID em questão após recozimento, encontrou-se por meio da equação de Schramm e Reed [44] valores equivalentes a 32 mJ/m² e 43 mJ/m² para a EFE, respectivamente. A faixa de valores encontrados indica que o mecanismo de deformação mais propenso a ocorrer é a maclação mecânica, contudo, de acordo com van Tol *et al.* [88], para um aço TWIP-Mn com 50 ± 10 mJ/m² de energia de falha de

empilhamento, a transformação de fases induzida por deformação com a formação de martensita α' foi o mecanismo dominante [48]. Aços inoxidáveis austeníticos apresentam, por sua natureza, baixa energia de falha de empilhamento, de modo que o efeito TRIP se torna um importante fator no endurecimento do material [89].

Para melhor compreender a natureza física das respostas plásticas das microestruturas que se desenvolvem no material durante a sollicitação, é comum estabelecer diferentes estágios de encruamento por meio da manipulação da curva de fluxo do material, onde, de acordo com o método adotado, mudanças de inclinação caracterizam estágios diferentes e, por conseguinte, mecanismos distintos [75]. No presente estudo, então, o comportamento do material foi analisado por meio dos métodos de Hollomon e de Jaoul-Crussard, que permitiram evidenciar variações no expoente (n) e na taxa de encruamento ($d\sigma/d\varepsilon$), como retratado na Figura 5.17.

Como pode ser observado, o modelo de Hollomon descreve de forma satisfatória o comportamento do material em tração, apresentando valores de coeficientes de correlação R^2 variando de 0,994 a 0,999. Nesse caso, observa-se a presença de quatro estágios durante a deformação devido à mudança, em uma mesma curva, do expoente de encruamento do material, indicado pela variação da inclinação no gráfico $\ln(\sigma) - \ln(\varepsilon)$. A presença de múltiplos estágios indica que mecanismos distintos governam a deformação do material, o que não é uma característica clássica observada durante a sollicitação de materiais mono e policristalinos [90]. Por outro lado, o modelo de Jaoul-Crussard, conhecido por ser mais sensível a mudanças de inclinação na curva de $\sigma - \varepsilon$, indica a presença de um estágio adicional final durante a deformação. Esta análise apresenta valores negativos de n para todos os estágios em todas as condições analisadas.

Pelo método de Hollomon é possível observar que para deformações menores o expoente de encruamento adquire um dos valores mais altos, o que caracteriza o estágio I de deformação. Após esse estágio inicial, o valor de n é suavizado para um valor mínimo por volta de 0,1 em todas as condições avaliadas. Nos estágios subsequentes tem-se um aumento gradativo do expoente de encruamento, atingindo um valor máximo no estágio IV, até um $\ln(\sigma) \sim 6,9$, que representa o limite de resistência, valor a partir do qual se tem o processo de instabilidade em tensão e perda da capacidade de encruamento do material.

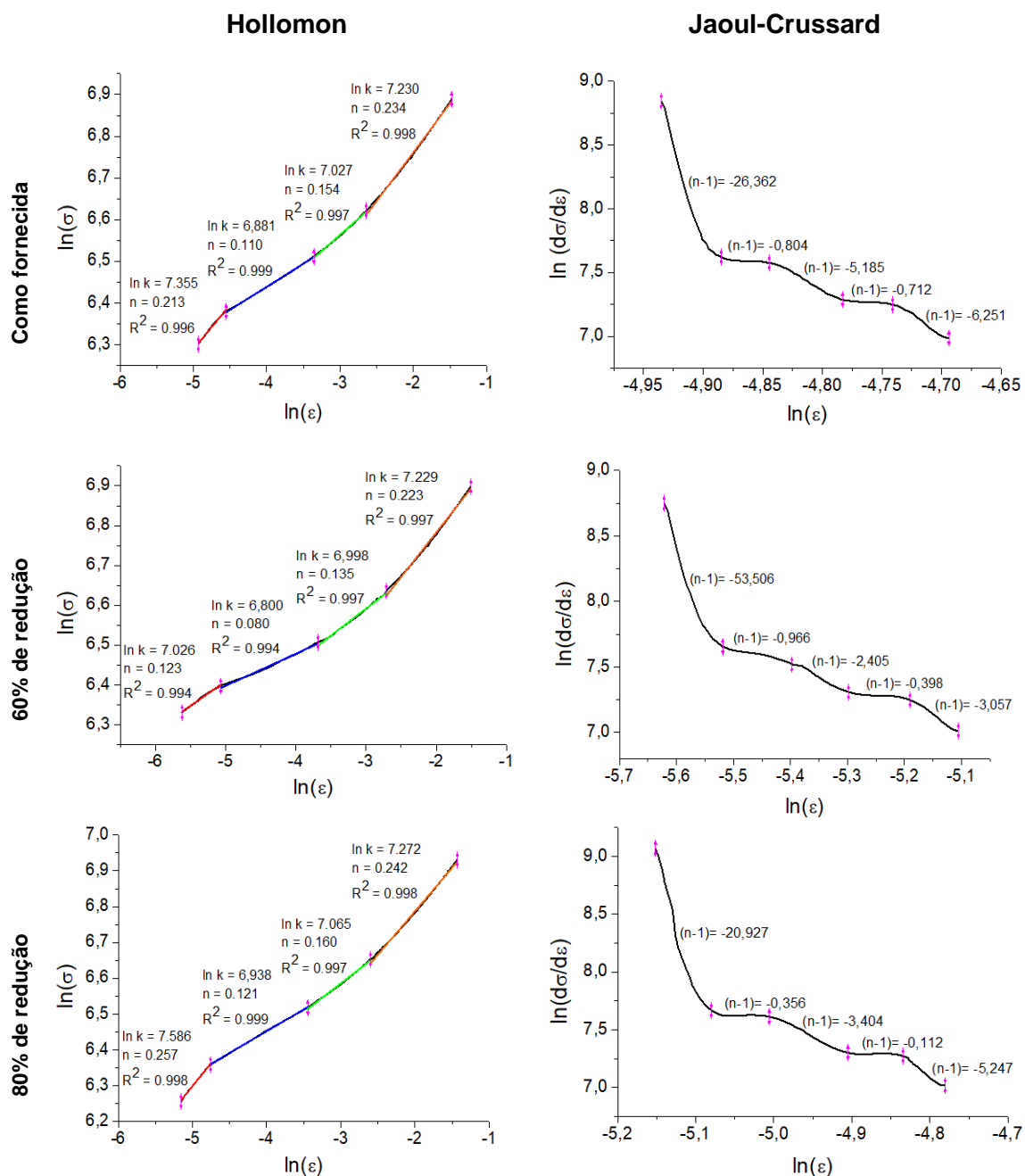


Figura 5.17. Determinação do expoente de encruamento usando as análises de Hollomon e de Jaoul-Crussard para as três condições analisadas.

Já pelo método de Jaoul-Crussard, nota-se um comportamento também similar entre as amostras estudadas, com o desenvolvimento da taxa de encruamento ($d\sigma/d\varepsilon$) ocorrendo por meio de decaimentos gradativos. Após um acentuado regime decrescente até um valor próximo de $\ln(d\sigma/d\varepsilon)$ igual a 7,5 (estágio I), a taxa de encruamento atinge um patamar (estágio II), onde passa a decair suavemente até atingir o estágio III. Nesse, há, também, uma queda mais acentuada da taxa de encruamento, de modo que a inclinação da curva atinge valores mais negativos. Com o aumento da tensão, a queda

acentuada de n é interrompida e passa a se desenvolver em um valor aproximadamente constante, com tendência à diminuição (estágio IV). Finalmente, para um $\ln(d\sigma/d\epsilon)$ aproximado de 7,25, a taxa de encruamento tem sua última queda brusca, que permanece até atingir o limite de resistência do material. Esses diversos níveis de encruamento até grandes deformações é o que confere ao aço estudado a combinação de boa resistência e ductilidade [90].

Além disso, a Figura 5.17 evidencia que as três condições estudadas apresentam um comportamento de encruamento dividido em vários estágios, o que, de acordo com outros autores [84,85,90], é uma característica de mecanismos de deformação secundários em ligas com baixa EFE. No caso dos aços inoxidáveis duplex, como visto anteriormente, a fase austenítica apresenta uma menor EFE, que resulta em uma resistência ao deslizamento cruzado de deslocações dissociadas durante a deformação plástica. Portanto, um aumento na resistência e no encruamento do material será observado [43]. Essas alterações nas propriedades mecânicas estão associadas com a deformação cisalhante da austenita, que pode promover a formação de martensita pelo fenômeno de transformação induzida por deformação plástica, também conhecido como efeito TRIP [85].

Estudo realizado por Reick *et al.* [50] em um aço inoxidável duplex 2205 laminado a frio e recozido apontou que, em menores deformações, a fase austenítica apresenta uma taxa de encruamento superior à da fase ferrítica. Com o aumento gradual do estiramento, ocorre a transformação de fase parcial da austenita em martensita α' , estando concentrada principalmente na faixa de 20% a 50% de redução em espessura, valor acima do qual se atinge um nível de saturação de martensita α' . Isso ocorre pois a presença de martensita induzida por deformação na fase austenítica promove o aumento de sua resistência à deformação plástica, de modo que em reduções mais elevadas, os grãos desta fase tendem a não participar do processo de deformação. Dessa forma, em maiores valores de redução em espessura, a deformação se concentra principalmente na fase ferrítica. De fato, foi observado que em reduções acima de 15%, a deformação se concentra cada vez mais na fase com estrutura ccc, uma vez que esta possui uma maior quantidade de sistemas de deslizamento ativos, além de um valor de EFE consideravelmente maior.

Nesses aços, para que a transformação induzida por deformação ocorra de acordo com o esperado, a fim de aumentar a capacidade de encruamento do material e promover um aumento de sua resistência juntamente com a ductilidade, é preciso que a austenita

seja suficientemente instável para que o efeito TRIP se desenvolva com o carregamento e, ao mesmo tempo, suficientemente estável para que o progresso da transformação se estenda a maiores deformações, onde o processo de encruamento é mais desejável. Devido à complexidade do comportamento dos AID durante o tensionamento e a forte dependência dos mecanismos de deformação com a estabilidade e a EFE da austenita, ao final do processo é possível observar um forte endurecimento do material acompanhado de um alto alongamento [49,91].

Keichel *et al.* [21] reportaram que a ferrita e a austenita presentes nos AID se deformam independentemente uma da outra, desenvolvendo uma deformação típica dos respectivos aços monofásicos. Dessa forma, comparando o comportamento de aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos monofásicos, é possível observar que os austeníticos apresentam um limite de escoamento relativamente inferior (valor médio de 280 MPa para as séries 304 e 316) ao dos ferríticos (valor médio de 350 MPa para as séries 430 e 444), o que implica que para um mesmo carregamento, os austeníticos se deformariam plasticamente primeiro do que os ferríticos. Ainda, o limite de resistência e o alongamento uniforme são consideravelmente superiores nos aços com fase cfc (valores médios de 570 MPa e 55%, respectivamente) do que nos com fase ccc (valores médios de 510 MPa e 26%, respectivamente), o que permite inferir que, no caso dos AID, a fase ferrítica contribui de forma mais intensa para o endurecimento do material, enquanto que a austenítica para a sua ductilidade, obtendo uma otimização das propriedades mecânicas em relação aos respectivos aços monofásicos [52].

Dessa forma, tendo em vista as considerações anteriores, o estágio I é caracterizado por um decaimento dramático da taxa de encruamento do material provavelmente resultante do estabelecimento da deformação plástica na austenita. Nesse caso, tal comportamento está associado a interação de deslocamentos móveis e amaciamento dinâmico, os quais aparentam ser o mecanismo de encruamento dominante da fase em menores deformações [71,74,89]. Ainda, ao final desse estágio, antes da mudança de inclinação da curva, pode-se ter a formação de martensita ϵ [92]. De fato, considerando as sequências de transformações previamente estabelecidas por outros autores [85,86,93-95], tem-se que a martensita ϵ atua como precursora para a formação de martensita α' , uma vez que $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$. Em ligas com baixa EFE, a formação de ϵ , a partir de falhas de empilhamento em cada plano secundário $\{111\}_\gamma$, ocorre para pequenas deformações, mas apenas quando um valor mínimo de tensão é atingido

durante o ensaio, o que está de acordo com o comportamento desenvolvido pelo material [74,89].

Como discutido anteriormente, a estabilidade da austenita depende da EFE desenvolvida na fase a uma determinada temperatura, a qual está relacionada ao teor de elementos de liga presente no aço. De maneira geral, nota-se que a tendência à formação de martensita induzida por deformação aumenta com a diminuição da EFE. Contudo, uma vez que a transformação martensítica é governada por mecanismos induzidos pela deformação, tanto a deformação plástica quanto o estado de tensão exercem influência no efeito TRIP do material, de modo que, então, a transformação passa a depender também de outros parâmetros como deformação local, taxa de deformação, direção de deformação, temperatura e estado de tensão, os quais podem alterar a resposta à deformação plástica do material [75].

Estudos realizados por Guo *et al.* [71], Soares *et al.* [74] e De *et al.* [92] verificaram que a redução na velocidade de decaimento da taxa de encruamento ($d\sigma/d\varepsilon$) pode estar relacionada ao aparecimento de martensita α' na microestrutura com o avanço da deformação. Dessa forma, no estágio II a transformação de fase induzida por deformação passa a ser o mecanismo dominante responsável pelo encruamento do material. O acúmulo de energia resultante da deformação e o aumento dos concentradores de tensões no material criam condições favoráveis para a nova martensita nuclear, a qual tende a se formar a partir de sítios de nucleação preferenciais, principalmente as bandas de cisalhamento (planos de deslizamento e placas de martensita ε). A formação de martensita α' a partir de martensita ε está associada a uma perda dessa última fase, resultante da sequência de transformação. Tal fato pode levar a uma redução da fase hexagonal compacta a valores mínimos, dificultando sua detecção, o que corrobora os resultados obtidos via difração de raios-x e microscopia eletrônica de transmissão. É possível observar, então, que a transformação martensítica exerce um papel importante no comportamento de endurecimento do material, uma vez que promove o atraso do processo de estricção durante o ensaio de tração, como discutido na seção 5.2.1. Eventualmente, a fração de martensita atinge um valor de saturação e a taxa de encruamento volta a diminuir, o que corresponde a transição do estágio II para o estágio III [74,89,92,94].

O decaimento na taxa de encruamento após a saturação da formação de martensita α' indica que os mecanismos de deformações posteriores, que governam o encruamento do material, estão associados à deformação na austenita remanescente e ao início da

deformação plástica na ferrita, os quais são mais fracos que o endurecimento via efeito TRIP [25]. Análises realizadas em um AID da classe UNS S32404 [96] constataram que em um maior nível de deformação, linhas de cisalhamento com diferentes orientações se encontram distribuídas uniformemente nos grãos da fase austenítica, enquanto nos grãos de ferrita, poucos sinais de deformação plástica são notáveis. Ainda, foi identificada a existência de dois mecanismos distintos de deformação nesta fase, ambos dependentes da formação de deslocações em γ . O primeiro deles está relacionado ao acúmulo de deslocações na austenita nos contornos de grão entre as fases α e γ , o qual promove a geração de deslocações na ferrita. No outro mecanismo, as deslocações presentes nos grãos da fase γ são responsáveis por cisalhar os grãos da fase α . Deste modo, presume-se que durante este estágio, para o aço inoxidável duplex 2205 avaliado no estudo em questão, uma deformação plástica semelhante se desenvolve na ferrita, visto que a deformação se concentra principalmente nessa fase à medida em que se avança o estiramento do material.

O estágio IV é caracterizado por um comportamento linear quase constante da taxa de encruamento do material, o que, no caso, está associado a deslizamentos múltiplos na ferrita, resultando em uma multiplicação contínua de deslocações [97]. Em reduções de espessura ainda maiores, desenvolve-se uma extensa deformação plástica desta fase, basicamente determinada pela interação entre deslocações móveis pré-existentes no material e pela proliferação de deslocações devido à deformação homogênea da fase [98]. Como resultado do aumento da densidade de deslocações, faz-se necessária a aplicação de tensões cada vez maiores, que favoreçam a instabilidade da rede de deslocações, para a continuidade do deslizamento [99]. Em outras palavras, a elevada densidade de deslocações passa a atuar como uma barreira ao seu próprio movimento e, conseqüentemente, o posterior deslizamento nesses sistemas promove o aumento do encruamento. Por essa razão, um decaimento mais lento da relação $d\sigma/d\varepsilon$ é observado.

Pelo método de Jaoul-Crussard, um último estágio é verificado no gráfico $\ln(d\sigma/d\varepsilon) \times \ln(\varepsilon)$ durante a deformação das amostras, antes do início da estricção. Estágios finais que exibem um comportamento de decaimento da curva com avanço da deformação, mas antes do limite máximo de alongamento uniforme, tem sido associados à ocorrência do processo de recuperação dinâmica e à formação de paredes altamente densas de deslocações, o que evidencia que os mecanismos de deformação anteriormente atuantes no material se encontram menos ativos [74,84,89,92,100].

CAPÍTULO 6. CONCLUSÕES

A discussão dos resultados obtidos acerca da evolução microestrutural, microtextura cristalográfica e comportamento mecânico do aço inoxidável duplex UNS S32205, a partir do processamento a morno e recozimento, permitiu as seguintes conclusões:

- A avaliação microestrutural do aço revelou uma morfologia caracterizada por grãos alongados de ferrita e austenita fortemente paralelos à direção de laminação, resultante do processo de conformação a quente prévio, na condição de fornecimento. A amostra 60% LMR apresentou uma microestrutura ainda mais alongada do que a anterior, com um menor espaçamento lamelar, como consequência da redução em espessura promovida pelo processo de laminação a morno. Por outro lado, a amostra 80% LMR apresentou um aspecto mais globular dos grãos associado ao referido bandeamento.
- Em todas as condições avaliadas, a fase austenítica apresentou a maior parte das lamelas divididas por contornos de grão de alto ângulo (HAGBs), enquanto que a partição de uma fração considerável de lamelas de ferrita ocorreu por contornos de grão de baixo ângulo (LAGBs).
- Tanto a laminação a morno quanto a deformação resultante do ensaio de tração promoveram redução da intensidade dos picos da fase ferrítica, quando comparado com a condição de fornecimento, durante a avaliação por difração de raios-x. Além disso, ambos promoveram um aumento do valor médio da fração de austenita para algo em torno de 40%.
- A microtextura formada na fase ferrítica foi basicamente constituída pela fibra α ($\langle 011 \rangle // RD$) em todas as condições analisadas, com um enfraquecimento dessa fibra e um discreto desenvolvimento da fibra γ ($\langle 111 \rangle // ND$) na medida em que o grau de deformação aumentou. A fase austenítica, por sua vez, foi constituída principalmente pelas componentes Latão $\{110\}\langle 112 \rangle$ e S $\{123\}\langle 634 \rangle$ na condição de fornecimento. Para as condições laminadas a morno, as componentes Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$ e Cu $\{112\}\langle 111 \rangle$ se tornaram mais intensas, o que foi acompanhado de um enfraquecimento da componente Latão $\{110\}\langle 112 \rangle$.
- Os valores relativos de microdureza convergiram para um valor médio de 255 HV após o tratamento térmico nas amostras, o que se deve ao rearranjo das

deslocações e alívio de tensões provenientes dos fenômenos de recuperação e recristalização durante o recozimento.

- As curvas de tensão x deformação apresentaram um comportamento similar para todas as condições analisadas. As derivadas das curvas obtidas a partir dos ensaios de tração sugerem a ocorrência de mecanismos de deformação secundários. Além disso, um aumento gradual da microdureza foi observado após o ensaio de tração em todas as amostras em regiões mais próximas à fratura, evidenciando a formação de martensita durante a deformação plástica (efeito TRIP). Ainda nessa região, foi observada uma mudança na direção de alinhamento das lamelas de ferrita e austenita, além de um refinamento da microestrutura, o que promoveu um maior alongamento do aço sob tensão.
- A análise microestrutural via MET confirmou a formação de ripas de martensita α' , cujas espessuras variaram entre 5 e 85 nm, próximas à região de fratura em todas as amostras. A relação de orientação desenvolvida entre a matriz austenítica e a martensita α' foi a de Nishiyama-Wassermann (N-W) $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 001 \rangle_\alpha$. Em regiões do corpo de prova afastadas da estrição, submetidas, portanto, a uma menor deformação, indícios da formação de martensita ϵ no interior de bandas de cisalhamento foram observados. De fato, foi verificado que uma das amostras analisadas apresentou uma relação de orientação bem definida entre ϵ e a fase γ , a relação de Shoji-Nishiyama (S-N), $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 2110 \rangle_\epsilon$. A formação dessas fases contribuiu para o aumento da taxa de encruamento do aço, além de postergar o processo de estrição. Algumas regiões, ainda, da austenita apresentaram estruturas celulares no interior dos grãos juntamente com densas paredes de deslocações.
- As construções das curvas de fluxo revelaram estágios bem definidos envolvidos no processo de encruamento do material. Observou-se mudanças de inclinação nas curvas de taxa de encruamento, ora adquirindo um regime acentuadamente decrescente ora um regime de patamar, indicando a ocorrência de outros mecanismos de deformação plástica diferentes do escorregamento de deslocações. Basicamente, o processo ocorreu por meio da deformação plástica da austenita, a qual inclui sua transformação parcial em martensita tanto α' quanto ϵ , com posterior deformação plástica da ferrita, seguida do processo de recuperação dinâmica antes da instabilidade em tensão.

CAPÍTULO 7: RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Os aços inoxidáveis duplex têm ampliado sua aplicação nos diversos setores da indústria devido a sua combinação de propriedades favoráveis e complexidade microestrutural. A rota de processamento usualmente empregada envolve a laminação a quente, laminação a frio e recozimento. Dessa forma, compreender as transformações de fases envolvidas durante a deformação e seus efeitos no comportamento mecânico do aço, principalmente quando processado em temperaturas intermediárias, como ocorre na laminação a morno, se torna inovador tanto no ambiente acadêmico, quanto no industrial.

Neste contexto, estudos têm sido realizados com o intuito de caracterizar as alterações microestruturais que ocorrem no material com o avanço da deformação a morno e com a aplicação do tratamento térmico de recozimento, bem como essas mudanças influenciam na textura cristalográfica do material. Além disso, a discussão envolvendo os mecanismos de deformação atuantes no aço, existentes nesse trabalho, podem contribuir com a comunidade científica fornecendo informações adicionais a respeito das deformações plásticas que ocorrem na austenita e na ferrita durante a solicitação. A compilação de dados aqui presentes poderão ser utilizados como referência e confrontados em trabalhos futuros.

CAPÍTULO 8: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar o efeito de diferentes níveis de deformação na microestrutura após laminação a morno e recozimento do aço UNS S32205, por meio da interrupção do ensaio de tração em cada estágio ($d\sigma/d\varepsilon$), a fim de se confirmar microestruturalmente se os mecanismos de deformação plástica existentes durante solitação obedece à tendência levantada no presente trabalho.

Avaliar o efeito da temperatura e do tempo de recozimento, bem como de menores percentuais de deformação a morno, na evolução da microestrutura e textura cristalográfica.

Investigar de forma comparativa a microestrutura, textura e comportamento do material antes do tratamento térmico de recozimento.

Estudar via MET o mecanismo/caminho desenvolvido durante a transformação de fases induzida por deformação da austenita em martensita α' .

REFERÊNCIAS

- [1] KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure and Performance**. Ohio: ASM International, 2005, 602 p.
- [2] SOUZA, S.A. **Composição Química dos Aços**. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 1989, 134 p.
- [3] ASKELAND, D.R.; FULAY, P.P.; WRIGHT, W.J. **The Science and Engineering of Materials**. 6ª ed. Connecticut: Cengage Learning, 2010, 949 p.
- [4] MODENESI, P.J. **Apostila Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis**. 2016. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016. 93 p.
- [5] BHADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. **Steels: Microstructure and Properties**. 3ª ed. Oxford: Elsevier Ltd., 2006, 357 p.
- [6] FERREIRA FILHO, A.; HERRERA, C.; LIMA, NB.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Evolução da textura cristalográfica de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminação a frio, recozimento e estampagem. **REM: Revista da Escola de Minas**, v. 61, p. 151-158, 2008.
- [7] ANDRADE, T.C.; SILVA, C.C.; MIRANDA, H.C.; MOTTA, M.F.; FARIAS, J.P. BERGMAN, L.A.; SANTOS, J.F. Microestrutura de uma Solda Dissimilar entre o Aço Inoxidável Ferrítico AISI 410S e o Aço Inoxidável Austenítico AISI 304L Soldado pelo Processo FSW. **Soldagem & Inspeção**, v. 20, p. 467-478, 2015.
- [8] ISFAHANY, A.N.; SAGHAFIAN, H.; BORHANI, G. The effect of heat treatment on and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, p. 3931–3936, 2011.
- [9] SCHUMACHER, W.J. **Martensitic Stainless Steel**. US Pat. 5,089,067. 18 Feb. 1992. 7 p.
- [10] AGUIAR, I.V.; ESCOBAR, D.P.; SANTOS, D.B.; MODENESI, P.J. Microstructure characterization of a duplex stainless steel weld by electron backscattering diffraction and orientation imaging microscopy techniques. **Revista Matéria**, v. 20, n. 1, p. 212 – 226, 2015.

- [11] NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 8, 685-700, 1992.
- [12] CHARLES, J.; CHEMELLE, P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends, in: Proc. of 8th Duplex Stainless Steels conference, Beaune, França, 13–15 out. 2010, p. 29-82.
- [13] DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**. SI Metric ed. BACON, D., adapt. London: McGraw-Hill Book Company, 1988, 766 p.
- [14] ROBERTS, W.L. The Rolling Process – Metallurgical Engineering Explanation. In: CORBETT, R.B. (Ed.). **Rolls for the Metalworking Industries**. Warrendale: Iron and Steel Society, Inc., 1990, p. 31-54.
- [15] AKBARI, G.H.; SELLARS, C.M.; WHITEMAN, J.A. Microstructural development during warm rolling of an IF steel. **Acta Materialia**, v. 45, n. 12, p. 5047-5058, 1997.
- [16] NIIR BOARD OF CONSULTANTS & ENGINEERS. **The Complete Technology Book on Hot Rolling of Steel**. Delhi: National Institute of Industrial Research, 2005, 636 p.
- [17] SMALLMAN, R.E.; BISHOP, R.J. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering: Science, process, applications**. 6^a ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999, 448 p.
- [18] BARNETT, M.R.; JONAS, J.J. Distinctive Aspects of the Physical Metallurgy of Warm Rolling. **ISIJ International**, v. 39, n. 9, p. 856-873, 1999.
- [19] HUMPREYS, A.O.; LIU, D.; TOROGHINEJAD, M.R.; ESSADIQI, E.; JONAS, J.J. Warm rolling behaviour of low carbon steels. **Materials Science and Technology**, v. 19, p. 709-714, 2003.
- [20] BHATTACHARJEE, P.P.; ZAID, M.; SATHIARAJ, G.D.; BHADAK, B. Evolution of Microstructure and Texture During Warm Rolling of a Duplex Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45A, p. 2180-2191, 2014.
- [21] KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G. Deformation and Annealing Behavior of Nitrogen Alloyed Duplex Stainless Steels. Part I: Rolling. **ISIJ International**, v. 43, n. 11, p. 1781–1787, 2003.

- [22] FARGAS, G.; AKDUT, N.; ANGLADA, M.; MATEO, A. Microstructural Evolution during Industrial Rolling of a Duplex Stainless Steel. **ISIJ International**, v. 48, n. 11, p. 1596–1602, 2008.
- [23] PADILHA, A.F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3ª ed. rev. e ampl. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2005, 232 p.
- [24] PAPULA, S.; ANTTILA, S.; TALONEN, J.; SARIKKA, T.; VIRKKUNEN, I.; HÄNNINEN, H. Strain hardening of cold-rolled lean-alloyed metastable ferritic-austenitic stainless steels. **Materials Science & Engineering A**, v. 677, p. 11–19, 2016.
- [25] CHOI, J.Y.; JI, J.H.; HWANG, S.W.; PARK, K.-T. TRIP aided deformation of a near-Ni-free, Mn–N bearing duplex stainless steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 535, p. 32–39, 2012.
- [26] DOHERTY, R.D.; HUGHES, D.A.; HUMPHREYS, F.J.; JONAS, J.J.; JUUL JENSEN, D.; KASSNER, M.E.; KING, W.E.; MCNELLEY, T.R.; MCQUEEN, H.J.; ROLLETT, A.D. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science & Engineering A**, v. 238, p. 219–274, 1997.
- [27] HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2ª ed., Oxford: Elsevier, 2004, 574 p.
- [28] LÖW, M. **Estudo do Desenvolvimento da Textura durante a Recristalização Primária de Aços Ferríticos por Difração de Raios X e Difração de Elétrons Retroespalhados**, 2006. 156 p. Tese de Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2006.
- [29] GOTTSTEIN, G. **Physical Foundations of Materials Science**. New York: Springer, 2004, 511 p.
- [30] ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, R.E. **Physical Metallurgy Principles**. 4ª ed. Connecticut: Cengage Learning, 2009, 769 p.
- [31] COSTA, F.S.; MARRA, K.M. **Curso sobre Textura em Aços**, 2000. 60 p. Centro de Pesquisa e Desenvolvimento, Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais – Usiminas, Ipatinga, 2000.

[32] KOCKS, U.F.; TOMÉ, C.N.; WENK, H.-R. **Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties**. Nova York: Cambridge University Press, 1998, 676 p.

[33] SANTOS, A.P.R. **Análise de Textura Cristalográfica por Difração de Raios X em Aços IF com Diferentes Adições de Titânio, Nióbio e Fósforo**, 2017. 82 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

[34] RANDLE, V.; ENGLER, O. **Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture & Orientation Mapping**. Holanda: Gordon and Breach Science Publishers, 2000, 388 p.

[35] SUWAS, S.; RAY, R.K. **Crystallographic Texture of Materials**. Londres: Springer, 2014, 265 p.

[36] OXFORD Instruments. **Phase Identification and Separation in SEM**. Disponível em: <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/13-solving-problems-with-ebsd#ebsd-pattern-quality>. Acesso em: 5 out. 2018.

[37] MALTA, P.O. **Cinética de Recristalização e Evolução da Textura Cristalográfica do Aço Inoxidável Ferrítico 430 Estabilizado com Nióbio com Base na Técnica de Microscopia por Orientação de Imagens**, 2016. 148 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.

[38] ZAID, M.; BHATTACHARJEE, P.P. Microtexture of constituent phases in a heavily warm-rolled and annealed duplex stainless steel. In: 17th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 17). **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 82, p. 1–4, 2015.

[39] JHA, B.K.; AVTAR, R.; DWIVEDI, V.S.; RAMASWAMY, V. Applicability of modified Crussard-Jaoul analysis on the deformation behaviour of dual-phase steels. **Journal of Materials Science Letters**, v. 6, p. 891-893, 1987.

[40] COLLA, V.; DE SANCTIS, M.; DIMATTEO, A.; LOVICU, G.; SOLINA, A.; VALENTINI, R. Strain Hardening Behavior of Dual-Phase Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 11, p. 2557-2567, 2009.

- [41] MEJÍA, I.; MALDONADO, C.; BENITO, J.A.; JORBA, J.; ROCA, A. Determination of the Work Hardening Exponent by the Hollomon and Differential Crussard-Jaoul Analyses of Cold Drawn Ferrite-Pearlite Steels. **Materials Science Forum**, v. 509, p. 37-42, 2006.
- [42] REED-HILL, R.E.; CRIBB, W.R.; MONTEIRO, S.N. Concerning the Analysis of Tensile Stress-Strain Data Using $\log d\sigma/d\varepsilon_p$ Versus $\log \sigma$ Diagrams. **Metallurgical Transactions**, v. 4, p. 2665-2667, 1973.
- [43] FERREIRA, A.O.V.; ALVES, D.S.; DIAS, C.A.P.; CARVALHO, M.R.R.; FARIA, J.P.S.G.; SANTOS, D.B. Mecanismos de encruamento do aço inoxidável duplex UNS S32205 submetido a laminação a morno e recozimento. In: **72° Congresso Annual da ABM**, São Paulo, 2017. v. 72, p. 2848-2859. ISSN: 2594-5327, DOI 10.5151/1516-392X-30783.
- [44] SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking Fault Energies of Seven Commercial Austenitic Stainless Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 6A, p. 1345-1351, 1975.
- [45] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. A370 – 10 Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products. Philadelphia, 2011, 47 p.
- [46] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E92 Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. Philadelphia, 2016, 27 p.
- [47] KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G. Deformation and Annealing Behavior of Nitrogen Alloyed Duplex Stainless Steels. Part II: Annealing. **ISIJ International**, v. 43, n. 11, p. 1788-1794, 2003.
- [48] TAVARES, T.B.; SILVA, A.G.S.; DIAS, F.L.; RODRIGUES, D.G.; SANTOS, D.B. Microstructural and Texture Evolution of a Warm Rolled and Annealed UNS S32205 Duplex Stainless Steel. In: **23° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu, 2018. v. 23, p. 5695-5706.
- [49] HERRERA, C.; PONGE, D.; RAABE, D. Design of a novel Mn-based 1GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability. **Acta Materialia**, v. 59, p. 4653-4664, 2011.

- [50] REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. Determination of stacking fault energy of austenite in a duplex stainless steel. **Steel Research International**, v. 67, p. 253-256, 1996.
- [51] BADJI, R.; BACROIX, B.; BOUABDALLAH, M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds. **Materials Characterization**, v. 62, p. 833-843, 2011.
- [52] OKAYASU, M.; ISHIDA, D. Effect of Microstructural Characteristics on Mechanical Properties of Austenitic, Ferritic, and γ - α Duplex Stainless Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 50, p. 1380-1388, 2019.
- [53] RAABE, D.; LUCKE, K. Textures of ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 9, 302-312, 1993.
- [54] MOURA, A.N.; FAVARATO, L.N.O.; ITMAN FILHO, A.; ALCÂNTARA, C.M.; CUNHA, M.A.; OLIVEIRA, T.R.; MACHADO, M.L.P. Study of the recrystallization and crystallographic texture evolution during final annealing of UNS S32304 Lean Duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 130, p. 39-49, 2017.
- [55] GAO, F.; LIU, Z.-Y.; LIU, H.-T.; ZHANG, S.-M.; DONG, A.-M.; HAO, Y.-S.; WANG, G.-D. Development of γ -fibre recrystallisation texture in medium-chromium ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 30, 1735-1741, 2014.
- [56] HUTCHINSON, B. Deformation microstructures and textures in steels. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 357, p. 1471-1485, 1999.
- [57] CHOWDHURY, S.G.; DATTA, S.; KUMAR, B.R.; DE, P.K.; GHOSH, R.N. Randomization of texture during recrystallization of austenite in a cold rolled metastable austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 443, p. 114-119, 2007.
- [58] NEZAKAT, M.; AKHIANI, H.; SABET, S.M.; SZPUNAR, J. Electron backscatter and X-ray diffraction studies on the deformation and annealing textures of austenitic stainless steel 310S. **Materials Characterization**, v. 123, p. 115-127, 2017.

- [59] ODNOBOKOVA, M.; BELYAKOV, A.; ENIKEEV, N.; MOLODOV, D.A.; KAIBYSHEV, R. Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling. **Materials Science & Engineering A**, v. 689, p. 370-383, 2017.
- [60] GONÇALVES, K.A.M.B. **Influência da deformação a frio e recozimento na textura cristalográfica e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e UNS S32304**, 2015. 141 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.
- [61] KUMAR, B.R.; GHOSH, M. Surface and mid-plane texture evolution in austenite phase of cold rolled austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 457, p. 236-245, 2007.
- [62] HASLAM, A.J.; MOLDOVAN, D.; YAMAKOV, V.; WOLF, D.; PHILLPOT, S.R.; GLEITER, H. Stress-enhanced grain growth in a nanocrystalline material by molecular-dynamics simulation. **Acta Materialia**, v. 51, p. 2097-2112, 2003.
- [63] TIRUMALASETTY, G.K.; VAN HUIS, M.A.; KWAKERNAAK, C.; SIETSMA, J.; SLOOF, W.G.; ZANDBERGEN, H.W. Deformation-induced austenite grain rotation and transformation in TRIP-assisted steel. **Acta Materialia**, v. 60, p. 1311-1321, 2012.
- [64] LIU, P.; MAO, S.C.; WANG, L.H.; HAN, X.D.; ZHANG, Z. Direct dynamic atomic mechanisms of strain-induced grain rotation in nanocrystalline, textured, columnar-structured thin gold films. **Scripta Materialia**, v. 64, p. 343-346, 2011.
- [65] BHADESHIA, H.K.D.H. TRIP-Assisted Steels. **ISIJ International**, v. 42, p. 1059-1060, 2002.
- [66] TIAN, Y.; GORBATOV, O.I.; BORGSTAM, A.; RUBAN, A.V.; HEDSTROM, P. Deformation Microstructure and Deformation-Induced Martensite in Austenitic Fe-Cr-Ni Alloys Depending on Stacking Fault Energy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48A, p. 1-7, 2017.
- [67] PERDAHIOGLU, E.S.; GEIJSELAERS, H.J.M.; GROEN, M. Influence of plastic strain on deformation-induced martensitic transformations. **Scripta Materialia**, v. 58, p. 947-950, 2008.

- [68] PERDAHICIOGLU, E.S.; GEIJSELAERS, H.J.M. A macroscopic model to simulate the mechanically induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels. **Acta Materialia**, v. 60, p. 4409-4419, 2012.
- [69] SPENCER, K.; EMBURY, J.D.; COLON, K.T.; VÉRON, M.; BRÉCHET, Y. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 387–389, p. 873–881, 2004.
- [70] LIU, H.; LIU, B.; BAI, P.; SUN, H.; LI, D.; SUN, F.; LIN, N. Martensitic transformation and fractographic analysis of lean duplex stainless steel during low temperature tension deformation. **Materials Characterization**, v. 107, p. 262-269, 2015.
- [71] GUO, B.; ZHANG, Q.; CHEN, L.; GUO, X.; LI, N.; LIU, X.; JIN, M. Influence of annealing temperature on the strain-hardening behavior of a lean duplex stainless steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 722, p. 216-224, 2018.
- [72] RYŚ, J.; ZIELIŃSKA-LIPIEC, A. Deformation of ferrite-austenite banded structure in cold-rolled duplex steel. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 57, p. 1041-1053, 2012.
- [73] MARIA, G.G.B.; RODRIGUES, D.G.; FREITAS, E.T.F.; SANTOS, D.B. ϵ -Martensite formation for low strains in a lean duplex stainless steel. **Materials Letters**, v. 234, p. 283-286, 2019.
- [74] SOARES, G.C.; GONZALEZ, B.M.; SANTOS, L.A. Strain hardening behavior and microstructural evolution during plastic deformation of dual phase, non-grain oriented electrical and AISI 304 steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 684, p. 577-585, 2017.
- [75] BRENDA, M.; BRUNELLI, K.; GRAZZI, F.; SCHERILLO, A.; CALLIARI, I. Effects of Cold Rolling and Strain-Induced Martensite Formation in a SAF 2205 Duplex Stainless Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46A, p. 577-586, 2015.
- [76] ZHANG, W.; HU, J. Effect of annealing temperature on transformation induced plasticity effect of a lean duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 79, p. 37-42, 2013.

- [77] DINI, G.; UEJI, R. Effect of Grain Size and Grain Orientation on Dislocations Structure in Tensile Strained TWIP Steel During Initial Stages of Deformation. **Steel Research International**, v. 83, p. 374-378, 2012.
- [78] AKDUT, N.; FOCT, J. Microstructure and Deformation Behavior of High Nitrogen Duplex Stainless Steels. **ISIJ International**, v. 36, p. 883-892, 1996.
- [79] CHEN, L.; YUAN, F.P.; JIANG, P.; WU, X.L. Mechanical properties and nanostructures in a duplex stainless steel subjected to equal channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 551, p. 154-159, 2012.
- [80] TAVARES, S.S.M.; DA SILVA, M.R.; PARDAL, J.M.; ABREU, H.F.G.; GOMES, A.M. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 180, p. 318-322, 2006.
- [81] DAS, A.; CHAKRABORTI, P.C.; TARAFDER, S.; BHADSHIA, H.K.D.H. Analysis of deformation induced martensitic transformation in stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 27, n. 1, p. 366-370, 2011.
- [82] JIA, N.; LIN PENG, R.; WANG, Y.D.; CHAI, G.C.; JOHANSSON, S.; WANG, G.; LIAW, P.K. Interactions between the phase stress and the grain-orientation-dependent stress in duplex stainless steel during deformation. **Acta Materialia**, v. 54, p. 3907-3916, 2006.
- [83] BELYAKOV, A.; KIMURA, Y.; TSUZAKI, K. Microstructure evolution in dual-phase stainless steel during severe deformation. **Acta Materialia**, v. 54, p. 2521-2532, 2006.
- [84] PIERCE, D.T.; JIMÉNEZ, J.A.; BENTLEY, J.; RAABE, D.; WITTIG, J.E. The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain hardening evolution of Fe–Mn–Al–Si steels during tensile deformation. **Acta Materialia**, v. 100, p. 178-190, 2015.
- [85] HAMADA, A.S.; KARJALAINEN, L.P.; MISRA, R.D.K.; TALONEN, J. Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two Cr–Mn grade austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 559, p. 336–344, 2013.
- [86] BOUAZIZ, O.; GUELTON, N. Modelling of TWIP effect on work-hardening. **Materials Science and Engineering A**, v. 319-321, p. 246-249, 2001.

- [87] CHOI, J.Y.; HWANG, S.W.; PARK, K.-T. Twinning-Induced Plasticity Aided High Ductile Duplex Stainless Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44A, p. 597-601, 2013.
- [88] VAN TOL, R.T.; KIM, J.K.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.; DE COOMAN, B.C. α' -Martensite formation in deep-drawn Mn-based TWIP steel. **Journal of Materials Science**, v. 47, p. 4845-4850, 2012.
- [89] SOARES, G.C.; RODRIGUES, M.C.M.; SANTOS, L.A. Influence of Temperature on Mechanical Properties, Fracture Morphology and Strain Hardening Behavior of a 304 Stainless Steel. **Materials Research**, v. 20, p. 141-151, 2017.
- [90] BARBIER, D.; GEY, N.; ALLAIN, S.; BOZZOLO, N.; HUMBERT, M. Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions. **Materials Science and Engineering A**, v. 500, p. 196–206, 2009.
- [91] KANG, J.-Y.; KIM, H.; KIM, K.-I.; LEE, C.-H.; HAN, H.N.; OH, K.-H.; LEE, T.-H. Effect of austenitic texture on tensile behavior of lean duplex stainless steel with transformation induced plasticity (TRIP). **Materials Science & Engineering A**, v. 681, p. 114-120, 2017.
- [92] DE, A.K.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K.; MURDOCK, D.C.; MATAYA, M.C.; COMSTOCK, R.J. JR. Deformation-Induced Phase Transformation and Strain Hardening in Type 304 Austenitic Stainless Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37A, p. 1875-1886, 2006.
- [93] HUMBERT, M.; PETIT, B.; BOLLE, B.; GEY, N. Analysis of the γ - ϵ - α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C. **Materials Science and Engineering A**, v. 454-455, p. 507-517, 2007.
- [94] GEY, N.; PETIT, B.; HUMBERT, M. Electron Backscattered Diffraction Study of ϵ/α' Martensitic Variants Induced by Plastic Deformation in 304 Stainless Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 36A, p. 3291-3299, 2005.
- [95] SANTOS, T.F.A.; ANDRADE, M.S. Internal Friction on AISI 304 Stainless Steels with Low Tensile Deformations at Temperatures between -50 and 20°C. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2010, p. 1-8, 2010.

- [96] FRÉCHARD, S.; MARTIN, F.; CLÉMENT, C.; COUSTY, J. AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 418, p. 312-319, 2006.
- [97] ASGARI, S.; EL-DANAF, E.; KALIDINDI, S.R.; DOHERTY, R.D. Strain Hardening Regimes and Microstructural Evolution During Large Strain Compression of Low Stacking Fault Energy Fcc Alloys That Form Deformation Twins. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28A, p. 1781-1795, 1997.
- [98] WU, Z.Q.; DING, H.; LI, H.Y.; HUANG, M.L.; CAO, F.R. Microstructural evolution and strain hardening behavior during plastic deformation of Fe-12Mn-8Al-0.8C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 584, p. 150-155, 2013.
- [99] ZHANG, L.; SONG, R.; ZHAO, C.; YANG, F. Work hardening behavior involving the substructural evolution of an austenite-ferrite Fe-Mn-Al-C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 640, p. 225-234, 2015.
- [100] RAO, P.P.; TANGRI, K. Yielding and work hardening behaviour of titanium aluminides at different temperatures. **Materials Science and Engineering A**, v. 132, p. 49-59, 1991.