

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

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

Dissertação de Mestrado

**Análise do Encruamento em um Aço Inoxidável Lean Duplex 2304 Submetido a Baixas
Deformações a Frio**

Autor: Davi Silva Alves

Orientador: Prof. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte

Março

2022

Davi Silva Alves

**Análise do Encruamento em um Aço Inoxidável Lean Duplex 2304 Submetido a Baixas
Deformações a Frio**

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. Dagoberto
Brandão Santos

Belo Horizonte

Universidade Federal de Minas Gerais

Escola de Engenharia

2022

A474a

Alves, Davi Silva.

Avaliação do encruamento em um aço inoxidável lean duplex 2304 submetido a baixas deformações a frio [recurso eletrônico] / Davi Silva Alves. – 2022.

1 recurso online (71 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Dagoberto Brandão Santos.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Inclui bibliografia.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia física - Teses. 3. Aço inoxidável - Teses. 4. Deformações e tensões - Teses. I. Santos, Dagoberto Brandão. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669(043)



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



Dissertação intitulada "**Avaliação do Encruamento em um Aço Inoxidável Lean Duplex 2304 Submetido a Baixas Deformações a Frio**", área de concentração: Metalurgia Física e de Transformação, apresentada pelo candidato **Davi Silva Alves**, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Dagoberto Brandão Santos
Orientador - Dr^a (UFMG)

Berenice Mendonça Gonzalez
Dr^a (UFMG)

Vicente Tadeu Lopes Buono
Dr. (UFMG)

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas/UFMG

Belo Horizonte, 24 de março de 2022

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Nossa Senhor Aparecida, e a Deus por guiarem o meu caminho, e me dar forças nos momentos mais difíceis.

Agradeço a minha família: meus pais, Josias e Marluce, por todo amor, apoio incondicional, e base, que nunca mediram esforços para garantirem as condições para eu trilhar o meu caminho. A minha irmã, Raphaela, por estar sempre ao meu lado me incentivando, e dando forças para continuar. Aos meu avôs, Antônio, por todas as orações e apoio durante a minha caminhada, e minha avó, Helena, *in memoriam*, que está me olhando, e protegendo lá de cima. Essa conquista é de nós todos. Amo vocês.

Ao meu orientador, e amigo, Professor Doutor Dagoberto Brandão Santos. Obrigado pela paciência, conselhos, conversas, e ensinamentos durante essa trajetória. Não consigo mensurar meu aprendizado durante esse período. O senhor foi uma figura fundamental, que serve de inspiração para minha formação pessoal, e profissional.

Agradeço também todo o corpo docente, discente, equipe técnica e funcionários. Em especial à Patrícia, pelo seu conhecimento, amizade, carisma, e bom humor, que tornaram todas as minhas análises mais ricas, alegres e divertidas.

A UFMG, por todo o aprendizado. Nesse caminho vi a importância de termos um ambiente diverso, aberto ao diálogo, e troca de conhecimento, com educação de excelência, acessível, e gratuita. Sempre irei lutar para que continue assim.

Agradeço a república Praia Gran, lugar onde foi minha casa durante todos esses anos de estadia em Belo Horizonte. Por todas as amizades feitas nesse local, em especial: Rena, Gabriel, Mairon, Careca, e Rafa, amizades que vou levar por toda a vida.

Ao CNPq pela bolsa concedida. À FAPEMIG e CAPES-PROEX pelo suporte financeiro. À Aperam South America pela contribuição no fornecimento do material de estudo.

“Ninguém ignora tudo. Ninguém sabe tudo. Todos nós sabemos alguma coisa. Todos nós ignoramos alguma coisa. Por isso aprendemos sempre.”
Paulo Freire.

RESUMO

Os mecanismos de deformação no aço inoxidável lean duplex (AILD) são complexos não só devido a sua estrutura bifásica, como também devido a metaestabilidade da austenita, a qual pode deformar por diferentes mecanismos de transformação de martensita por deformação. O propósito desse estudo foi investigar os mecanismos de deformação por ensaio de tração em amostras com baixos níveis de redução por laminação a frio (4%-22%) de um AILD 2304. A microestrutura foi analisada por difração de raios-X, microscopia óptica, difração de elétrons retroespalhados, e microscopia eletrônica de transmissão. Foi observado a formação de maclas de deformação, nano-maclas, martensita ϵ , e α' , o que evidencia tanto o efeito TWIP (*Twinning Induced Plasticity*), quanto TRIP (*Transformation Induced Plasticity*). A capacidade de encruamento foi calculada através dos métodos de Hollomon, Jaoul-Crussard, e pelo coeficiente instantâneo de encruamento, e três mecanismos foram observados: maclação, escorregamento, e martensita induzida por deformação. A componente latão na textura do material comprometeu a transformação martensítica. A análise das fraturas das amostras tracionadas mostraram um comportamento de quasi-clivagem, e a presença de dimples e micro-cavidades.

Palavras-chave: Aço inoxidávellean-duplex; efeito TRIP; macla; capacidade de encruamento; energia de falha de empilhamento.

ABSTRACT

The deformation mechanism of lean duplex stainless steel (LDSS) is overly complex not only by their dual phase microstructure, but also due to metastable austenite, which can deform by different mechanisms and transform to martensite by strain. The purpose of this study was to investigate the mechanisms of deformation by tensile test on low deformed cold rolled samples (4%-22%) of a 2304 LDSS. The microstructure was analysed by X-ray diffraction, optical microscopy, electron backscattered diffraction and transmission electron microscopy. It was observed the formation of mechanical twinning, ϵ -martensite, and α' -martensite that evidenced the TRIP effect. The strain hardening rate was calculated and analyzed by Holomon and Crussard-Jaoul modeling together with instantaneous strain hardening exponent, and three operating mechanisms were observed: twinning, slipping and strain induced martensite formation (SIM). Brass texture had compromised SIM transformation. The fractography analysis of tensile specimen showed quasi-cleavage occurrence, and dimples formation behavior for this range of pre-deformation.

Key-words: Lean-duplex stainless steel; TRIP effect; twinning effect; strain-hardening; stacking fault energy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3-1 - Variação da taxa de corrosão em função do teor de cromo para aços carbonos e inoxidáveis, expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial.	17
Figura 3-2 - Diagrama de equilíbrio Fe-Cr[1].....	18
Figura 3-3 - Diagrama de equilíbrio Fe-Ni[1].	19
Figura 3-4 - Visão superior do plano compacto, {111}, da estrutura CFC [14].	23
Figura 3-5 - Deslocações parciais na estrutura CFC, adaptado de [14]	23
Figura 3-6 - Representação esquemática da martensita induzida por deformação.....	26
Figura 3-7 - (a) Material sem orientação preferencial dos grãos (sem textura), (b) material com orientação preferencial dos grãos (com textura).....	29
Figura 3-8 - Representação esquemática das componentes e fibras mais importantes nos metais CCC na seção de constante em $\varphi_2=45^\circ$ 20.	30
Figura 3-9 - Representação esquemática das componentes mais importantes nos metais CFC.....	30
Figura 4-1 - Ilustração esquemática das direções e planos da chapa laminada.	32
Figura 5-1 - Microestrutura do AILD 2304 laminado a frio e tracionado, (a) CF, (b) 4%LF-T, (c) 12%LF-T, (d) 17%LF-T, (e) 22%LF-T.....	37
Figura 5-2 - Mapa de EBSD do AILD 2304 CF (a) QI, (b) kernel average misorientation (KAM), (c) mapa de fases (MF).....	38
Figura 5-3 - Mapa de EBSD das amostras laminadas a frio e tracionadas (a), (d), (g), (j) QI; (b), (e), (h), (k) Kernel Average Misorientation (KAM); (c), (f), (i), (l) Mapa de Fases	39
Figura 5-4 - Mapas de KAM das amostras deformadas em diferentes níveis de redução na (a) e (b) austenita; (c) e (d) ferrita.....	40
Figura 5-5 - Imagens do AILD 2304 via MET após diferentes níveis de deformação a frio	42
Figura 5-6 - Micrografias via MET da amostra 4%LF-T.....	43
Figura 5-7 - Micrografias via MET da amostra 17%LF-T	45
Figura 5-8 - Difratograma de Raio-X do AILD após laminação em diferentes reduções (a) antes do ensaio de tração; (b) depois do ensaio de tração.....	46
Figura 5-9 - ODF das amostras após laminação a frio, adaptado de [31].	48
Figura 5-10 - ODF das amostras após ensaio de tração.	49
Figura 5-11 - Microdureza das amostras laminadas a frio, e laminadas a frio + tração..	50

Figura 5-12 - Curva de fluxo das amostras laminadas a frio.....	51
Figura 5-13 - Taxa de encruamento das amostras (a) CF-T e 4%LF-T; (b) 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T.....	52
Figura 5-14 - Análise do encruamento(a,b) via Hollomon, e (c,d) via Jaoul-Crussard..	55
Figura 5-15 - Coeficiente instantâneo de encruamento (a) CF-T e 4%LF-T; (b) 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T	56
Figura 5-16 - Fractografia após ensaio de tração das amostras (a) e (b) 4%LF-T; (c) e (d) 12%LF-T; (e) e (f) 17%LF-T; (g) e (h) 22%LF-T.....	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química (% em massa) do aço inoxidável lean duplex 32304..	31
Tabela 2 - Fração Volumétrica das Fases após Laminação a Frio e Laminação a frio + Tração	47
Tabela 3 - Resumo das Propriedades Mecânicas Obtidas após Ensaio de Tração.	51
Tabela 4 - Extensão de cada estágio das amostras CF-T, e 4%LF-T	53
Tabela 5 - Extensão de cada estágio das amostras 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T ..	55

LISTA DE ABREVIACOES E SIGLAS

AILD – Ao Inoxidvel Lean Duplex

TWIP – Twinning Induced Plasticity

TRIP – Transformation Induced Plasticity

LDSS – Lean Duplex Stainless Steel

SIM - Strain Induced Martensite

AID- Aos Inoxidveis Duplex

EFE – Energia de Falha de Empilhamento

CFC – Cbica de Face Centrada

CCC – Cbica de Corpo Centrado

HC - Hexagonal Compacta

γ – Austenita

α - Ferrita

ε - Martensita Epsilon

α' - Martensita Alfa

M_s – Temperatura de incio de formao da martensita

$Md_{30/50}$ – Temperatura onde h formao de 50% de martensita a uma deformao verdadeira de 30%

$\sigma_{a \rightarrow M}$ – Tenso crtica para nucleao da martensita

σ_e^a – Limite de escoamento da austenita

k – Coeficiente de resistncia

n – Coeficiente de encruamento

σ – Tenso

ε - Deformao verdadeira

ASTM - American Society for Testing and Materials

DN – Direo Normal

DL – Direo de Laminao

DT – Direo Transversal

DRX – Difro de raios-X

MEV – Microscopia Eletrnica de Varredura

MET – Microscopia Eletrnica de Transmisso

EBSD – Eletronic Backscaterring Scanning Difraction

MID – Martensita Induzida por Deformação

DGN – Deslocações Geometricamente Necessárias

QI – Qualidade de Imagem

KAM – Kernel Average Misorientation

MF – Mapa de Fases

LE – Limite de escoamento

LR – Limite de Resistência

AU – Alongamento Uniforme

AT – Alongamento Total

Θ - Taxa de encruamento

J-C – Jaoul-Croussard

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	OBJETIVO	16
2.1	<i>Objetivo Geral</i>	16
2.2	<i>Objetivos Específicos</i>	16
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1	<i>Aços Inoxidáveis</i>	17
3.2	<i>Tipos de Aços Inoxidáveis</i>	19
3.2.1	<i>Aços Inoxidáveis Ferríticos</i>	20
3.2.2	<i>Aços Inoxidáveis Austeníticos</i>	20
3.2.3	<i>Aços Inoxidáveis Martensíticos</i>	20
3.2.4	<i>Aços Inoxidáveis Endurecíveis por Precipitação</i>	20
3.2.5	<i>Aços Inoxidáveis Duplex (AID)</i>	21
3.2.6	<i>Aços Inoxidáveis Lean Duplex (AILD)</i>	21
3.3	<i>Estabilidade da Austenita</i>	21
3.4	<i>Mecanismos de Deformação no Aço Inoxidável Lean Duplex</i>	24
3.5	<i>Transformação Martensítica</i>	25
3.5.1	<i>Martensítica Induzida por Resfriamento Rápido</i>	25
3.5.2	<i>Martensita Induzida por Deformação</i>	25
3.6	<i>Comportamento Mecânico: Metodologia Hollomon, Jaoul-Croussard, e Coeficiente Instantâneo de Encruamento.</i>	27
3.7	<i>Textura Cristalográfica</i>	29
4	METODOLOGIA	31
4.1	<i>Materiais</i>	31
4.2	<i>Laminação a Frio</i>	31
4.3	<i>Preparação Metalográfica</i>	31
4.4	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura(MEV)</i>	32

4.5	<i>Difração de Elétrons Retroespalhados(EBSD)</i>	33
4.6	<i>Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)</i>	33
4.7	<i>Microdureza Vickers</i>	33
4.8	<i>Ensaio de Tração</i>	34
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
5.1	<i>Verificação das Temperaturas Ms e Md</i>	35
5.2	<i>Análise Microestrutural</i>	35
5.3	<i>Textura</i>	47
5.4	<i>Propriedades Mecânicas</i>	50
5.5	<i>Análise da Fractografia</i>	57
6	CONCLUSÕES	60
7	RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS	61
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	62
9	REFERÊNCIAS	63

1 INTRODUÇÃO

Os primeiros aços inoxidáveis duplex (AID) comercializáveis apareceram na década de 1930, e despertaram grande interesse devido a combinação da sua alta resistência mecânica, e resistência à corrosão, especialmente em ambientes contendo cloreto. Essa combinação de propriedades é diretamente ligada a sua microestrutura, que é constituída de ferrita e austenita.

Afim de se obter uma maior competitividade no mercado, uma nova subclasse dos aços inoxidáveis duplex foi desenvolvida, com menores teores de níquel e molibidênio, visando a redução de custo do material, chamados de aços inoxidáveis lean duplex (AILD). Essa mudança de composição afeta diretamente a estabilidade das fases presentes nesse material, principalmente da austenita, a qual muda o valor de energia de falha de empilhamento (EFE), tornando-a metaestável.

Ao longo do processo de produção dos AID, vários esforços são impostos no material, principalmente na laminação a frio, dentre eles a introdução de grande quantidade de defeitos no material, os quais podem levar à formação de martensita induzida por deformação a partir da austenita. Essa transformação pode ocorrer de duas formas, a primeira, com a presença da fase intermediária, martensita ϵ , de estrutura hexagonal compacta (HC), e depois a formação de martensita α' , ou, diretamente a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$.

A formação de martensita no material influencia diretamente o desempenho, e propriedades mecânicas no mesmo. Tendo isso em vista, torna-se imprescindível o entendimento dessa transformação de fases, afim de otimizar todo o processo de fabricação do material, e potencializar suas aplicações.

2 OBJETIVO

2.1 *Objetivo Geral*

- Avaliar a influência de baixos níveis de deformação a frio, e ensaio de tração nos mecanismos de deformação de um aço inoxidável lean duplex 2304 – Transformação de fases e desempenho mecânico.

2.2 *Objetivos Específicos*

- Avaliar a influência dos baixos níveis de deformação a frio na formação da martensita ϵ e α' na microestrutura.
- Avaliar a influência da martensita ϵ e α' nos mecanismos de deformação plástica do material.
- Avaliar a influência dos baixos níveis de deformação na textura do material.
- Avaliar a influência dos baixos níveis de deformação na fratura do material.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis foram desenvolvidos com o intuito de resistirem à corrosão em uma variedade de meios, desde atmosfera ambiente, a ambientes mais agressivos, como aplicações em águas profundas [1,2]. O principal elemento que fornece a característica da resistência a corrosão é o Cromo (Cr), que a partir de uma concentração de 12% em peso [1], possibilita a formação de uma camada passiva fina, aderente e regenerativa, protegendo o material da oxidação, como pode-se observar na Figura 3-1, que apresenta a taxa de corrosão nos aços submetidos a uma atmosfera industrial, em função do teor de cromo.

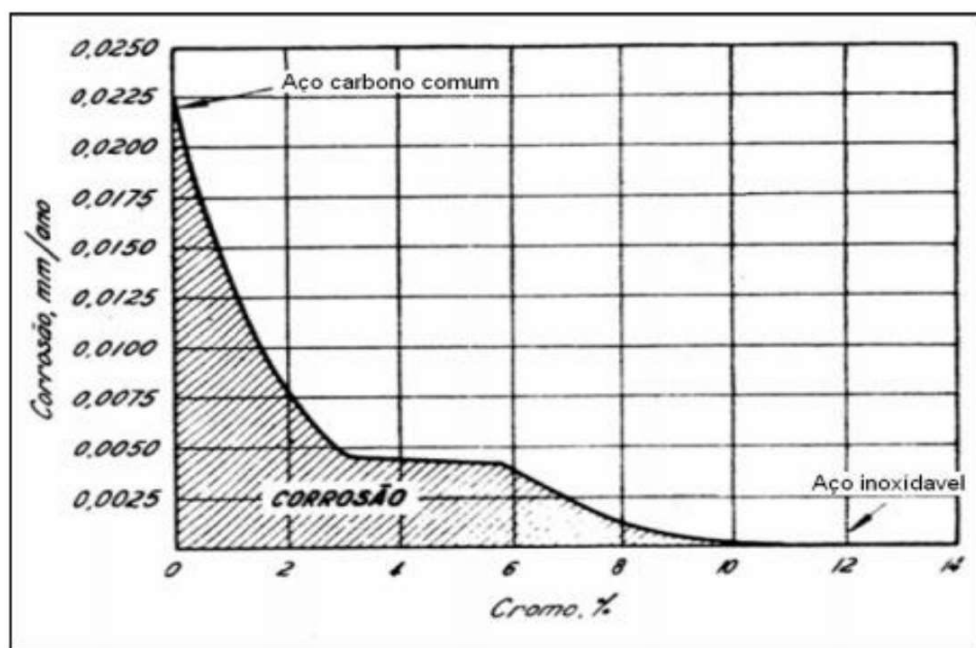


Figura 3-2 - Variação da taxa de corrosão em função do teor de cromo para aços carbono e inoxidáveis, expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial.

Além do Cr, outros elementos de liga podem ser adicionados ao aço afim de se obter melhores propriedades, como resistência mecânica, ductilidade, tenacidade, etc. Dentre esses elementos, é válido citar o níquel (Ni), que favorece a taxa de formação da camada passiva, além de ser um elemento estabilizante da fase austenítica (γ) [3]. O molibdênio (Mo) garante maior resistência a corrosão por pitting [2], nitrogênio (N)

para aumento da resistência mecânica, além do cobre (Cu) para aumentar a resistência a corrosão em ambientes que contenham ácido sulfúrico. Com essa composição química que confere uma vasta gama de propriedade mecânica, aliada a resistência a corrosão, tornam os aços inoxidáveis utilizáveis em diversas aplicações.

Como o cromo é um dos elementos base para se entender os aços inoxidáveis, é necessário entender sua influência no sistema Fe-C, a Figura 3-3 mostra o diagrama Fe-Cr, onde pode-se observar a redução do campo austenítico (γ) em detrimento da fase ferrítica (α), tornando o aço completamente ferrítico em concentrações maiores que 12,7%.

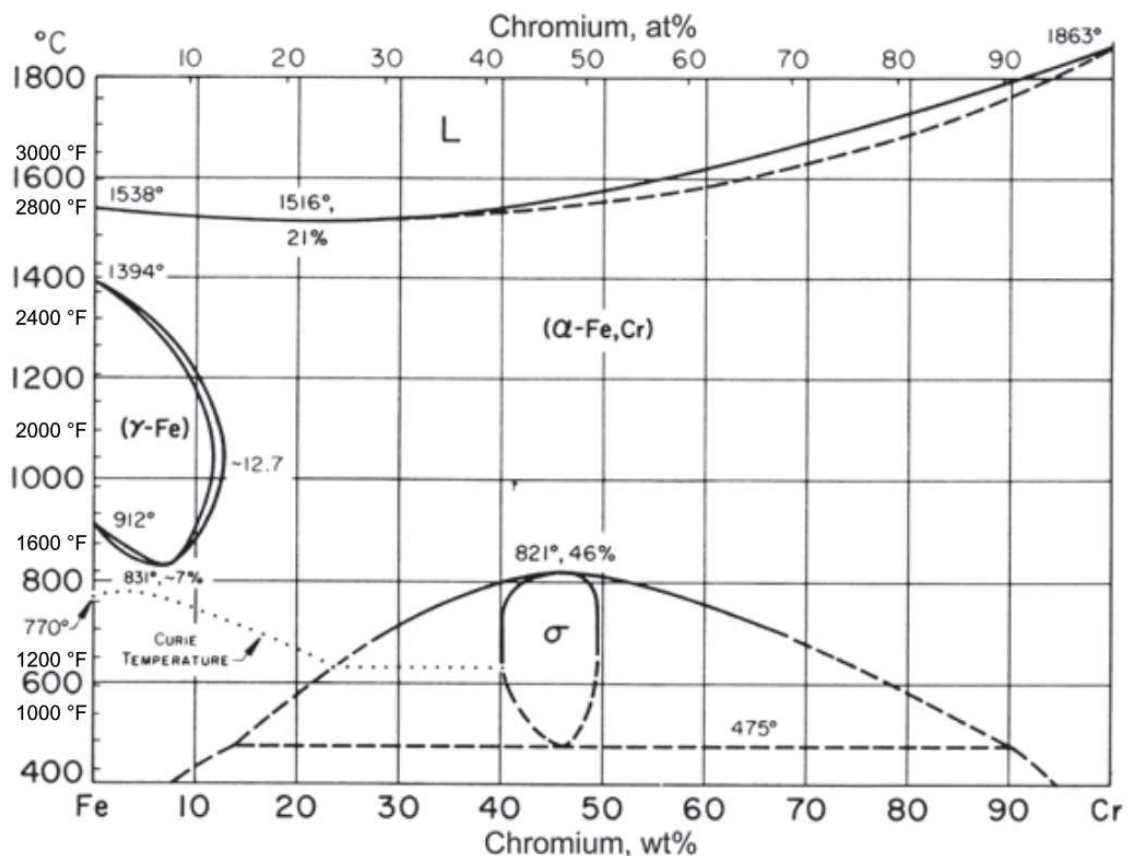


Figura 3-3 - Diagrama de equilíbrio Fe-Cr[1]

Como comentado anteriormente, o níquel é o elemento, depois do cromo, que mais influencia no alloy-design dos aços inoxidáveis [1], tendo como característica fundamental a estabilização da fase cúbica de face centrada (CFC), também conhecida

como austenita (γ), como pode-se observar na Figura 3-4 [1].

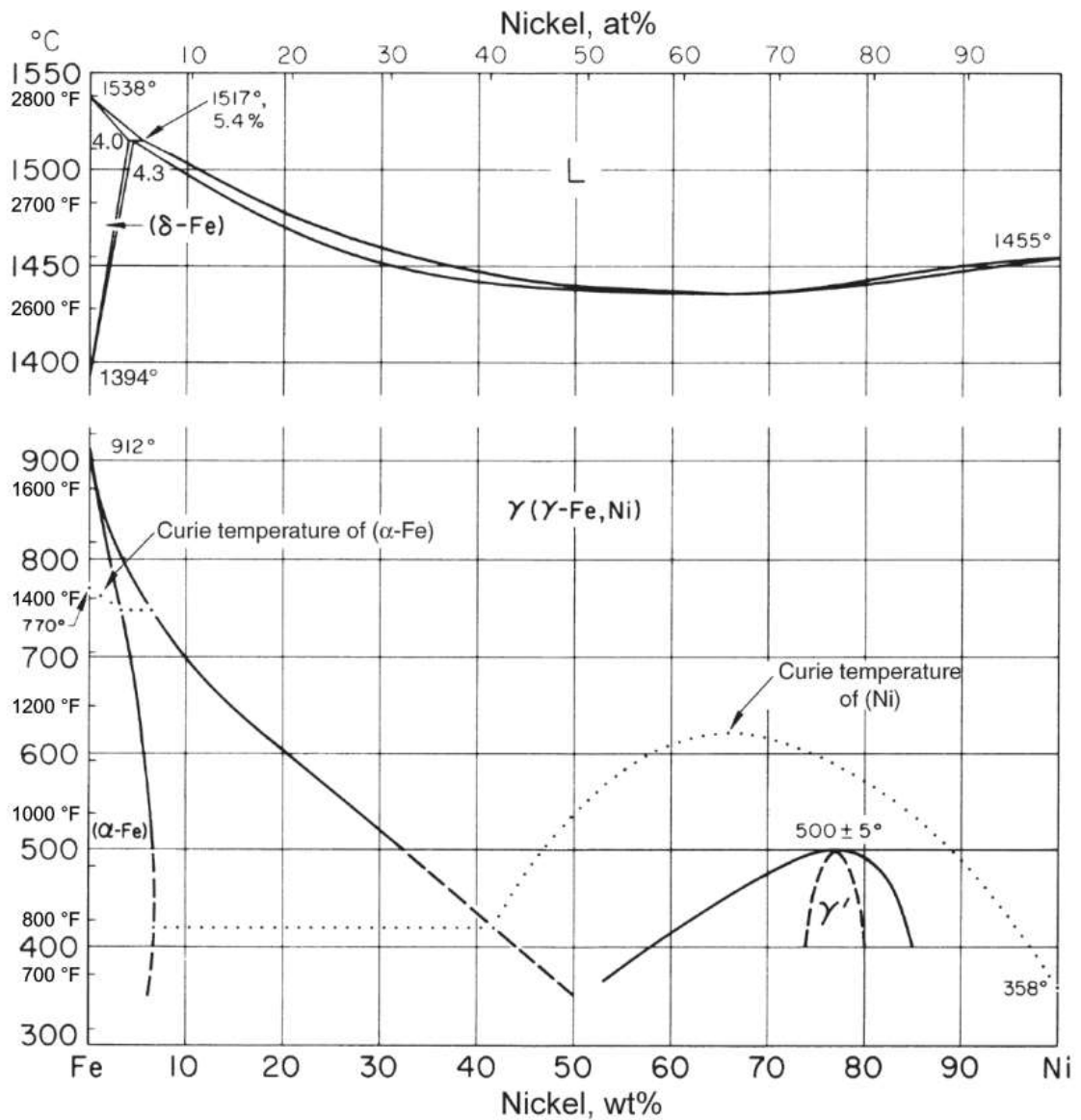


Figura 3-4 - Diagrama de equilíbrio Fe-Ni[1].

3.2 Tipos de Aços Inoxidáveis

Dentro dos aços inoxidáveis, temos diversas classes que são divididas em cinco grupos principais, sendo quatro deles caracterizados de acordo com sua microestrutura, e uma pelo tratamento térmico utilizado.

3.2.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Os aços inoxidáveis ferrítico são assim chamados devido a sua estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), que é a mesma do ferro em temperatura ambiente, e por isso têm a característica de serem ferromagnéticos. Possuem uma porcentagem de carbono entre 0.02 a 0.2%, e devido a essa baixa concentração, não podem ser temperados, fazendo com que seu aumento de resistência se dê pelo trabalho a frio. Possuem boa ductilidade e excelente resistência a corrosão devido ao seu alto teor de cromo, o qual é o principal elemento de liga, que pode variar entre 14 a 27%. São utilizados em conversores catalíticos de carros, e linha branca [3]. Os tipos mais comuns são o 405 e 430 [4].

3.2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Sendo a maior família dos aços inoxidáveis, possuem uma estrutura cúbica de face centrada (CFC) em temperatura ambiente, devido a presença de níquel em sua composição, variado de 3,55% para o grau 201, a 37%, grau 330 [4]. Possuem alta capacidade de encruamento devido aos vários tipos de mecanismos de deformação presentes nesse aço. Outros elementos gamagênicos, estabilizadores da fase austenítica, como o Mn e N são adicionados afim de aumentar sua resistência e estabilizar austenita. Os tipos mais comuns são o 3xx e 2xx.

3.2.3 Aços Inoxidáveis Martensíticos

Nesses aços, é necessário a capacidade de ser totalmente austenítico em elevadas temperaturas para que o carbono se encontre dissolvido na austenita em altas temperaturas, e através da têmpera seja possível a formação da martensita. Apresenta boas propriedades mecânicas após o tratamento de revenimento, onde também suas propriedades de resistência a corrosão são ajustadas [4].

3.2.4 Aços Inoxidáveis Endurecíveis por Precipitação

Esse tipo de aço é assim chamado devido ao tratamento térmico utilizado afim de se obter melhores propriedades através da precipitação de um constituinte devido a sua supersaturação em solução sólida. Na condição recozida possuem uma microestrutura

semi austenítica, e após tratamento térmico se tornam martensíticos. As principais grades são 17-4PH e 17-7PH [4].

3.2.5 *Aços Inoxidáveis Duplex (AID)*

Constituídos por uma estrutura bifásica de austenita, e ferrita, geralmente, com a mesma proporção, tornam-se interessantes pois combinam a excelente resistência a corrosão da fase ferrítica, principalmente em ambientes contendo cloretos, com as propriedades mecânicas da austenita. Dentre os elementos de liga adicionados afim de se ter as propriedades mecânicas e de resistência a corrosão exigidas, vale citar o molibdênio, o qual é alfacênico, e sua adição oferece maior resistência a corrosão por pitting. O nitrogênio é um elemento eficaz para o aumento de resistência quando encontra-se em solução sólida na austenita, e possui baixo custo [5]. Posteriormente, foram feitos estudos [6] afim de substituir o níquel com adição de manganês nesses aços, que também é um elemento estabilizador da austenita, afim de reduzir o custo do mesmo, além de aumentar suas propriedades mecânicas sem ter grandes perdas na ductilidade [7]. O principal aço dessa classe é o UNS 32205.

3.2.6 *Aços Inoxidáveis Lean Duplex (AILD)*

Os aços inoxidáveis lean duplex (AILD) são uma subclasse dentro dos AID que foram desenvolvidos afim de reduzir o custo de produção, e assim garantir uma maior competitividade econômica, tendo em vista o crescente aumento no valor dos elementos de liga, especialmente níquel e molibdênio, e tendo como alternativa a adição de nitrogênio, manganês e cromo [8]. Essa mudança no alloy design tem grande impacto na fase austenítica, onde, dependendo de sua composição e tratamento térmico pode afetar sua estabilidade, provocando diferentes tipos de mecanismos de deformação, quando submetidos a tensão.

3.3 *Estabilidade da Austenita*

A estabilidade da austenita é de grande importância para tentar compreender seus mecanismos de deformação. Fatores como taxa de deformação, estado de deformação podem influenciar a mesma, porém, o que mais influencia é a sua composição [2].

Dentre os parâmetros para avaliar a estabilidade em relação a transformação martensítica, podemos citar a temperatura M_s , $Md_{30/50}$, e também a energia de falha de empilhamento (EFE).

A temperatura M_s é a temperatura a qual ocorre a transformação espontânea da austenita para martensita no resfriamento [1]. Várias equações foram deduzidas afim de correlacionar a composição química da austenita a essa temperatura, que reflete a resistência da austenita em transformar em martensita, isto é, quanto menor o M_s , maior é a estabilidade da austenita para se transformar em martensita. Dentre essas equações, Sourmail e Garcia-Mateo [9] desenvolveram uma através da abordagem termodinâmica de Ghosh e Olson [10–12] usando redes neurais afim de otimizar os elementos que influenciam nessa estabilidade, essa equação é descrita abaixo:

$$M_i(^{\circ}C) = 762.2 - 302.6\%Mn - 16.6\%Ni - 8.9\%Cr + 2.4\%Mo - 11.3\%Cu + 8.58\%Co + 7.4\%W - 14.5\%Si \quad (1)$$

A temperatura $Md_{30/50}$ é definida como a temperatura em que 50% de martensita é formada por uma deformação verdadeira de 30%, sendo essa temperatura geralmente maior que M_s [1]. Wei Zhang et. al [13] utilizaram a equação abaixo de $Md_{30/50}$ para avaliar a estabilidade da austenita em um aço inoxidável lean duplex:

$$M_{\frac{30}{50}} = 580 - 520\%C - 2\%Si - 16\%Mn - 16\%Cr - 23\%Ni - 26\%Cu - 300\%N - 10\%Mo \quad (2)$$

Outro fator de extrema importância na avaliação da estabilidade da austenita é a energia de falha de empilhamento (EFE). Para definirmos a EFE, analisasse a Figura 3-5, onde é esquematizado uma deslocação aresta situada no plano $\{111\}$ da estrutura, onde ela se movimentaria à esquerda, isto é, os átomos se deslocariam para a direita, na mesma direção do vetor de Burgers.

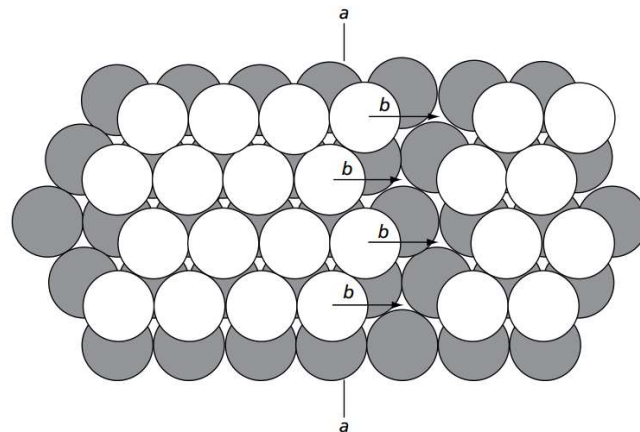


Figura 3-5 - Visão superior do plano compacto, $\{111\}$, da estrutura CFC [14].

Porém, a fim de reduzir a energia, a movimentação pode ocorrer em etapas, como mostrado na figura Figura 3-6. Essa movimentação cria uma região onde há uma falha de empilhamento dos planos compactos da estrutura CFC, como podemos ver na Figura 3-6, que passam da sequência ABCABCABC para ABCA \uparrow CABCA, onde a seta \uparrow indica a descontinuidade na estrutura, gerando duas deslocações parciais entre o empilhamento da posição C. O valor da EFE é diretamente proporcional à essa área entre as deslocações parciais, sendo assim, quando temos uma maior EFE, maior será a distância entre as deslocações parciais, e vice-versa. Esse fenômeno impossibilita o escorregamento cruzado, isto é, a passagem das deslocações para outros planos cristalinos, aumentando, assim, a tensão presente no material, e ativando outros mecanismos de deformação, como maclas de deformação, e até mesmo uma transformação de fases induzida pela deformação [1,2,14,15].

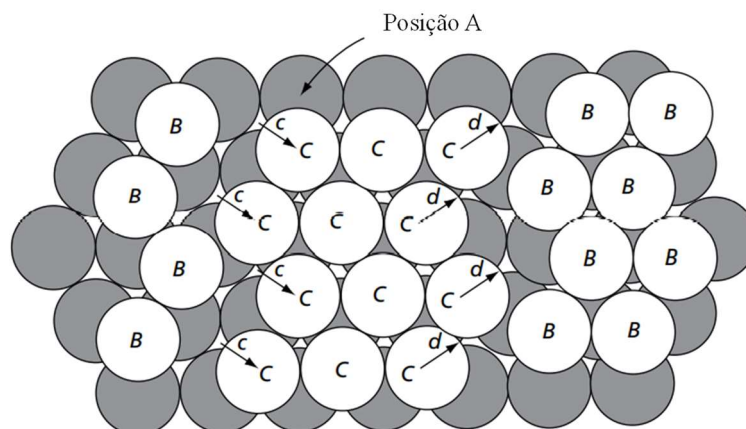


Figura 3-6 - Deslocações parciais na estrutura CFC, adaptado de [14]

Schramm e Reed [16], e Rhodes [17], propuseram uma equação relacionando a composição da liga, e sua energia de falha de empilhamento, as duas equações são listadas abaixo:

$$\text{EFE} \left(\frac{\text{mJ}}{\text{m}^2} \right) = -53 + 6.2\% \text{Ni} + 0.7\% \text{Cr} + 3.2\% \text{Mn} + 9.3\% \text{Mo} \quad (3)$$

$$\text{EFE} \left(\frac{\text{mJ}}{\text{m}^2} \right) = 1.2 + 1.4\% \text{Ni} + 0.6\% \text{Cr} + 17.7\% \text{Mn} - 44.7\% \text{Si} \quad (4)$$

3.4 Mecanismos de Deformação no Aço Inoxidável Lean Duplex

No processo de laminação, ambas as fases presentes nos AILD 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 [1,14]. Porém, cada fase possui mecanismos diferentes como resposta à deformação.

Ao submeter o material a uma solicitação mecânica, e atingir a tensão limite de escoamento, o corpo inicia um processo de deformação plástica, isto é, uma deformação permanente [14]. A forma mais comum de deformação dos materiais é o escorregamento, que pode ser considerado como o deslizamento sucessivo de um plano de átomos sobre outro, chamado planos de deslizamento [14,18].

Esse fenômeno ocorre através dos sistemas de escorregamento, o qual é definido através de um plano e uma direção cristalográfica. Geralmente, os sistemas de escorregamento ocorrem nos planos e direções mais densamente compactos. Na estrutura CCC, a direção $\langle 111 \rangle$ é conhecida por possuir maior densidade, então está presente no sistema de escorregamento. Apesar dessa estrutura não apresentar um plano densamente compacto, estudos observaram que a família de planos $\{110\}$, estavam presentes no sistema de escorregamento. No geral, qualquer plano que contenha a direção $\langle 111 \rangle$

pode agir como um plano de escorregamento. Por possuir uma alta EFE, a estrutura CCC deforma-se através do escorregamento convencional, mas também através do escorregamento cruzado.

Os sistemas de deslizamento na estrutura CFC atuam de maneira mais eficiente do que os da estrutura CCC, mesmo esta última possuindo um maior número de sistemas (CFC – 12 / CCC – 48). Devido a sua baixa EFE, ao ter uma maior facilidade de se ter deslocamentos parciais, a estrutura CFC, tem dificuldade com o processo de escorregamento cruzado, possibilitando outros mecanismos a agirem durante a deformação. Dentre eles valem destacar a maclação, transformação de fase induzida por deformação.

3.5 Transformação Martensítica

3.5.1 Martensítica Induzida por Resfriamento Rápido

A martensita tem sua origem a partir da austenita, que quando submetida a um resfriamento rápido, abaixo de M_s , ocorre sua transformação. Essa transformação ocorre através do cisalhamento da estrutura [1,14]. Dentre suas características vale destacar:

- Ocorre sem difusão;
- Ocorre sem mudança de composição química;
- Ocorre com mudança de estrutura cristalina;
- Existem relações de orientação entre a matriz e a fase formada;
- Causa grande quantidade de defeitos cristalinos durante a transformação.

3.5.2 Martensita Induzida por Deformação

No geral, a transformação martensítica é uma transformação de fase adifusional, a qual ocorre devido ao cisalhamento. Ela comumente é formada através do resfriamento rápido do material em sua fase austenítica. Porém, pode-se obtê-la também através da aplicação de tensão no material. A Figura 3-7 ilustra duas maneiras distintas de se obter

a martensita pela aplicação de tensão. Onde, $\sigma_{A \rightarrow M}$ é a tensão crítica para nucleação da martensita (que aumenta com o aumento da temperatura), σ_e^A é o limite de escoamento da austenita (que diminui com o aumento da temperatura). M_s é a temperatura onde ocorre a formação de martensita sem aplicação de tensão, e M_s^σ é a temperatura onde abaixo dela o escoamento acarreta na formação de martensita, e acima, a deformação é dada através do escorregamento. Já a temperatura M_d , é a temperatura a partir da qual não é possível que ocorra a transformação martensítica. Em temperaturas entre M_s^σ e M_d , como por exemplo, T_d , uma deformação plástica adicional, gera uma deformação no material que o auxilia a chegar no valor de tensão necessária para formara martensita [5,14].

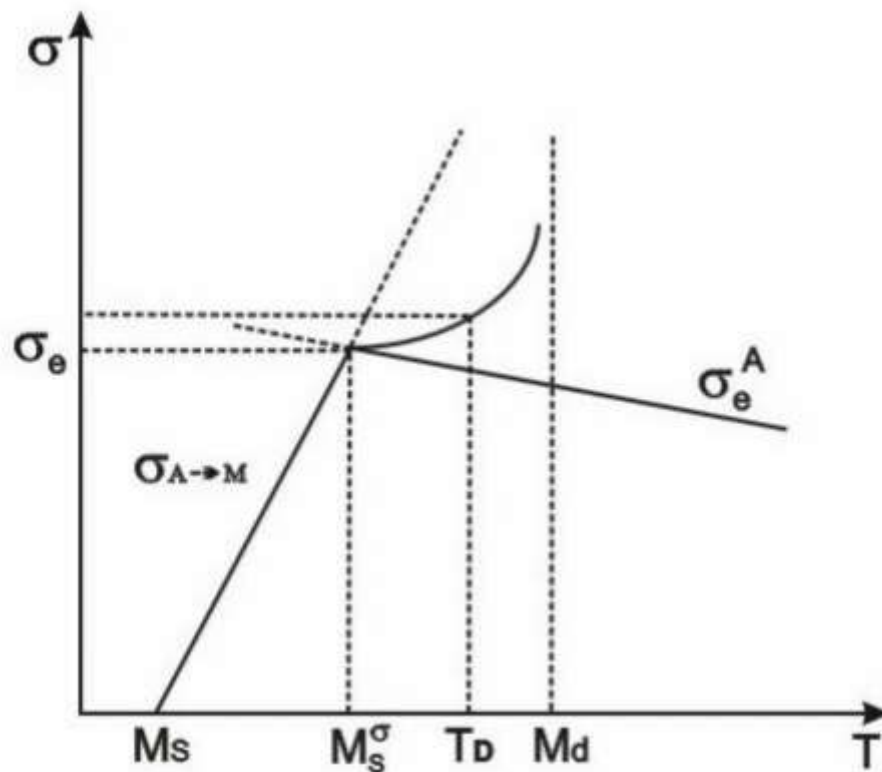


Figura 3-7 - Representação esquemática da martensita induzida por deformação.

Tendo as condições necessárias de tensão e deformação para formação da martensita, a mesma pode se apresentar de duas maneiras, primeiro pela transformação da austenita (CFC), para martensita epsilon (HC), a qual é uma fase intermediária, e depois para

martensita (CCC) $\alpha \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$. Ambas as transformações foram observadas em aços inoxidáveis lean duplex, as quais impactam fortemente todas as propriedades do material, como a resistência mecânica, e ductilidade [15,16].

3.6 *Comportamento Mecânico: Metodologia Hollomon, Jaoul-Croussard, e Coeficiente Instantâneo de Encruamento.*

A descrição das curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de tração através de expressões matemáticas é largamente utilizada, tendo em vista que possibilita a descrição do regime plástico da curva através de certos parâmetros, os quais podem ser usados para o estudo da capacidade de deformação dos materiais, e evidenciar possíveis mecanismos atuantes nesse processo [19].

A equação de Hollomon é muito utilizada para verificar o comportamento dos aços no regime plástico, ela é dada por:

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad (5)$$

Onde, σ é a tensão verdadeira, ε a deformação verdadeira, k é o coeficiente de resistência, e n o coeficiente de encruamento. Plotando um gráfico de $\log \sigma$ x $\log \varepsilon$, teremos uma reta, onde a inclinação nos fornecerá o valor de n , e a intersecção da curva, o valor de k .

Porém, afim de avaliar algumas variações no coeficiente de encruamento, n , Jaoul-Croussard propôs uma análise da forma logarítmica da diferencial em relação a ε , da equação proposta por Ludwik:

$$\ln (d\sigma/d\varepsilon) = \ln(kn) + (n - 1)\ln\varepsilon \quad (6)$$

$$\sigma = \sigma_0 + k\varepsilon^n \quad (6)$$

Onde na equação de Ludwik, passasse a ter um parâmetro adicional, σ_0 , que leva em consideração o limite de escoamento do material [20,21].

Todos os métodos apresentam um erro associado devido à manipulação 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 dependem da inferência da origem da deformação, levando à incertezas devido a variações na estrutura do material [20,22].

Alguns autores, afim de avaliarem a deformação de materiais com diferentes estágios de deformação, utilizaram-se do coeficiente instantâneo de encruamento, n_i , o qual consiste na derivada da taxa de deformação, já que o n não é constante [23–25]:

$$n_i = \ln (d\sigma)/d(\varepsilon) \quad (7)$$

Uma curva de tração que possui vários estágios indica a existência de diferentes mecanismos de deformação agindo no material, em especial aqueles que possuem baixa energia de falha de empilhamento, como é o caso da austenita nos aços inoxidáveis lean duplex. Essa fase, por sua vez, apresenta, durante a deformação plástica, uma maior resistência ao movimento de escorregamento cruzado das deslocações, tendo em vista a existência de deslocações parciais, provocando uma elevação da resistência mecânica, e da taxa de encruamento.

Como resultado, essas alterações nas propriedades mecânicas podem levar à formação de martensita induzida por deformação devido ao efeito TRIP, ou maclas de deformação, efeito TWIP[14]. A taxa de encruamento, θ , é dada pela derivação da parte plástica da curva real de tensão x deformação, e com esse parâmetro pode-se analisar a variação do encruamento ao longo do ensaio, dando indícios de diferentes mecanismos de deformação.

3.7 Textura Cristalográfica

Os materiais policristalinos são formados por pequenos cristais chamados grãos. Os grãos são separados um dos outros por fronteiras denominadas contornos de grãos e cada grão possui uma orientação cristalográfica que difere em dezenas de graus dos grãos vizinhos. A distribuição dessas orientações é, na média, aleatória. Porém, pode-se haver uma concentração, em maior ou menor grau, em relação a algumas orientações particulares, o que denominamos orientação preferencial ou textura cristalográfica [26]. A Figura 3-8 (a) e (b) apresenta um esboço de um material sem textura e com textura, respectivamente.

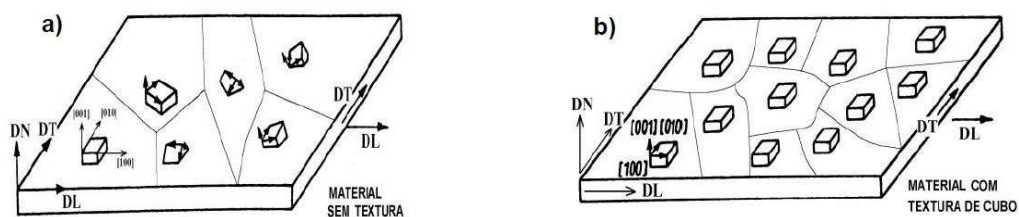


Figura 3-8 - (a) Material sem orientação preferencial dos grãos (sem textura), (b) material com orientação preferencial dos grãos (com textura)

Materiais policristalinos naturais ou processados industrialmente raramente não possuem textura. A textura pode se desenvolver durante várias etapas do processamento industrial tais como fundição, conformação mecânica e recozimento. Durante a conformação mecânica, a deformação plástica se dá principalmente por deslizamento de determinados planos cristalinos, estabelecendo a textura de deformação, que depende principalmente da orientação inicial dos grãos antes da deformação, da temperatura e forma imposta na deformação.

As principais componentes e fibras encontradas em metais e ligas CCC como a ferrita estão representadas na Figura 3-9.

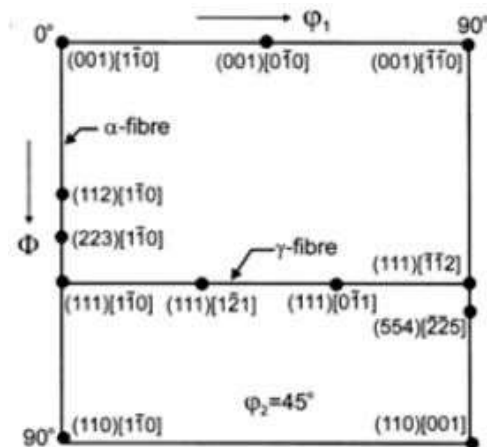


Figura 3-9 - Representação esquemática das componentes e fibras mais importantes nos metais CCC na seção de constante em $\varphi_2=45^\circ$ 20.

Já na Figura 3-10 estão representadas as componentes mais importantes encontradas em metais e ligas CFC como a austenita.

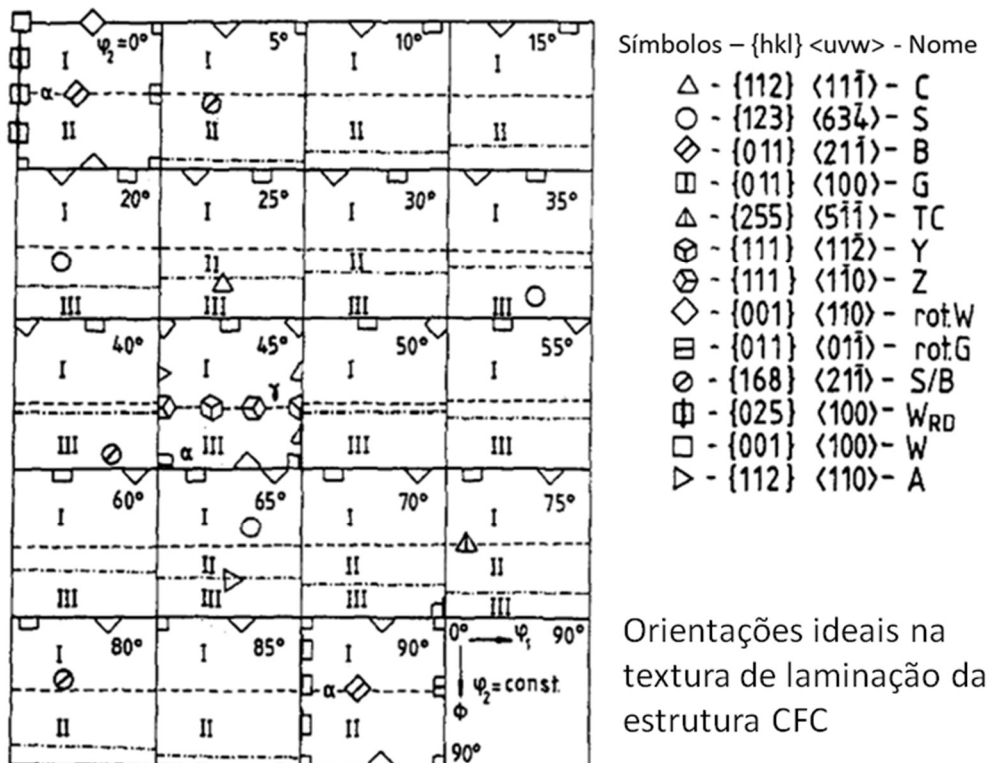


Figura 3-10 - Representação esquemática das componentes mais importantes nos metais CFC.

4 METODOLOGIA

4.1 *Materiais*

A amostra do material de estudo foi recebida na forma de chapas de aço inoxidável duplex UNS S32304 laminadas a quente e recozidas, com espessuras de 4,12 e 5,5 mm e comprimentos de 150 mm, produzidas industrialmente pela Aperam South America. A composição química deste material está apresentada na Tabela 1 a seguir.

Tabela 1 - Composição química (% em massa) do aço inoxidável lean duplex 32304

C	Mn	Si	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	N
0,011	1,45	0,0374	0,0004	0,20	22,87	4,2	0,275	0,453	0,1

4.2 *Laminação a Frio*

A chapa como fornecida (CF) foi submetida à deformação plástica em um laminador piloto Fröhling, a uma velocidade de 6,25 m/min. As reduções na espessura foram de aproximadamente 4%, 12%, 17% e 22%.

Para identificação dessas amostras foram dados os nomes: 4%LF, 12%LF, 17%LF, e 22%LF.

As chapas laminadas a frio foram fracionadas em corpos de prova de 1 cm largura e 10 cm de comprimento.

4.3 *Preparação Metalográfica*

As orientações correspondentes ao produto laminado estão representados na Figura 4-1, onde ND, RD e TD correspondem às direções normal (DN), de laminação (DL) e transversal (DT), respectivamente.

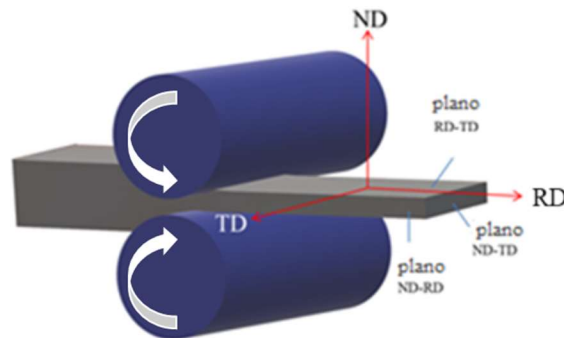


Figura 4-1 - Ilustração esquemática das direções e planos da chapa laminada.

As amostras foram preparadas de acordo com procedimento metalográfico convencional, envolvendo seccionamento, embutimento a quente, lixamento em lixas #100, #240, #320, #400, #600, #1000 e #2400.

Para difratometria de raios-x (DRX), o plano analisado da amostra foi o formado pelas direções DL-DT.

Para a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD), as amostras laminadas a frio foram retiradas na seção longitudinal à direção de laminação ao longo da espessura (plano DN-DL), já as amostras após ensaio de tração foram feitas análises no plano de laminação (plano DL-DT) e polidas com pasta de diamante de 9 μ m, 3 μ m, 1 μ m e solução OPS durante 5500s.

Para o MEV, a separação de fase foi revelada por ataque químico com o reativo Behara (Solução de estoque: 48g 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 bissulfito de potássio. As mesmas amostras foram utilizadas para o ensaio de microdureza Vickers.

4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microestrutura e a superfície de fratura dos corpos de prova após os ensaios de tração

foram caracterizadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) de marca FEI e modelo Inspect S50, a fim de se identificar de forma mais precisa os constituintes presentes e também caracterizar a superfície de fratura.

4.5 *Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)*

A difração de elétrons restroespalhados (EBSD) foi obtida via detector acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) em áreas de $40 \times 120 \mu\text{m}^2$ e passo de $0,2 \mu\text{m}$. A tensão de aceleração utilizada foi de 20 kV e a distância de trabalho aproximadamente $20 \mu\text{m}$. Os scans obtidos por EBSD foram processados e a proporção de fases, textura, e KAM foram obtidos através do software OIM™.

4.6 *Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)*

As amostras foram estudadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET), utilizando o microscópio Tecnai G2-20-Super Twin FEI, operando a 200kV. As amostras foram lixadas e polidas até uma espessura de aproximadamente $100 \mu\text{m}$. Após esse processo, discos de 3.0mm foram cortados utilizando um instrumento de pulsão. Os discos foram polidos em pasta de diamante até uma espessura de aproximadamente $50 \mu\text{m}$. Esses discos passaram por um polimento eletrolítico utilizando a máquina Tenupol 5 da marca Struers, utilizando uma solução de $\text{HClO}_4:\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 = 1:19$, com uma voltagem de 20V, a uma temperatura entre -30°C e -10°C .

4.7 *Microdureza Vickers*

A dureza foi quantificada através de Microdureza Vickers (HV) com o auxílio de um microdurômetro de marca Future Tech, com carga de 500 gf e tempo de indentação de 10s. Foram executadas 20 medições em regiões diferentes de cada amostra.

4.8 *Ensaio de Tração*

Com o intuito de caracterizar as propriedades mecânicas, foram usinados corpos de prova sub-size por meio da técnica de eletroerosão a frio, conforme a norma ASTM A370-14 [27], e submetidas ao ensaio de tração em triplicata com uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} em uma máquina Instron modelo 5582. O limite de escoamento, limite de resistência, alongamento total e uniforme, foram determinados em todas as condições. As amostras após esse processo receberam a identificação de CF-T, 4%LF-T, 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Verificação das Temperaturas M_s e M_d

Afim de averiguar a estabilidade da austenita no aço estudado, utilizou-se as equações (1), e (2) para cálculo de M_s e $M_{d30/50}$, obtendo os valores de -128°C , e 30°C , respectivamente. Quando uma tensão é aplicada em uma temperatura entre M_s e $M_{d30/50}$, acima do limite de escoamento da austenita, começasse a se formar martensita induzida por deformação [28]. Presume-se então, tal mecanismo ocorrendo ao longo da deformação do AILD 2304.

5.2 Análise Microestrutural

A microestrutura das amostras após o ensaio de tração é mostrada na Figura 5-1. A microestrutura é composta por uma matriz contínua de α , escura na micrografia, alternadamente com γ lenticular, típico de um AILD laminado [29–32]. Além delas, uma fase mais clara aparece, tanto como ilhas, quanto agulhas, morfologia similar a martensita, dentro dos grãos austeníticos, em todas as condições.

A deformação plástica da ferrita ocorre, predominantemente, pelo escorregamento, devido a sua alta energia de falha de empilhamento, enquanto a austenita possui diferentes modos de deformação, como escorregamento, maclação, e martensita induzida por deformação [4,8,10]. Outros autores reportaram a rede de Taylor, que consiste em uma distribuição uniforme de deslocações que sem movem nos planos de escorregamento de maior tensão, acompanhado desses fenômenos, existe também a formação de micro-bandas, que são deslocações emparelhadas a uma distância de aproximadamente $0,2\ \mu\text{m}$ orientadas ao longo do plano de escorregamento $\{111\}$ [34]. Tanto a rede de Taylor, quanto as micro-bandas interagem juntamente com a formação de nano-maclas de deformação [35].

Esses mecanismos de deformação da austenita estão intrinsicamente relacionados à EFE, a qual depende dos elementos presentes na austenita a uma dada temperatura [36]. Estudos classificaram os mecanismos de deformação predominantes na austenita pelo valor de sua energia de falha de empilhamento, sendo assim definidos: martensita

induzida pro deformação (MID) para EFE < 20 mJ/m², maclas de deformação para EFE entre 20-50 mJ/m² e escorregamento para EFE > 50 mJ/m² [16].

Afim de calcular o valor de EFE para esse aço, foram utilizadas as equações propostas por Schramm e Reed [16], equação 1, e por Rhodes [17], equação 2. A medição da composição química foi realizada através de análise via EDS pela média de cinco valores da fase austenítica, obtendo: 20%Cr, 5%Ni, 2%Mn, 1.5%Mo, 1%Si. Os resultados foram de 19 mJ/m² e 22 mJ/m², respectivamente.

Observando os valores obtidos da EFE, para o AILD 2304, os mecanismos principais de deformação são: maclação, e martensita induzida por deformação. Essa transformação martensítica pode ocorrer de duas formas: (i) transformando para estrutura cúbica de corpo centrado, CCC, $\gamma \rightarrow \alpha'$, através da relação de orientação de Kurdjumov-Sachs e Nishiyama-Wassermann $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 100 \rangle_{\alpha'}$ [11] ou (ii) formação de uma martensita de transição, chamada épsilon (ϵ), de estrutura hexagonal compacta (HC), $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$, seguindo a relação de orientação de Shoji-Nishiyama orientation relationship $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle -2110 \rangle_{\epsilon}$ [17,31,37].

Contornos de grão entre a austenita e ferrita são conhecidos por serem sítios de nucleação de martensita α' , tendo em vista a formação de deslocações geometricamente necessárias (DGN), as quais são formadas afim de acomodar o gradiente de tensão gerado pela deformação das duas fases [32]. Em materiais com baixa EFE é comum observar o aparecimento de bandas de deformação, as quais são regiões dentro do grão com alta concentração de defeitos, dentre esses defeitos, a presença de uma falha intrínseca, torna-se um embrião de martensita ϵ [38,39], podendo aparece nas etapas iniciais de deformação [37]. Esse mecanismo foi encontrado em contornos de grão por Rodrigues et al. [31]. Todos esses fenômenos criaram uma situação perfeita para a nucleação de martensita α' através dos contornos de grão de γ , seguindo como crescimento dentro do mesmo, como pode ser observado na Figura 5-1, a formação da nova fase nos contornos de α/γ .

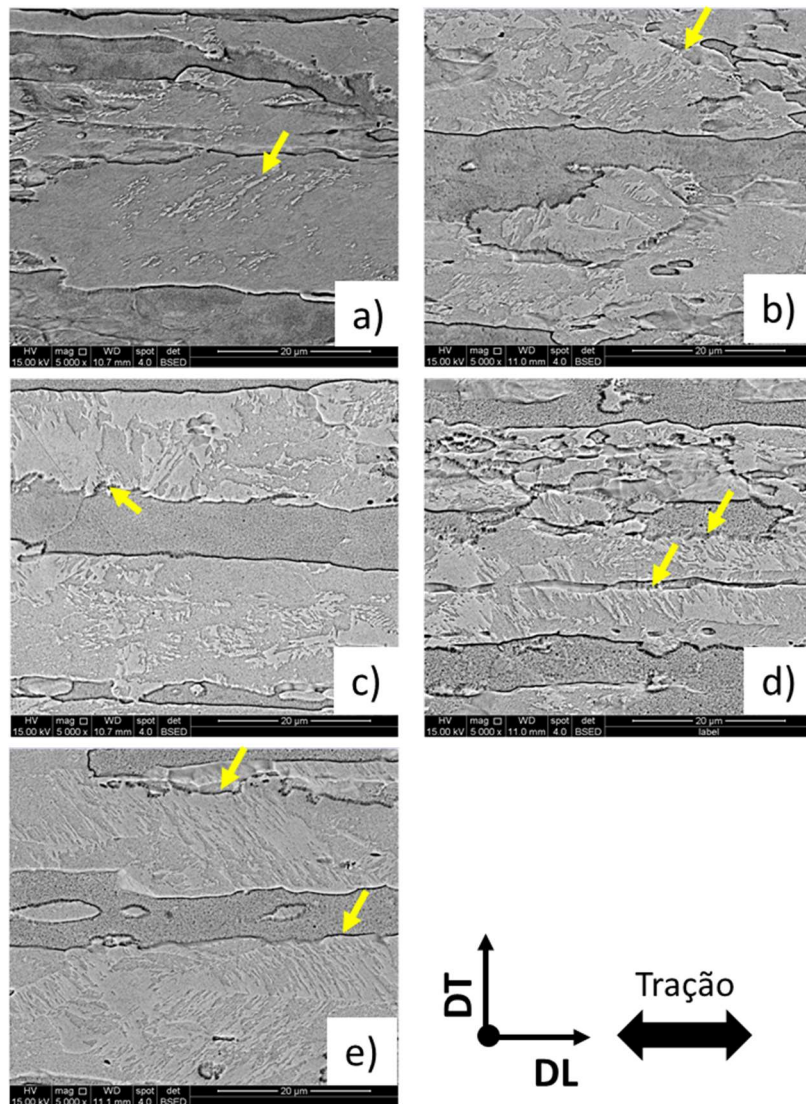


Figura 5-1 - Microestrutura do AILD 2304 laminado a frio e tracionado, (a) CF, (b) 4%LF-T, (c) 12%LF-T, (d) 17%LF-T, (e) 22%LF-T.

As Figura 5-2 e Figura 5-3 mostram resultados de EBSD contendo o mapa de qualidade de imagem (QI), Kernel Average Misorientation (KAM), e o Mapa de Fases (MF) do aço inoxidável lean duplex, como fornecido, e laminado sob diferentes reduções, respectivamente. Os mapas de QI juntamente com os MF revelam um refinamento da microestrutura através da redução de espessura das lamelas de ferrita e austenita, principalmente nas amostras 17%LF e 22%LF, Figura 5-3(g), (i), (j), (l).

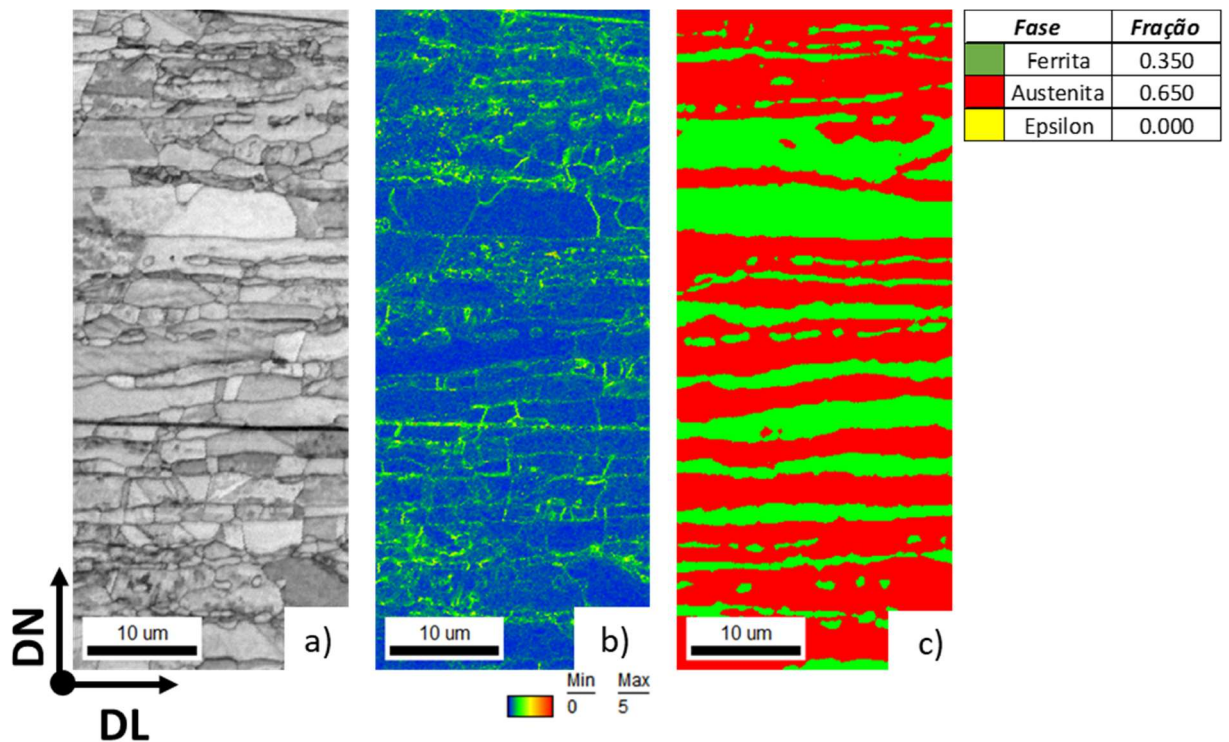


Figura 5-2 - Mapa de EBSD do AILD 2304 CF (a) QI, (b) kernel average misorientation (KAM), (c) mapa de fases (MF)

O mapa de fases da Figura 5-2 revela a ausência de martensita ϵ , e muito menos da martensita α' no material como fornecido, isso é devido ao tratamento de homogenização realizado industrialmente a 1050°C por 180s após a laminação a quente. Apesar desse tratamento a microestrutura ainda encontra-se heterogênea, com uma grande variação granulométrica, e alguns defeitos nos grãos de austenita, e na sua interface com a ferrita, como pode-se observar no mapa de KAM, Figura 5-2 (b). Com a evolução da deformação por laminação, observa-se, mesmo que de forma discreta, a presença de martensita ϵ já na amostra com 4% de redução, a qual está presente em todas as outras reduções, com destaque na amostra 17%LF, Figura 5-3(i), onde a martensita ϵ forma-se com maior intensidade nas bandas de deformação, destacado na imagem.

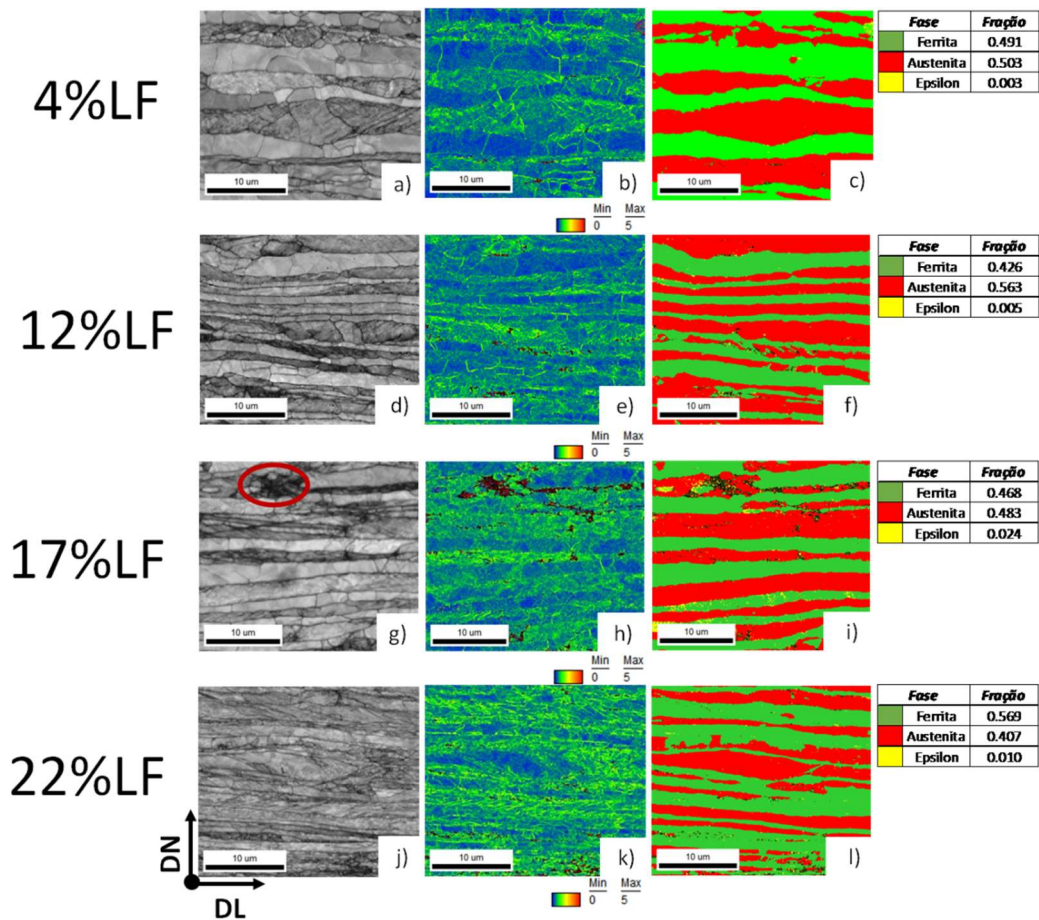


Figura 5-3 - Mapa de EBSD das amostras laminadas a frio e tracionadas (a), (d), (g), (j) QI; (b), (e), (h), (k) Kernel Average Misorientation (KAM); (c), (f), (i), (l) Mapa de Fases

A distribuição dos valores de KAM é exibida na Figura 5-4. Como mencionado anteriormente, o KAM calcula a média da desorientação entre cada pixel, e os de sua vizinhança, atribuindo um valor médio para esse pixel [40]. Devido ao baixo grau de deformação, a desorientação situa-se, majoritariamente, em valores abaixo de 1° [41]. Na condição de laminação a frio, as fases de estrutura CCC, ferrita + martensita, Figura 5-4(c), por exibirem menores valores de KAM, estão relacionados, em sua maioria, à formação de DGN, e células de deslocamentos na fase ferrítica [42,43], que são corroboradas pelas imagens da Figura 5-3. Já na fase austenítica, os mapas de KAM da Figura 5-3 revelam uma maior concentração de tensão, onde forma-se uma subestrutura constituída de sub-grãos, com baixos valores de desorientação, Figura 5-4(a), esses defeitos concentram-se na interface entre γ/γ e γ/α , além dos contornos das células dentro do grão, onde a alta densidade de deslocamentos prevalece.

Após o ensaio de tração, ocorre um deslocamento do KAM para valores próximos a 5° para ambas as fases, Figura 5-4(b), (d), porém, é válido observar que a fase austenítica obteve um pico maior no valor de 5° , tendo em vista a maior capacidade a estrutura CFC de acumular uma maior concentração de defeitos [14]. O aumento de desorientação da estrutura CCC pode ser atribuído também formação de martensita ϵ e α' , além do aumento de deslocações na fase ferrítica[39,41,42].

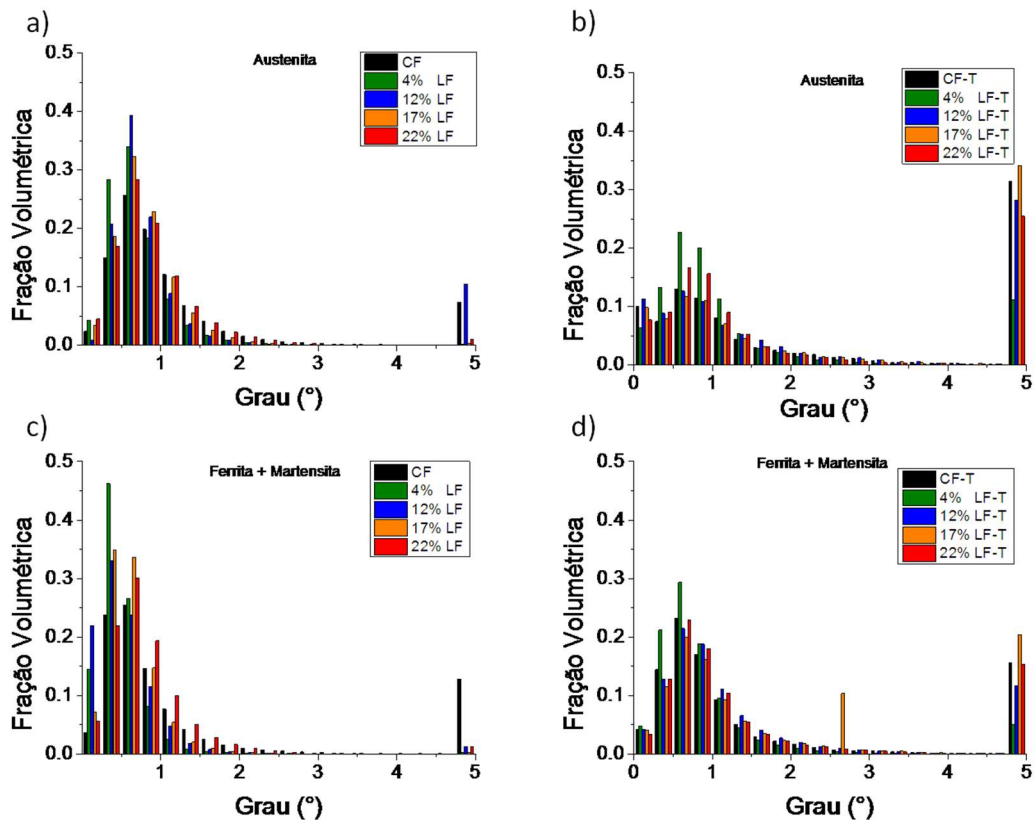


Figura 5-4 - Mapas de KAM das amostras deformadas em diferentes níveis de redução na (a) e (b) austenita; (c) e (d) ferrita

Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do AILD 2304 laminado a frio em diferentes reduções são mostrados na Figura 5-5. Analisando essas micrografias é possível observar que a amostra 4%LF já apresenta algumas paredes de deslocações na ferrita, Figura 5-5 a, além de deslocações onduladas, Figura 5-5(b), e maclas de deformação, juntamente com falhas de empilhamento, Figura 5-5(c). Na amostra

12%LF, há a presença de martensita α' com duas morfologias: em forma de ripas dentro das bandas de deformação, Figura 5-5 (d), além blocos, também na interseção das bandas de deformação, e também junto dos contornos de grão, Figura 5-5 (e), (f); um mecanismo reportado por diversos autores [30,31,37,38,40,42,44], com a presença de maclas de deformação, Figura 5-5 (f). Maclas e blocos de martensita são conhecidos por serem barreiras ao movimento de deslocações, fazendo com que as mesmas se empilhem na interface dos microconstituintes, levando ao aumento do *back-stress*, o qual contribui para o encruamento [36,44]. Com o aumento da deformação, mais defeitos, como emaranhado de deslocações, são formados, muitos deles aparecem dentro dos grãos e em seus contornos, fazendo com que seja ainda mais difícil a movimentação das mesmas. Nas amostras 17%LF e 22%LF, uma maior quantidade de martensita α' foi formada em forma de blocos, Figura 5-5 (g-i). Além disso, a subestrutura possui uma maior concentração de emaranhado de deslocações Figura 5-5 (j), (l). Os defeitos presentes na ferrita são pequenos emaranhados de deslocações distribuídos de forma aleatória na subestrutura, como mostrado na Figura 5-5 (h). Devido a presença de martensita, e maclas de deformação, espera-se que o aumento da resistência se concentra mais na austenita do que na ferrita. Isso ocorre devido a maior capacidade de encruamento da estrutura CFC. Muitas bandas de deformação são formadas com o aumento do grau de redução, como pode-se observar nas amostras 17%LF, e 22%LF. Devido ao baixo grau de tensão aplicado na redução de 4% via laminação a frio, os sistemas de escorregamento mais facilmente ativados começaram a escoar, gerando falhas de empilhamento alinhadas somente em um sentido, enquanto na amostra 22%LF elas ocorrem em duas direções principais Figura 5-5 (j), (k), (l) [35].

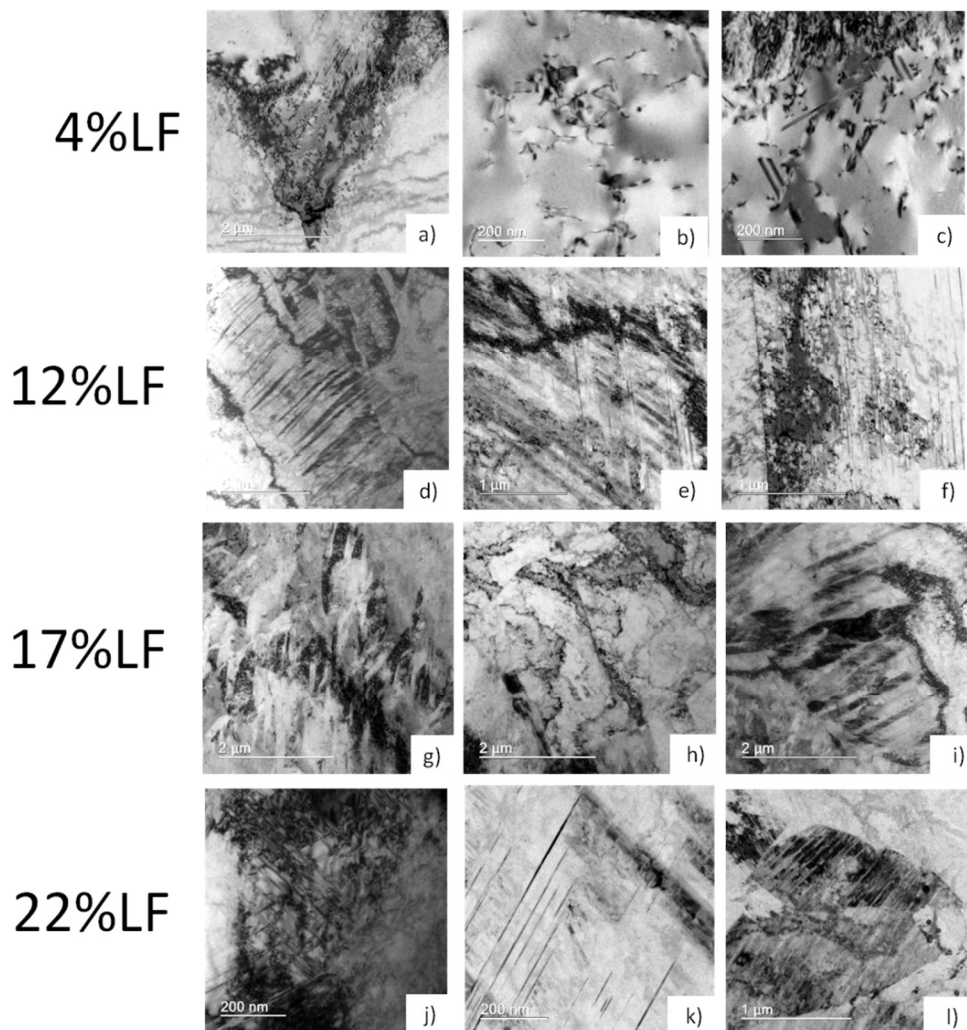


Figura 5-5 - Imagens do AILD 2304 via MET após diferentes níveis de deformação a frio

As Figura 5-6 e Figura 5-7 das amostras deformadas em tração, mostram a micrografia via MET das amostras 4%LF-T e 17%LF-T, respectivamente. Deslocações distribuídas aleatoriamente, juntamente com alguns arranjos celulares podem ser observadas nos na fase ferrítica, além de emaranhados de deslocações, Figura 5-6(a), (b), sendo esses mecanismos também presentes durante a deformação por laminação a frio. Emaranhados de deslocações foram observados na austenita, Figura 5-6 d. Nano-maclas entre arranjos de deslocações foram observadas após o ensaio de tração na fase austenítica [45], Figura 5-6(e). Outro mecanismo observado foi a formação de martensita nas bandas de deformação, visíveis na Figura 5-6(f), (g). Na Figura 5-6 (f), a martensita aparece tanto em forma de blocos, quanto em ripas. Maclas de deformação foram indexadas pela técnica de difração de elétrons na Figura 5-6(h), (i) [35,46], na

fase γ .

Em baixas deformações de laminação, 4%LF, as deslocações tiveram um espaçamento semelhante ao longo das suas direções principais, como pode ser observado na Figura 5-5(b), (c), essa configuração é típica de escorregamento planar. Com o aumento da deformação até 22%LF, a distância entre as deslocações diminuiu significativamente, e ativaram-se outros sistemas de escorregamento, como pode ser observado na Figura 5-5(j), a formação de nano-maclas em duas direções [47], as quais oferecem ainda mais resistência a movimentação de deslocações processo que ainda não foi observado na amostra com redução de 4%, mesmo após o ensaio de tração, 4%LF-T.

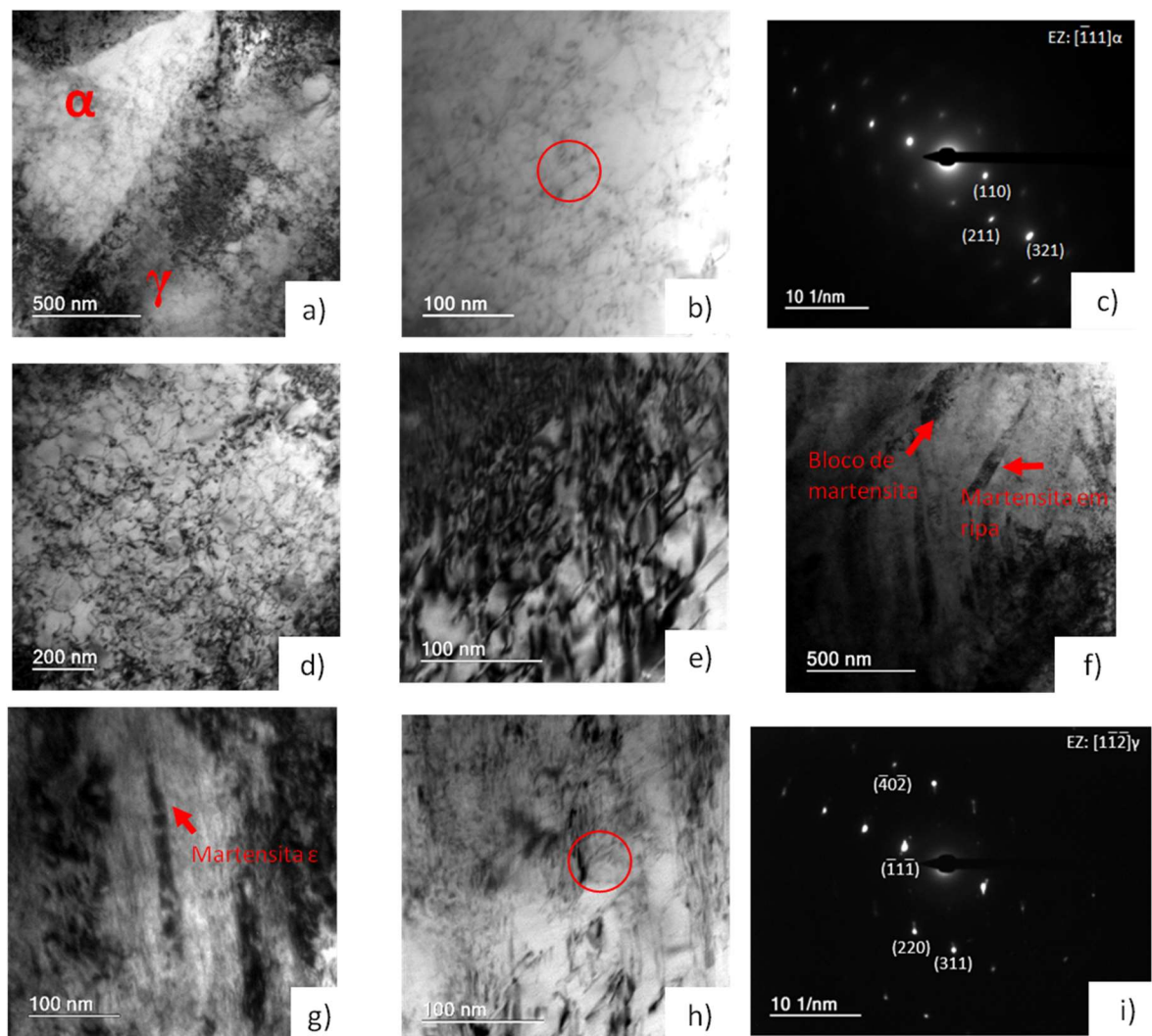


Figura 5-6 - Micrografias via MET da amostra 4%LF-T.

A austenita na amostra 17%LF-T, apresenta também nano-maclas entre arranjos de deslocamentos, juntamente com martensita α' [45], após o ensaio de tração, como pode ser observado na Figura 5-7(a), (b), (c). Já nas Figura 5-7(d), (e) temos uma grande concentração de bandas de deformação, ocorrendo até a interseção das mesmas, na austenita, presentes em maior quantidade, se comparado à amostra 4%LF-T, devido ao maior número de planos de escorregamento ativados devido a maior tensão nessa condição. Essa observação é compatível com os resultados de Olson e Cohen [14] que observaram a formação de bandas de deformação em maiores deformações. É possível ver também maclas de recozimento, Figura 5-7 (f), advindas da homogeneização industrial após laminação a quente, que tornaram-se barreiras para a movimentação de deslocamentos. Concomitantemente a esses mecanismos, observa-se também conjuntos de deslocamentos, Figura 5-7 (h) [35,46]. Já na fase ferrítica, vale-se destacar a formação de densas paredes, e emaranhados de deslocamentos, que apesar de serem os mesmos processos de deformação durante a laminação a frio, foram potencializados devido ao alto grau de deformação ao longo do ensaio de tração, Figura 5-7(g). A martensita α' formada através da interseção das bandas de deformação, como mostrado nas Figura 5-7 (a), (b), (f), também foi observada por outros autores [32,35,39], essa nucleação também foi observada em níveis maiores de deformação por laminação a frio, nas bandas de deformação, e contornos de grão.

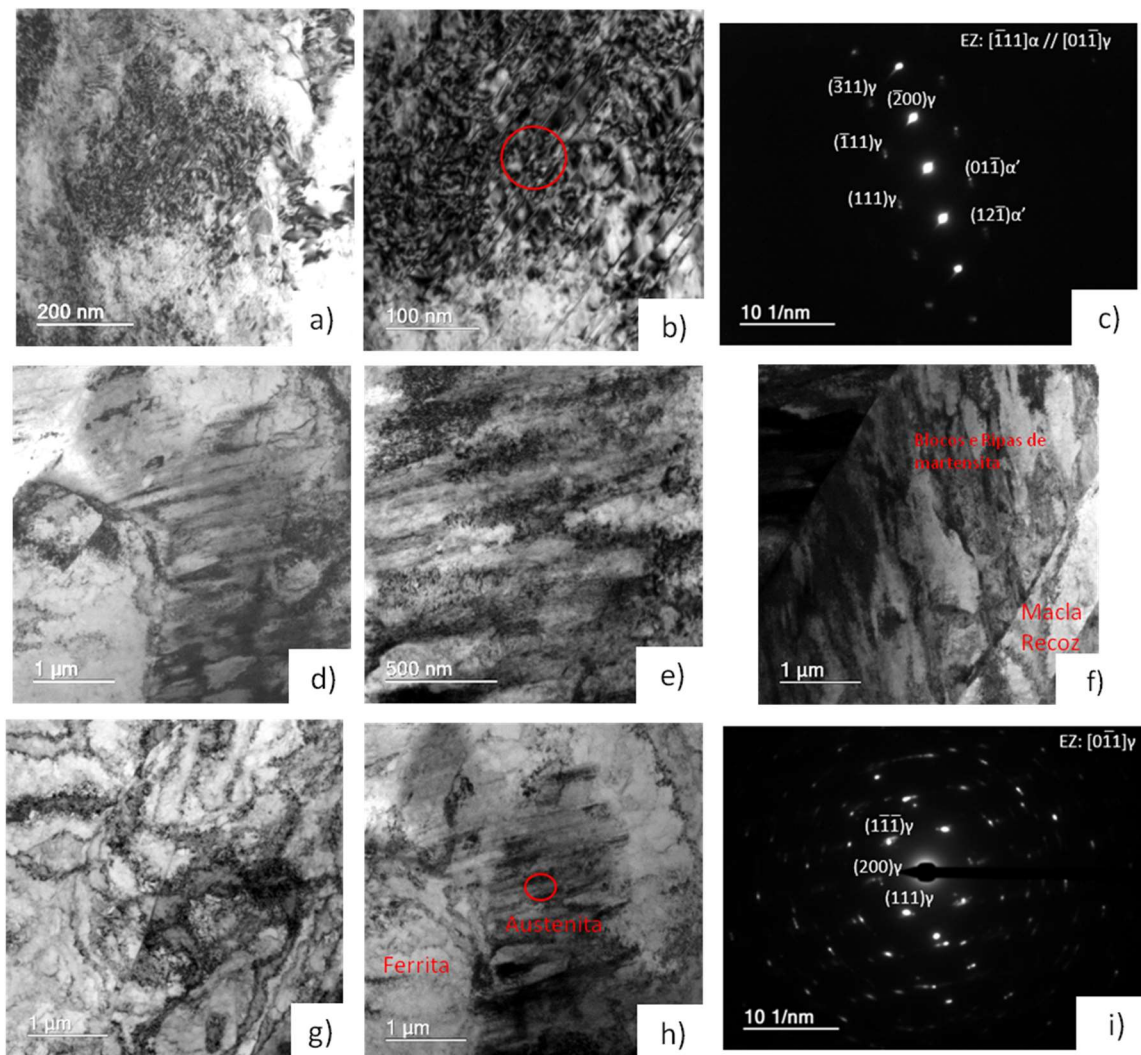


Figura 5-7 - Micrografias via MET da amostra 17%LF-T

Nano-maclas foram observadas na amostra 4%LF-T, e 17%LF-T, Figura 5-6 (e), e Figura 5-7 (b), respectivamente, porém, elas se formaram unidirecionalmente, possivelmente devido à baixa quantidade de defeitos presente na microestrutura, fazendo com que, no início da deformação, somente os sistemas de escorregamento que requerem uma menor tensão fossem ativados, diferente da amostra 22%LF, onde essas nano-maclas possuíram duas direções preferenciais. Aparecimento bandas de deformação concentradas nos contornos de grão também foram observados na amostra 17%LF-T, Figura 5-7 (h). Isso indica que o escorregamento ocorre em um plano principal no início da deformação, e com o aumento da tensão, desenvolve-se em três principais planos de escorregamento na estrutura CFC. Essas observações evidenciam que o escorregamento ocorre em sistemas de escorregamento restritos. Após o

rompimento das amostras no ensaio de tração, alta densidade de deslocamentos foram observadas distribuídas ao longo da matriz, Figura 5-6, Figura 5-7.

A Figura 5-8 (a), (b) mostram os padrões de difração das amostras laminadas a frio antes e depois do ensaio de tração, respectivamente. O pico (111) γ diminuiu devido ao processo de laminação a frio, e permaneceu extinto após o ensaio de tração. Apesar do pico (220) γ ter aumentado de intensidade ao longo da laminação, ele intensificou-se após os ensaios de tração. Em relação à estrutura CCC, o pico (110) α diminuiu com o aumento da deformação por laminação a frio, porém, foi mais proeminente na amostra como fornecida tracionada, CF-T. Os picos (200) α e (211) α também aumentaram após o ensaio de tração em todas as amostras, o que sugere um aumento de textura no material [29,30,33].

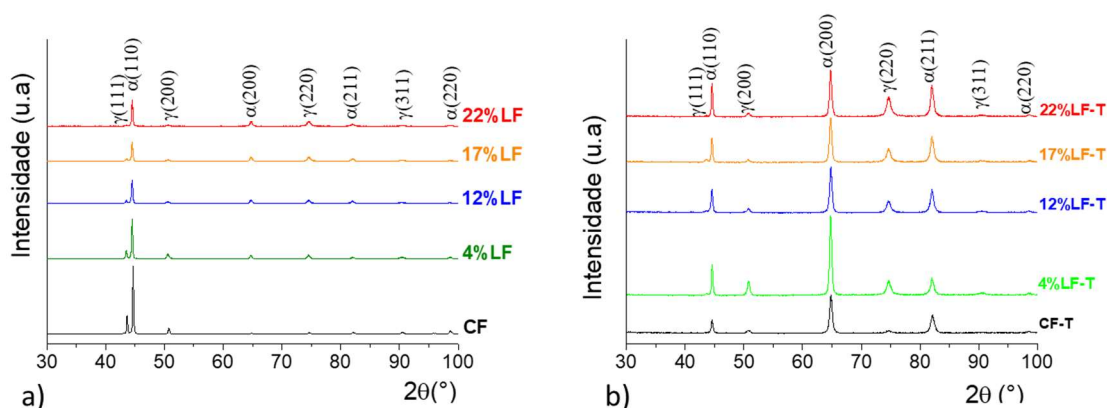


Figura 5-8 - Difratoograma de Raio-X do AILD após laminação em diferentes reduções (a) antes do ensaio de tração; (b) depois do ensaio de tração.

A Tabela 2 resume os valores encontrados, via DRX, das frações volumétricas estimadas das estruturas CCC e CFC, após laminação a frio, e laminação a frio + tração. Observa-se um leve aumento da fração das fases de estrutura CCC (ferrita + martensita α'), tanto ao longo da laminação a frio, quanto após o ensaio de tração. Dentre todos os cenários, o de maior variação foi observado na amostra CF-T, a qual foi de 25% de γ . Sandim et. al [48] observaram a saturação de martensita α' também em um AILD 2304 após laminação a frio com redução de 80%, recozido a 1080°C durante 30s. Essa saturação é similar a encontrada no material como fornecido estudado nesse trabalho, o que evidencia a ocorrência do efeito TRIP predominante nessa condição[29,30,32].

Tabela 2 - Fração Volumétrica das Fases após Laminação a Frio e Laminação a frio + Tração

Amostra/ Fração Volumétrica (%)	Laminada a Frio		Laminada a Frio + Tracionada	
	γ	$\alpha + \alpha'$	γ	$\alpha + \alpha'$
AR	35	65	10	90
4%	33	67	27	73
12%	31	69	26	74
17%	33	67	26	74
22%	27	73	27	73

5.3 Textura

Rodrigues et al. [31] mostraram que a textura obtida após a laminação a frio pela fase austenítica é formada principalmente pelas componentes $\{111\} \langle 112 \rangle$ Latão, e $\{123\} \langle 634 \rangle$ S, enquanto a componente $\{011\} \langle 100 \rangle$ Goss aparece somente na redução de 22%. Esse comportamento é típico de materiais CFC deformados [49,50]. Enquanto a fase ferrítica teve sua fibra paralela a direção normal (DN) enfraquecida, e o fortalecimento da fibra paralela a direção de laminação (DL) [31], como pode ser observado na imagem Figura 5-9.

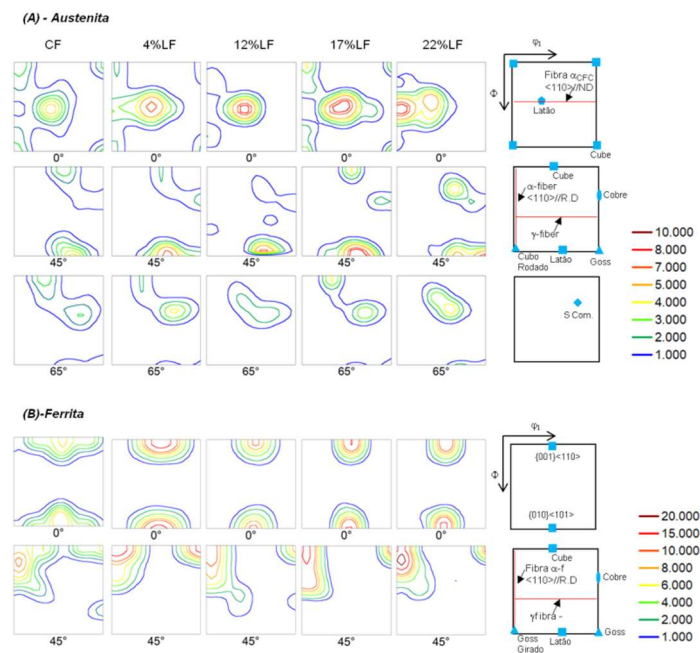


Figura 5-9 - ODF das amostras após laminação a frio, adaptado de [31].

Estudos evidenciaram a dependência da relação de orientação na transformação da austenita para martensita, tanto a ϵ , quanto α' , que seguem a relação de Kurdjumov-Sachs, Nishiyama–Wassermann, and Nishiyama and Pitsch-Schrader [31,37] respectivamente. Então a textura prévia do material tem uma forte influência nessas transformações. Tendo em vista que a amostra CF tinha uma fraca textura devido ao tratamento prévio de homogeneização industrial, os grãos de austenita foram capazes de cumprir as condições para essa transformação [38,51], como pode ser observado na mudança de fração volumétrica de austenita mostrado na Tabela 2. Analisando as ODF da Figura 5-10, amostras após ensaio de tração, a textura da condição CF-T obteve sua textura na componente $\{012\} \langle 100 \rangle$, com a presença da componente $\{110\} \langle 112 \rangle$ Latão, esse comportamento também foi visto em um aço duplex URN45N após ensaio de tração [52]. Mesmo após uma baixa deformação por laminação a frio, a austenita adquiriu uma forte textura de deformação [31], em especial a componente Latão. Essa orientação foi descrita como mais estável, e resistente a transformação martensítica induzida por deformação [53–55]. Na amostra 4%LF-T a única textura presente foi a $\{110\} \langle 112 \rangle$ latão, com uma intensidade máxima de 25.47, reforçando a textura obtida através da laminação a frio. Por outro lado, na amostra 12%LF-T ocorreu uma transição da componente $\{110\} \langle 112 \rangle$ para $\{110\} \langle 111 \rangle$ A, a qual aparece juntamente com

$\{112\}\langle 111\rangle$ cobre [54,56], a componente $\{110\}\langle 001\rangle$ Goss também estava presente, porém, em menor intensidade. Estudos demonstraram que a estabilidade das componentes da fase CFC, durante o ensaio de tração, está situada nas direções $\langle 100\rangle$ e $\langle 111\rangle$ [52,57], demonstrando que, nesse caso, os grãos de austenita estão tentando realizar essa mudança de direção durante o ensaio, como por exemplo na amostra 17%LF-T a componente Goss e $\{110\}\langle 115\rangle$ G/B foi a componente de maior intensidade, com uma fraca presença de $\{110\}\langle 111\rangle$, como pode ser observado na Figura 5-10. Em relação a amostra 22%LF-T, ela foi a única que apresentou a componente $\{110\}\langle 001\rangle$ Goss ainda na laminação a frio, e após o ensaio de tração a componente $\{100\}\langle 001\rangle$ cubo foi a predominante.

Analisando a textura da fase CCC, a componente $\{112\}\langle 111\rangle$, e $\{554\}\langle 225\rangle$ presentes foram correlacionadas em estudos anteriores à presença de martensita [54], já presente na amostra CF-T, juntamente com $\{001\}\langle 110\rangle$ cubo girado.

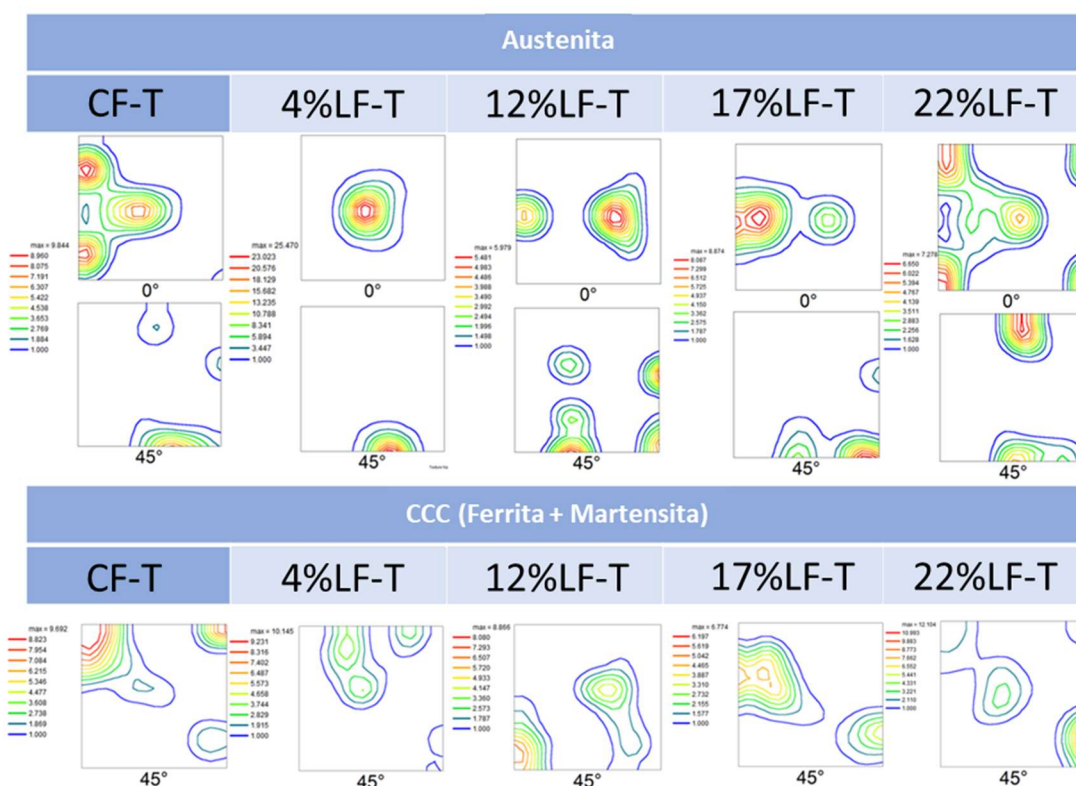


Figura 5-10 - ODF das amostras após ensaio de tração.

5.4 Propriedades Mecânicas

As microdurezas de todas as amostras estão apresentadas na Figura 5-11, e pode-se observar o aumento progressivo da dureza de todas as amostras após laminação a frio, onde o maior ganho foi observado na amostra 12%LF. Rodrigues [31] et. al. observaram a presença de alguns blocos de martensita α' na amostra 12%LF, o que poderia explicar esse aumento na dureza [17,38,48]. Apesar de ter sido encontrado núcleos de martensita também na amostra 4%LF [31], a maior quantidade de defeitos nessa microestrutura foram empilhamento de deslocações nos contornos de grão, falhas de empilhamento, além de algumas maclas de deformação, como pode ser observado na Figura 5-5 (b), (c), devido a sua baixa redução a frio.

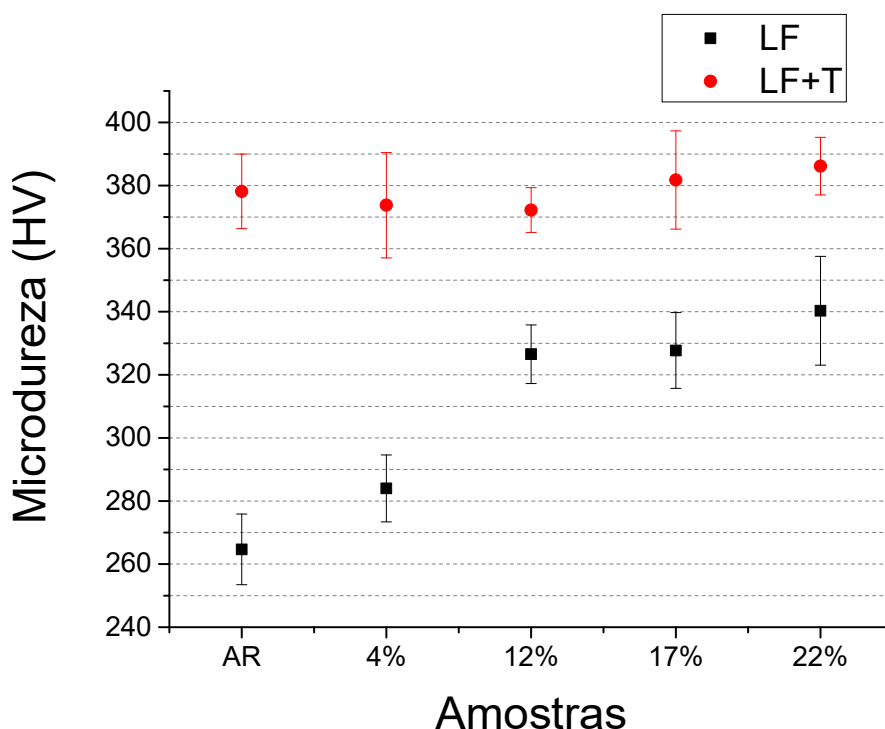


Figura 5-11 - Microdureza das amostras laminadas a frio, e laminadas a frio + tração.

A Figura 5-12 mostra a curva tensão-deformação verdadeira de todas as amostras, e pode-se observar o aumento da sua resistência em detrimento da ductilidade. O resumo das propriedades do material está listado na Tabela 3, a qual mostra um aumento significativo no limite de escoamento, e queda no alongamento total, a medida que os níveis de laminação a frio aumentam, principalmente devido ao encruamento, e à

martensita induzida por deformação na fase austenítica, que atrapalham a movimentação das deslocações. Após 4%LF, o limite de escoamento aumenta em 18%, e o alongamento total é reduzido em 33%. Após 22%LF, o limite de escoamento aumenta em 55% e o alongamento reduz em quase 73%. Pode-se observar o aumento da relação LE/LR com o aumento da deformação, o qual reflete a queda na capacidade de encruamento do material [19]. Entretanto, existe uma transição suave entre o regime elástico e plástico para as amostras CF-T e 4%LF-T, ao contrário das amostras 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T, onde têm-se um pico de tensão.

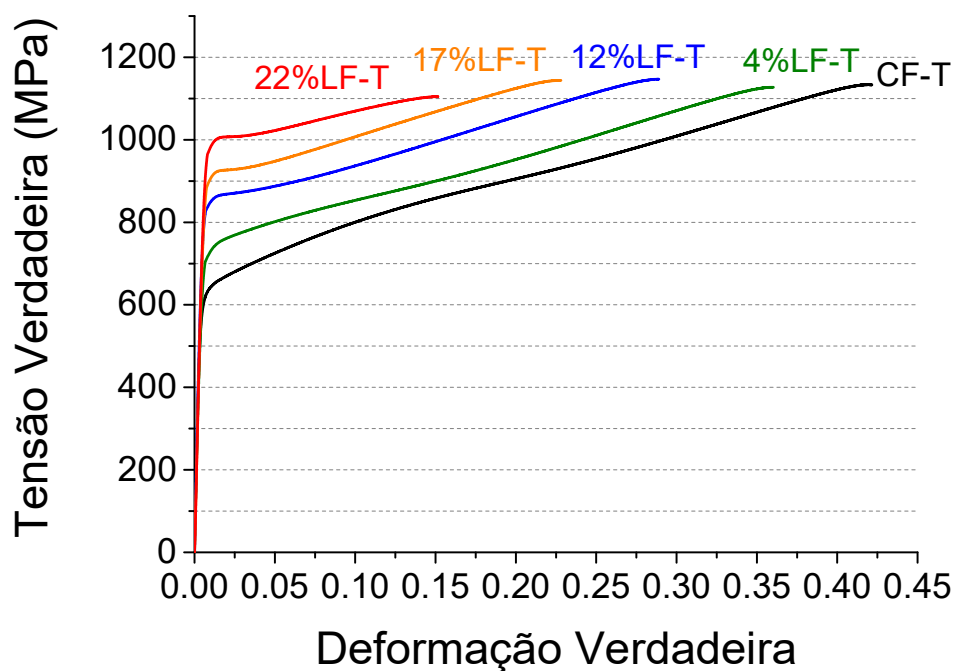


Figura 5-12 - Curva de fluxo das amostras laminadas a frio.

Tabela 3 - Resumo das Propriedades Mecânicas Obtidas após Ensaio de Tração.

Amostra	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	LE/LR
CF-T	600 ± 4	753 ± 7	45 ± 1	57 ± 1	0,80
4%LF-T	706 ± 6	796 ± 6	37 ± 2	38 ± 1	0,87
12%LF-T	820 ± 3	867 ± 2	25 ± 1	29 ± 1	0,95
17%LF-T	878 ± 6	922 ± 3	19 ± 1	20 ± 1	0,95
22%LF-T	929 ± 18	960 ± 19	9 ± 1	16 ± 1	0,97

A fim de analisar a capacidade de encruamento, a curva de fluxo foi derivada, obtendo assim, a taxa de encruamento do material, Θ . Foram constatados dois comportamentos, sendo agrupados as amostras CF-T e 4%LF-T, em um, e as amostras 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T, em outro, Figura 5-13, que foram divididos em estágios. Tais comportamentos sugerem a presença do efeito TRIP/TWIP [29,32,42].

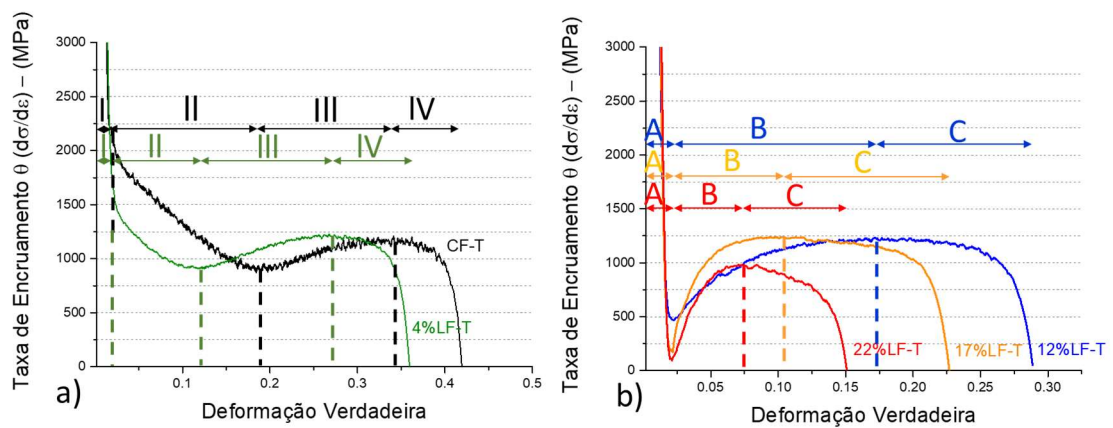


Figura 5-13 - Capacidade de encruamento das amostras (a) CF-T e 4%LF-T; (b) 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T.

Ao analisarmos o comportamento das amostras CF-T, e 4%LF-T, Figura 5-13(a), o estágio I foi caracterizado por uma queda vertical de Θ logo no início da deformação. Nessa etapa, a tensão é concentrada majoritariamente na austenita [33,37], e a rápida queda pode ser causada devido a formação das deslocações parciais de Shockley, e ao escorregamento, o qual podem fazer deslocações de sinais opostos interagirem entre si, e se anularem, causando um amaciamento dinâmico do material [23,58–60].

No estágio II, a amostra 4%LF-T apresenta um formato côncavo até atingir um valor mínimo em $\epsilon = 0.12$, uma menor extensão que a amostra CF-T, a qual apresenta um formato linear, e atinge o mínimo em $\epsilon = 0.18$. Essa redução do estágio II na amostra 4%LF-T, comparado à CF-T, pode estar relacionada a presença de bandas de deformação, as quais precedem a formação de martensita ϵ . Elas são sítios de nucleação para martensita α' [6], mas a quantificação da martensita ϵ é difícil de ser medida por ser uma fase intermediária, e de baixa proporção. Para todos os estágios da capacidade de encruamento o escorregamento está presente, como evidenciado pelas imagens de

microscopia eletrônica de transmissão, Figura 5-6, e Figura 5-7. De acordo com estudos prévios, a formação de bandas de deformações unidirecionais ocorre após um valor crítico de tensão, o qual está de acordo com o início do estágio II. Portanto, a formação de martensita ϵ contribui para a capacidade de encruamento do estágio II, juntamente com o escorregamento [23]. O estágio III, o qual possui a mesma extensão para ambas as amostras, inicia-se com o ponto de inflexão da curva de fluxo, seguida de um aumento no encruamento, essa etapa é chamada de regime transiente [41], o qual está relacionado à formação de martensita α' [53,61]. O estágio IV, o qual possui uma queda acentuada de θ , e possui uma extensão muito próxima das duas amostras, apesar de ocorrer antes na amostra 4%LF-T, tendo em vista sua deformação prévia, que introduziu defeitos na microestrutura, antecipando a formação de martensita, observado no estágio II. Choi et al. [32] constataram esse mesmo comportamento, e o relacionou com a saturação da martensita promovida pelo efeito TRIP. O resumo dos intervalos desses estágios está apresentado na Tabela 4. A interação da martensita com a ferrita gera a antecipação da estrição, o qual será discutida nas próximas seções, e corrobora com o decaimento do alongamento uniforme, comparado com a amostra CF-T, como pode ser observado na Tabela 3; em adição ao fim da transformação martensítica induzida por deformação [23,43,44,48,58–60,62,63]. O resumo dos estágios dessas amostras é descrito na Tabela 4.

Tabela 4 - Extensão de cada estágio das amostras CF-T, e 4%LF-T

Estágio	CF	4%LF-T	Extensão	
			CF-T	4%LF-T
I	$0,002 < \epsilon < 0,0150$	$0,002 < \epsilon < 0,016$	0,015	0,016
II	$0,015 < \epsilon < 0,184$	$0,016 < \epsilon < 0,118$	0,169	0,102
III	$0,184 < \epsilon < 0,341$	$0,118 < \epsilon < 0,268$	0,157	0,150
IV	$0,341 < \epsilon < 0,419$	$0,268 < \epsilon < 0,359$	0,078	0,091

A interação entre austenita e ferrita torna-se evidente com o avanço da tensão após ambos os constituintes escoarem devido ao *back-stress*, seguindo a tensão na austenita e ferrita, respectivamente, o qual é gerado pelo empilhamento de deslocções

geometricamente necessárias. A tensão inicia-se nos grãos da austenita e espalha até os grãos adjacentes da ferrita, levando ao início do escoamento da α [64].

As amostras 12%LF-T, 17%LF-T, e 2%LF-T foram divididas em três estágios, Figura 5-13 (b). O estágio A apresenta uma forte queda no início da deformação, maior do que o observado nas amostras CF-T e 4%LF-T, esse comportamento pode estar relacionado à transição abrupta entre o regime elástico e plástico observado na Figura 5-12. O estágio B, por outro lado, é caracterizado pelo aumento de θ , até um valor máximo. Järvenpää et al [53] encontrou um comportamento similar em um aço inoxidável austenítico 301LN com baixas deformações a frio (32, 45 e 63%), recozido a 750°C por 0.1s, o qual não atingiu a recristalização completa. Os autores observaram uma alta taxa de formação de martensita α' relacionado a esse comportamento, o qual está de acordo com os defeitos gerados pela laminação a frio, Figura 5-1. Challa et al. [65] observaram também um comportamento similar em um aço inoxidável austenítico com grãos ultra-finos, e nanometricos, com uma média de 320nm, associando o mecanismo de deformação principalmente por maclas de deformação.

Além disso, a nova martensita formada por deformação no ensaio de tração tende a ter uma maior dureza do que a formada anteriormente, considerando que a estrutura da austenita formadora dessa nova martensita carrega consigo uma maior quantidade de defeitos [62]. A extensão do estágio B é inversamente proporcional ao grau de redução devido a laminação a frio, e pode estar associado a formação da textura de deformação [31], especialmente as componentes latão e Goss [53], as quais oferecem uma maior dificuldade para transformação martensítica induzida por deformação. Também deve ser considerado que a microestrutura já deformada, possui uma maior quantidade de defeitos como a martensita formada na laminação, e maclas de deformação, os quais dificultam a movimento das deslocções. O estágio C foi definido como a queda na capacidade de encruamento, e possui a explicação similar a descrita no estágio IV, discutida anteriormente nas amostras CF-T e 4%LF-T. O resumo de cada estágio está descrito na Tabela 5.

Tabela 5 - Extensão de cada estágio das amostras 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T

Estágio	12%LF-T	17%LF-T	22%LF-T	Extensão		
				12%LF-T	17%LF-T	22%LF-T
A	$0,002 < \varepsilon < 0,022$	$0,002 < \varepsilon < 0,022$	$0,002 < \varepsilon < 0,021$	0,022	0,022	0,021
B	$0,022 < \varepsilon < 0,177$	$0,022 < \varepsilon < 0,103$	$0,020 < \varepsilon < 0,070$	0,155	0,081	0,050
C	$0,177 < \varepsilon < 0,289$	$0,103 < \varepsilon < 0,227$	$0,070 < \varepsilon < 0,150$	0,112	0,124	0,08

Utilizando a metodologia de Hollomon, e também de Jaoul-Croussard (J-C), Figura 5-14(a), (b), e Figura 5-14(c), (d), respectivamente, observamos que seus ajustes não foram satisfatórios para descrever os mecanismos de deformação presentes no material. Tal evidência também foi constatada para um aço inoxidável austenítico 304, sob tração em diferentes temperaturas [23], onde foram observados diferentes fenômenos durante a deformação. Apesar da abordagem J-C apresentar um bom comportamento para as amostras CF-T, e 4%LF-T, seu ajuste para as demais amostras não se mostrou eficaz.

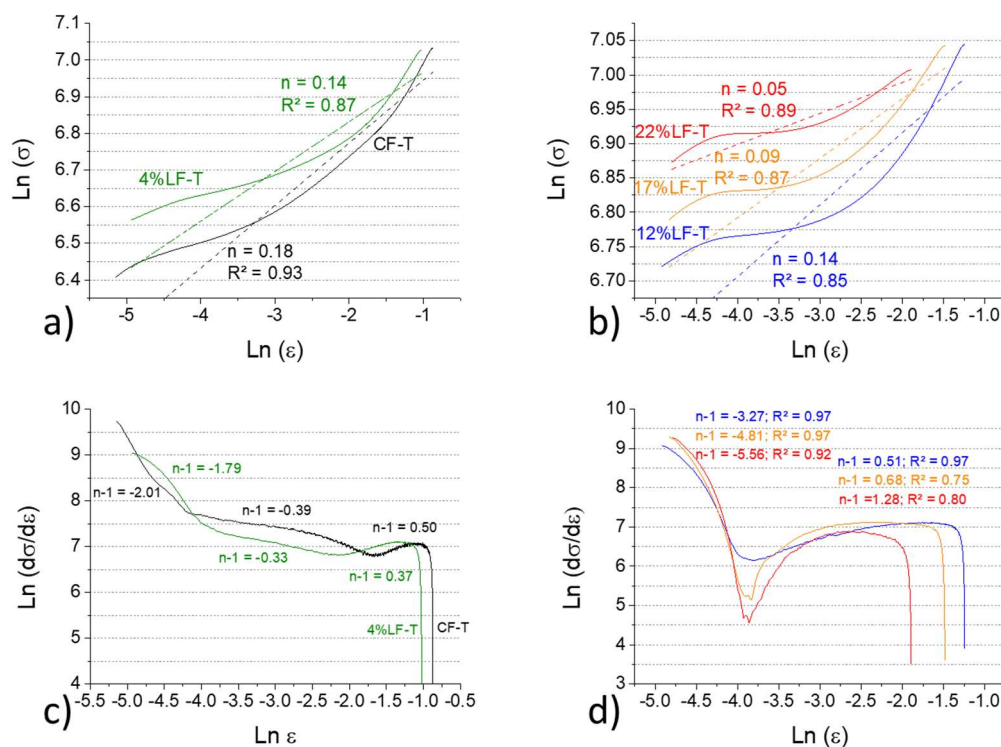


Figura 5-14 - Análise do encruamento(a,b) via Hollomon, e (c,d) via Jaoul-Croussard.

Como pode ser visto pelo valor de EFE, e com as imagens da Figura 5-13, o aço estudado possui diferentes mecanismos de deformação, o que torna mais difícil sua interpretação utilizando modelos como o de Hollomon, e Crussard-Jaoult (C-J), devido a mudança do seu expoente de encruamento (n_i) ao longo da deformação. Stachowicz [25], e Soares [23] utilizaram a abordagem de um n estantâneo através da seguinte fórmula:

$$n(i) = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \varepsilon}$$

Onde σ e ε são a tensão, e deformação verdadeira, respectivamente, $d\sigma/d\varepsilon$ é a capacidade de encruamento do material e $n(\varepsilon)$ é o coeficiente instantâneo de encruamento do material, com a taxa de deformação e temperatura constante.

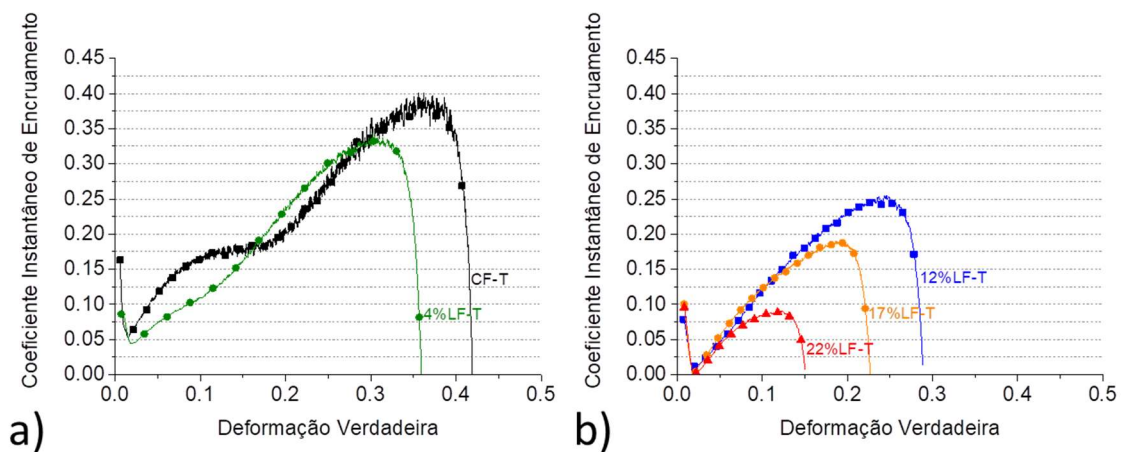


Figura 5-15 - Coeficiente instantâneo de encruamento (a) CF-T e 4%LF-T; (b) 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T

Plotando o coeficiente instantâneo de encruamento, Figura 5-15, é possível notar os diferentes estágios durante o ensaio de tração, e eles estão relacionados com a capacidade de encruamento. A queda inicial do n_i possui a mesma extensão do estágio I e estágio A de θ , Figura 5-13. Como discutido anteriormente, esse fenômeno está relacionado ao amaciamento dinâmico, como a aniquilação de deslocamentos [23,44,58–

60], e pela formação de deslocamentos parciais de Shockley, as quais necessitam de menor energia para sua formação, tendo em vista que seu vetor de Burgers é $a_{\text{CF}}/6\langle 112 \rangle$ [25,59,60,66–68], e já foram formadas por laminação a frio nas outras amostras. O primeiro aumento de $n(\epsilon)$ nas amostras CF-T e 4%LF-T está relacionado com o estágio II, e alguns autores associam esse estágio a formação de martensita ϵ [32], sendo esse comportamento mais pronunciado na amostra CF-T, a qual possui menos defeitos, se comparada à amostra 4%LF-T. Esse comportamento posterga o empescoamento e aumenta a ductibilidade do material.

A formação de martensita α' está relacionado ao segundo aumento de n_i , após a inflexão na amostra CF-T ($\epsilon = 0,18$), e no leve aumento de inclinação na amostra 4%LF-T ($\epsilon = 0,12$). O coeficiente instantâneo de encruamento é maior para amostra 4%LF-T, em comparação com a CF-T, provavelmente devido a deformação da martensita α' formada anteriormente. A queda no valor de n_i corresponde ao estágio IV e acontece no início da estricção. Em relação às amostras 12%LF-T, 17%LF-T, e 22%LF-T o coeficiente instantâneo de encruamento também está relacionado aos estágios da capacidade de encruamento, mas seus valores são menores que os encontrados nas amostras CF-T, e 4%LF-T, sendo cada vez menor a medida que aumenta-se o grau de redução a frio, isto pode ter ocorrido devido a menor formação de martensita induzida por deformação.

5.5 *Análise da Fractografia*

Na Figura 5-16 é possível observar a fractografia das amostras que apresentam o comportamento de quasi-clivagem, onde a microestrutura torna-se mais frágil a medida que a redução por laminação a frio aumenta. A martensita induzida por deformação tem uma alta resistência e reduz a propagação da trinca. Além disso, várias micro-cavidades aparecem, os quais são apresentados como pontos ou regiões pretas nas micrografias. Trabalhos relacionaram essa morfologia com a presença de martensita, em especial com a morfologia de blocos, as quais geram uma maior quantidade de microcavidades [69,70].

Interface entre as fases e escorregamento em contornos de grãos são os mecanismos de

fratura dominantes nesses materiais. A transformação martensítica induzida por deformação aumenta a resistência do material ao mesmo tempo que dificulta a taxa de propagação da trinca. A fractografia mostra uma mistura de microcavidades na ferrita e austenita. O caminho da trinca das amostras testadas resultaram na típica superfície de quasi-clivagem na ferrita, acompanhada pela indução de microtrincas na austenita cruzando a interface da ferrita com a austenita, fazendo com que a trinca se propague no interior do grão austenítico [42,43,66,69,71].

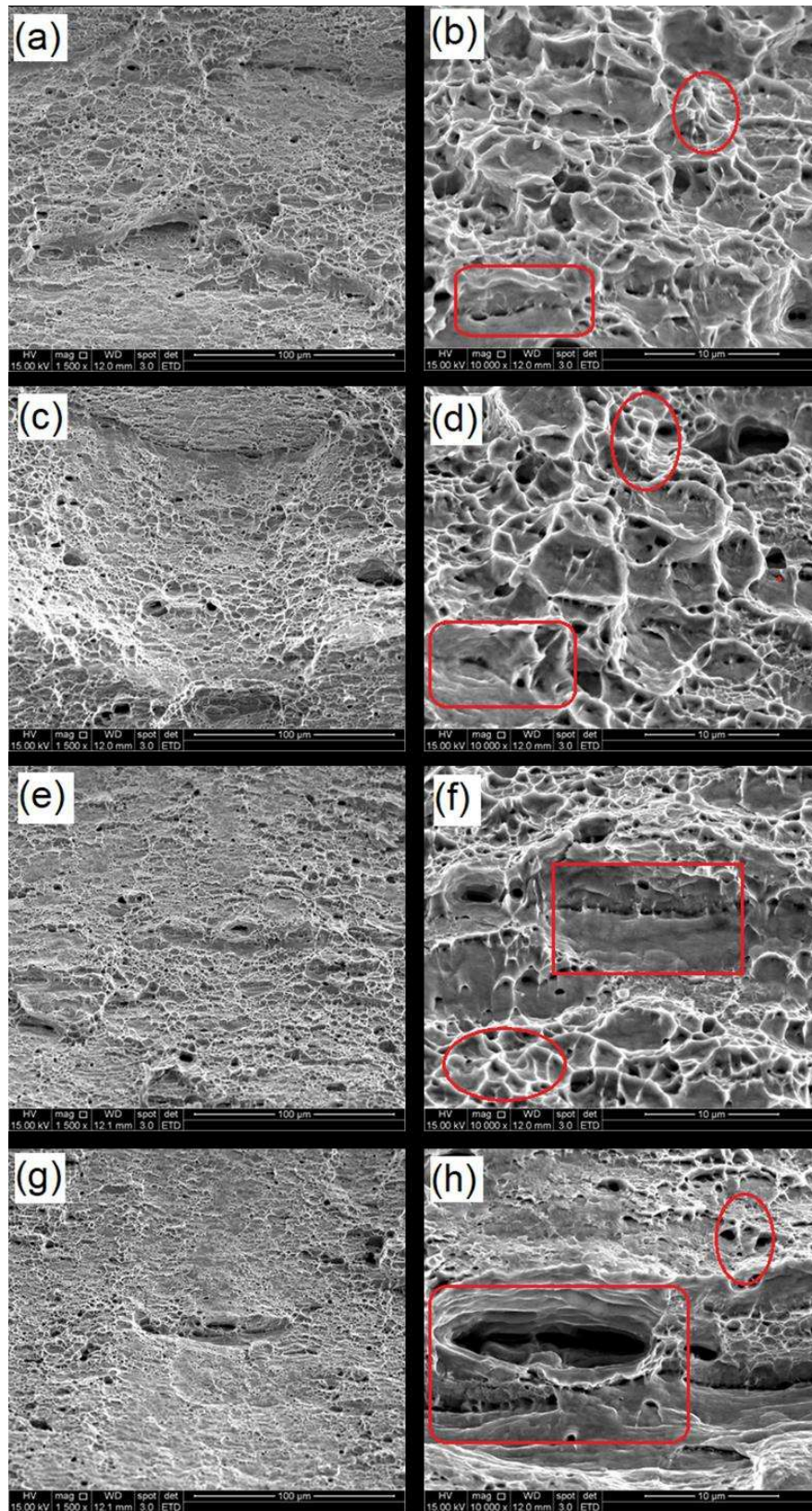


Figura 5-16 - Fractografia após ensaio de tração das amostras (a) e (b) 4%LF-T; (c) e (d) 12%LF-T; (e) e (f) 17%LF-T; (g) e (h) 22%LF-T.

6 CONCLUSÕES

- Em baixos níveis de deformação a frio foi possível observar a presença do efeito TWIP e TRIP devido aos baixos valores de EFE.
- Foi observado, via difração de raios-X, um leve aumento na fração volumétrica da fase CCC ao longo da deformação, mas nenhuma martensita ϵ foi detectado por essa técnica. Maclas de deformação foram observadas a baixos níveis de redução, 4%CF, o que possibilitou a antecipação do efeito TRIP nesse aço
- Pequenas quantidade de martensita ϵ , e α' a partir da redução de 4% por laminação a frio, mas não tiveram impacto no comportamento de encruamento do material, tendo em vista que os defeitos predominantes na estrutura foram as bandas de deformação, falhas de empilhamento, e maclas de deformação, criando sítios de nucleação de martensita que anteciparam o efeito TRIP.
- A textura do material teve grande impacto na transformação martensítica nesse material, tendo a textura de deformação, principalmente a componente $\{011\} \langle 211 \rangle$ Latão, oferecendo maior resistência a essa transformação.
- Devido a presença prévia de martensita na estrutura dos materiais deformados a frio, ocorreu a presença de nano-maclas no material. Esses defeitos foram observados somente na amostra com 22% por laminação a frio, e nas demais amostras após ensaios de tração.
- Em baixos níveis de deformação, as nano-maclas ocorreram de forma unidirecional, já em níveis mais elevados, duas direções principais foram identificadas para formação desses defeitos
- Blocos de martensita α' gerados pelas reduções via laminação a frio de 12%, 17%, e 22%, dificultaram a movimentação de deslocações, que causaram uma mudança de comportamento na taxa de encruamento do aço.
- Todas as amostras apresentaram microcavidades (*dimples*), e áreas de quasi-clivagem, com presença de microvazios (microvoids) em sua fratura, devido a presença de martensita α' na forma de blocos.

7 RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Os aços inoxidáveis lean duplex são cada vez mais utilizados pela indústria, pois apresentam menor custo de produção, e assim, maior competitividade no mercado, principalmente nas áreas de óleo e gás, além da indústria de celulose. Por isso, compreender os mecanismos de deformação desses aços torna-se vital, afim de otimizar suas propriedades para possíveis aplicações.

A partir desse trabalho foi possível observar a influência de baixas deformações nas transformações desse aço, que têm impacto direto em sua microestrutura, e propriedades. O baixo nível de redução foi analisado tendo em vista que essas reduções são aplicadas nos passes de laminação a frio do material.

Dessa forma, em busca de materiais cada vez mais resistentes e de custo mais baixo, os resultados alcançados nesse estudo poderão ser utilizados como referência e ponto de partida para trabalhos futuros.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realização de ensaios de tração interrompidos em cada estágio de deformação, afim de se investigar qual mecanismo torna-se dominante em cada etapa.
- Caracterização via métodos magnéticos podem propiciar uma análise mais assertiva em relação a transformação de fases desse material.
- Realização de tratamento de homogenização em diferentes temperaturas, afim de aprofundar a influência da energia de falha de empilhamento nos mecanismos de deformação.
- Realização de ensaios de tração em diferentes temperaturas para avaliar a influência da EFE durante a deformação.

9 REFERÊNCIAS

- [1] G. Krauss, *Steels: STEELS. Processing, Structure, and Performance*. ASMInternational, 2015. 705 pp.
- [2] K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai, Recent developments in stainless steels, *Mater. Sci. Eng. R Reports*. 65 (2009) 39–104. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2009.03.001>.
- [3] R.M. Davison, T.R. Laurin, J.D. Redmond, H. Watanabe, M. Semchyshen, A review of worldwide developments in stainless steels, *Mater. Des.* 7 (1986) 111–119. [https://doi.org/10.1016/0261-3069\(86\)90001-4](https://doi.org/10.1016/0261-3069(86)90001-4).
- [4] P.A. Schweitzer, *Stainless steels, Corros. Corros. Prot. Handbook, Second Ed.* (2017) 69–88. <https://doi.org/10.1201/9781315140384>.
- [5] IMO, Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex, 2012. <http://www.imoa.info/molybdenum-media-centre/downloads/molybdenum-use-by-material/duplex-stainless-steel/duplex-stainless-steel.php>.
- [6] C. Herrera, D. Ponge, D. Raabe, Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability, *Acta Mater.* 59 (2011) 4653–4664. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.04.011>.
- [7] R. N. Gunn, *Duplex Stainless Steels: Microstructure, properties and applications*, Abington Publishing, n.d.
- [8] M. Liljas, P. Johansson, H.-P. Liu, C.-O.A. Olsson, Development of a Lean Duplex Stainless Steel, *Steel Res. Int.* 79 (2008) 466–473. <https://doi.org/10.1002/srin.200806154>.
- [9] T. Sourmail, C. Garcia-Mateo, A model for predicting the Ms temperatures of steels, *Comput. Mater. Sci.* 34 (2005) 213–218. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2005.01.001>.
- [10] G. Ghosh, G.B. Olson, Kinetics of F. C. C. \rightarrow B. C. C. heterogeneous martensitic nucleation --- I. The critical driving force for athermal nucleation, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 3361–3370.
- [11] G. Ghosh, G.B. Olson, The isotropic shear modulus of multicomponent Fe-base solid solutions, *Acta Mater.* 50 (2002) 2655–2675. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00096-4).

- [12] G. Ghosh, G.B. Olson, Kinetics of F.C.C. \rightarrow B.C.C. heterogeneous martensitic nucleation-I. The critical driving force for athermal nucleation, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 3361–3370. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90468-5](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90468-5).
- [13] W. Zhang, J. Hu, Effect of annealing temperature on transformation induced plasticity effect of a lean duplex stainless steel, *Mater. Charact.* 79 (2013) 37–42. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.02.003>.
- [14] R.E.R.-H. Reza Abbaschian, Lara Abbaschian, *Physical metallurgy Principles*, 2009.
- [15] W.J.W. Donald R. Askeland, Pradeep P. Fulay, *The Science and Engineering of Materials*, 6^o, Connecticut: Cengage Learning, 2011.
- [16] R.E. Schramm, R.P. Reed, Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels, *Metall. Trans. A.* 6 (1975) 1345–1351. <https://doi.org/10.1007/BF02641927>.
- [17] C.G. Rhodes, A.W. Thompson, The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels, *Metall. Trans. A.* 8 (1977) 1901–1906. <https://doi.org/10.1007/bf02646563>.
- [18] D. Hull, D.J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 2011. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-096672-4.00001-3>.
- [19] B.K. Jha, R. Avtar, V.S. Dwivedi, V. Ramaswamy, Applicability of modified Crussard-Jaoul analysis on the deformation behaviour of dual-phase steels, *J. Mater. Sci. Lett.* 6 (1987) 891–893. <https://doi.org/10.1007/BF01729860>.
- [20] V. Colla, M. De Sanctis, A. Dimatteo, G. Lovicu, A. Solina, R. Valentini, Strain hardening behavior of dual-phase steels, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 40 (2009) 2557–2567. <https://doi.org/10.1007/s11661-009-9975-1>.
- [21] G.E. Dieter, D. Bacon, G.L. Wilkes, *Mechanical Metallurgy*, 2001.
- [22] I. Mejía, C. Maldonado, J.A. Benito, J. Jorba, A. Roca, Determination of the Work Hardening Exponent by the Hollomon and Differential Crussard-Jaoul Analyses of Cold Drawn Ferrite-Pearlite Steels, *Mater. Sci. Forum.* 509 (2006) 37–42. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.509.37>.
- [23] G.C. Soares, M.C.M. Rodrigues, L. De Arruda Santos, Influence of temperature on mechanical properties, fracture morphology and strain hardening behavior of a 304 stainless steel, *Mater. Res.* 20 (2017) 141–151. <https://doi.org/10.1590/1980->

5373-mr-2016-0932.

- [24] M.H. Cai, H. Ding, Z.Y. Tang, H.Y. Lee, Y.K. Lee, Strain hardening behavior of high performance FBDP, TRIP and TWIP steels, *Steel Res. Int.* 82 (2011) 242–248. <https://doi.org/10.1002/srin.201000132>.
- [25] F. Stachowicz, Instantaneous Plastic Flow Properties of Thin Brass Sheets Under Uniaxial and Biaxial Testing, *Acta Mech. Slovaca.* 15 (2011) 22–27. <https://doi.org/10.21496/ams.2011.003>.
- [26] A.F.P.S. Jr., Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura, Terceira E, ABM - Associação Brasileira de Metalurgia, n.d.
- [27] ASTM E8, ASTM E8/E8M standard test methods for tension testing of metallic materials, *Annu. B. ASTM Stand.* 4. (2010) 1–27. <https://doi.org/10.1520/E0008>.
- [28] H.N. Han, C.G. Lee, C.S. Oh, T.H. Lee, S.J. Kim, A model for deformation behavior and mechanically induced martensitic transformation of metastable austenitic steel, *Acta Mater.* 52 (2004) 5203–5214. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.07.031>.
- [29] A. Lechartier, N. Meyer, R. Estevez, M. Mantel, G. Martin, G. Parry, M. Veron, A. Deschamps, Deformation behavior of lean duplex stainless steels with strain induced martensitic transformation: Role of deformation mechanisms, alloy chemistry and predeformation, *Materialia.* 5 (2019) 100190. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2018.100190>.
- [30] G.G.B. Maria, C.A.D. Pedroso, D.G. Rodrigues, D.B. Santos, Strain-Induced Martensite and Reverse Transformation in 2304 Lean Duplex Stainless Steel and its Influence on Mechanical Behavior, *Steel Res. Int.* 90 (2019) 1–11. <https://doi.org/10.1002/srin.201800437>.
- [31] D.G. Rodrigues, G.G.B. Maria, N.A.L. Viana, D.B. Santos, Effect of low cold-rolling strain on microstructure, texture, phase transformation, and mechanical properties of 2304 lean duplex stainless steel, *Mater. Charact.* 150 (2019) 138–149. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.02.011>.
- [32] J.Y. Choi, J.H. Ji, S.W. Hwang, K.T. Park, TRIP aided deformation of a near-Ni-free, Mn-N bearing duplex stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 535 (2012) 32–39. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.037>.
- [33] Y. Zhao, W. Zhang, X. Liu, Z. Liu, G. Wang, Development of TRIP-Aided Lean

- Duplex Stainless Steel by Twin-Roll Strip Casting and Its Deformation Mechanism, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 47 (2016) 6292–6303. <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3771-5>.
- [34] D.A. Hughes, Microstructural evolution in a non-cell forming metal: AlMg, *Acta Metall. Mater.* 41 (1993) 1421–1430. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90251-M](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90251-M).
- [35] K.T. Park, K.G. Jin, S.H. Han, S.W. Hwang, K. Choi, C.S. Lee, Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 3651–3661. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.058>.
- [36] J. Charles, Duplex stainless steels, a review after DSS'07 held in Grado, *Rev. Metall. Cah. D'Informations Tech.* 105 (2008) 155–171. <https://doi.org/10.1051/metal:2008028>.
- [37] G.G.B. Maria, D.G. Rodrigues, É.T.F. Freitas, D.B. Santos, ϵ -Martensite formation for low strains in a lean duplex stainless steel, *Mater. Lett.* 234 (2019) 283–286. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.09.104>.
- [38] G.B. Olson, M. Cohen, A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC \rightarrow HCP transformation, *Metall. Trans. A.* 7 (1976) 1897–1904. <https://doi.org/10.1007/BF02659822>.
- [39] J. Talonen, H. Hänninen, Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels, *Acta Mater.* 55 (2007) 6108–6118. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.07.015>.
- [40] S.I. Wright, M.M. Nowell, D.P. Field, A review of strain analysis using electron backscatter diffraction, *Microsc. Microanal.* 17 (2011) 316–329. <https://doi.org/10.1017/S1431927611000055>.
- [41] C. Herrera, D. Ponge, D. Raabe, Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability, *Acta Mater.* 59 (2011) 4653–4664. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.04.011>.
- [42] Z. Gao, J. Li, Y. Chen, Y. Wang, Effect of dual-phase structure on the microstructure and deformation inhomogeneity of 2507 duplex stainless steel, *Ironmak. Steelmak.* 48 (2021) 393–401. <https://doi.org/10.1080/03019233.2020.1794766>.

- [43] Q. Jia, Y. Wang, R. Mei, L. Chen, S. Hao, H. Zhang, X. Ma, Z. Zou, M. Jin, The dependences of deformation temperature on the strain-hardening characteristics and fracture behavior of Mn–N bearing lean duplex stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 819 (2021) 141440. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141440>.
- [44] D.T. Pierce, J.A. Jiménez, J. Bentley, D. Raabe, J.E. Wittig, The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain-hardening evolution of Fe–Mn–Al–Si steels during tensile deformation, *Acta Mater.* 100 (2015) 178–190. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.08.030>.
- [45] J.Y. Choi, S.W. Hwang, K.T. Park, Twinning-induced plasticity aided high ductile duplex stainless steel, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 44 (2013) 597–601. <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1579-5>.
- [46] J.Y. Choi, J.H. Ji, S.W. Hwang, K.T. Park, Strain induced martensitic transformation of Fe–20Cr–5Mn–0.2Ni duplex stainless steel during cold rolling: Effects of nitrogen addition, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 6012–6019. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.038>.
- [47] F.K. Yan, N.R. Tao, F. Archie, I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, K. Lu, Deformation mechanisms in an austenitic single-phase duplex microstructured steel with nanotwinned grains, *Acta Mater.* 81 (2014) 487–500. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.08.054>.
- [48] M.J.R. Sandim, I.R. Souza Filho, C.F.G.S. Mota, K.D. Zilnyk, H.R.Z. Sandim, Microstructural and magnetic characterization of a lean duplex steel: Strain-induced martensite formation and austenite reversion, *J. Magn. Magn. Mater.* 517 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167370>.
- [49] G. Fargas, N. Akdut, M. Anglada, A. Mateo, Microstructural evolution during industrial rolling of a duplex stainless steel, *ISIJ Int.* 48 (2008) 1596–1602. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.48.1596>.
- [50] J. Hirsch, K. Lücke, Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals-I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys, *Acta Metall.* 36 (1988) 2863–2882. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90172-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90172-1).
- [51] G.B. Olson, M. Cohen, A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC→BCC and other martensitic transformations, *Metall. Trans. A.* 7 (1976)

- 1905–1914. <https://doi.org/10.1007/BF02654988>.
- [52] S. Wroński, J. Tarasiuk, B. Bacroix, A. Baczmanski, C. Braham, Investigation of plastic deformation heterogeneities in duplex steel by EBSD, *Mater. Charact.* 73 (2012) 52–60. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.07.016>.
- [53] A. Järvenpää, M. Jaskari, L.P. Karjalainen, Reversed microstructures and tensile properties after various cold rolling reductions in AISI 301LN steel, *Metals (Basel)*. 8 (2018). <https://doi.org/10.3390/met8020109>.
- [54] A. Järvenpää, M. Jaskari, J. Man, L.P. Karjalainen, Austenite stability in reversion-treated structures of a 301LN steel under tensile loading, *Mater. Charact.* 127 (2017) 12–26. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.01.040>.
- [55] A. Poulon-Quintin, S. Brochet, J.B. Vogt, J.C. Glez, J.D. Mithieux, Fine grained austenitic stainless steels: The role of strain induced α' martensite and the reversion mechanism limitations, *ISIJ Int.* 49 (2009) 293–301. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.49.293>.
- [56] M.C. Somani, P. Juntunen, L.P. Karjalainen, R.D.K. Misra, A. Kyröläinen, Enhanced mechanical properties through reversion in metastable austenitic stainless steels, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 40 (2009) 729–744. <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9723-y>.
- [57] A. Poudens, B. Bacroix, T. Bretheau, Influence of microstructures and particle concentrations on the development of extrusion textures in metal matrix composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 196 (1995) 219–228. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)09703-8](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)09703-8).
- [58] W. Zhang, J. Hu, Effect of annealing temperature on transformation induced plasticity effect of a lean duplex stainless steel, Elsevier B.V., 2013. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.02.003>.
- [59] A.K. De, J.G. Speer, D.K. Matlock, D.C. Murdock, M.C. Mataya, R.J. Comstock, Deformation-induced phase transformation and strain hardening in type 304 austenitic stainless steel, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 37 (2006) 1875–1886. <https://doi.org/10.1007/s11661-006-0130-y>.
- [60] U.F. Kocks, H. Mecking, Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case, *Prog. Mater. Sci.* 48 (2003) 171–273. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8).

- [61] S. Martin, S. Wolf, U. Martin, L. Krüger, D. Rafaja, Deformation Mechanisms in Austenitic TRIP/TWIP Steel as a Function of Temperature, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 47 (2016) 49–58. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2684-4>.
- [62] R.G. Stringfellow, D.M. Parks, G.B. Olson, A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformations in metastable austenitic steels, *Acta Metall. Mater.* 40 (1992) 1703–1716. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90114-T](https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90114-T).
- [63] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, Multistage strain hardening through dislocation substructure and twinning in a high strength and ductile weight-reduced Fe-Mn-Al-C steel, *Acta Mater.* 60 (2012) 5791–5802. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.07.018>.
- [64] H. Eskandari Sabzi, A. Zarei-Hanzaki, A. Kaijalainen, A. Kisko, The valuation of microstructural evolution in a thermo-mechanically processed transformation-twinning induced plasticity steel during strain hardening, *Mater. Sci. Eng. A.* 754 (2019) 799–810. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.068>.
- [65] V.S.A. Challa, X.L. Wan, M.C. Somani, L.P. Karjalainen, R.D.K. Misra, Strain hardening behavior of phase reversion-induced nanograined/ultrafine-grained (NG/UFG) austenitic stainless steel and relationship with grain size and deformation mechanism, *Mater. Sci. Eng. A.* 613 (2014) 60–70. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.06.065>.
- [66] D. Pérez Escobar, S. Silva Ferreira De Dafé, K. Verbeken, D. Brandão Santos, Effect of the Cold Rolling Reduction on the Microstructural Characteristics and Mechanical Behavior of a 0.06%C-17%Mn TRIP/TWIP Steel, *Steel Res. Int.* 87 (2016) 95–106. <https://doi.org/10.1002/srin.201400555>.
- [67] X. Zhang, P. Wang, D. Li, Y. Li, Multi-scale study on the heterogeneous deformation behavior in duplex stainless steel, *J. Mater. Sci. Technol.* 72 (2021) 180–188. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.09.023>.
- [68] G.B. Olson, M. Cohen, A general mechanism of martensitic nucleation: Part III. Kinetics of martensitic nucleation, *Metall. Trans. A.* 7 (1976) 1915–1923. <https://doi.org/10.1007/BF02659824>.
- [69] H. Liu, B. Liu, P. Bai, H. Sun, D. Li, F. Sun, N. Lin, Martensitic transformation

- and fractographic analysis of lean duplex stainless steel during low temperature tension deformation, *Mater. Charact.* 107 (2015) 262–269. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.07.019>.
- [70] H. Ding, H. Ding, D. Song, Z. Tang, P. Yang, Strain hardening behavior of a TRIP/TWIP steel with 18.8% Mn, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 868–873. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.10.040>.
- [71] H. Eskandari Sabzi, A. Zarei-Hanzaki, A. Kaijalainen, A. Kisko, The valuation of microstructural evolution in a thermo-mechanically processed transformation-twinning induced plasticity steel during strain hardening, *Mater. Sci. Eng. A.* 754 (2019) 799–810. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.068>.