

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
METALÚRGICA, MATERIAIS E DE MINAS - PPGEM

Dissertação de Mestrado

**“INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO NA
TEXTURA CRISTALOGRÁFICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS
AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX UNS S31803 E UNS S32304.”**

Autor: Karina Aparecida Martins Barcelos Gonçalves

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Co-orientador: Eng. Dr. Tarcísio Reis de Oliveira

Dezembro de 2015

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

Karina Aparecida Martins Barcelos Gonçalves

**“INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO NA
TEXTURA CRISTALOGRÁFICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS
AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX UNS S31803 E UNS S32304.”**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais.

Área de Concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Co-Orientador: Eng. Dr. Tarcísio Reis de Oliveira

Belo Horizonte - Minas Gerais
Escola de Engenharia da UFMG
Dezembro - 2015

Folha de Aprovação

Agradecimentos

A Deus por ter me dado saúde, força e oportunidade. Durante toda a jornada agradeço principalmente meu esposo Lauro que em todo o tempo esteve ao meu lado me incentivando e me apoiando. Aos meus pais, irmãos, cunhadas e a todos da família Barcelos Morais pelo incentivo, apoio e carinho.

Ao professor Dagoberto Brandão Santos, pela orientação, paciência, disponibilidade e apoio na realização deste trabalho.

Ao Dr. Tarcísio Reis de Oliveira, pelo incentivo, orientação e confiança na realização deste trabalho. A todos os técnicos do Centro de Pesquisa da Aperam South America pelo apoio e colaboração técnica. Em especial, a Luciana Favarato, Michela Barony, Anderson Jonne, Paulo José, Robson Lopes, Hamlet Geraldo, Dircenir e Ricardo José Costa. Ao pesquisador Marco Antônio Cunha pelo apoio e orientação técnica.

A Patrícia M. Trigueiro de Azevedo pelo apoio e atenção dada nas análises realizadas no EBSD. A Paola Ferreira Barbosa e Breno Barbosa Moreira pelo apoio nas análises realizadas no Centro de Microscopia da UFMG.

A Daniella Gomes Rodrigues pela colaboração com o *Software* OIM. A todos os meus amigos do laboratório de metalografia Camila, Aline Silva, Aline Oliveira, Davi Silva, Fran, Grazielle, e Paulinha.

A Shirley Ignácio e família pelo apoio e carinho que me deram no início dessa jornada.

A Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES-PROEX) pela concessão da bolsa de mestrado; à FAPEMIG, Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais e CNPq, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo suporte financeiro deste trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	V
LISTA DE TABELAS	XIII
LISTA DE EQUAÇÕES	XIV
LISTA DE NOTAÇÕES	XV
ABSTRACT	XVII
CAPÍTULO 1. INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2. OBJETIVOS	3
CAPÍTULO 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX	4
3.1.1 - O PAPEL DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AID	6
3.1.2 - MICROESTRUTURA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPEX	8
3.1.3 - PRECIPITADOS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	12
3.1.4 - AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803	15
3.1.5 - AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304	15
3.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	16
3.3 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	18
3.3.1 - REPRESENTAÇÃO DE TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	20
3.3.2 - TEXTURA DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA	23
3.3.3 - TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO	29
CAPÍTULO 4. METODOLOGIA	33
4.1 MATERIAIS	33
4.2 MÉTODOS	33
4.2.1 - LAMINAÇÃO A FRIO	33
4.2.2 - RECOZIMENTO	35
4.2.3 - PROPRIEDADES MECÂNICAS	37
4.2.4 - CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS	38
4.2.5 - PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	39
4.2.6 - CARACTERIZAÇÃO DA MICROTTEXTURA	41
CAPÍTULO 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
5.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS	43
5.1.1 - ENSAIO DE DUREZA	43
5.1.2 - ENSAIO DE TRAÇÃO	45

5.2 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	50
5.2.1 - AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304	50
5.2.2 - AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803	58
5.3 METALOGRAFIA QUANTITATIVA	68
5.4- RESULTADOS OBTIDOS APÓS ANÁLISES REALIZADAS VIA TÉCNICA DE EBSD .	72
5.4.1- AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX S32304.....	75
5.4.2 – AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX S31803.....	92
5.4.3 - COMPORTAMENTO DAS FIBRAS α , θ E γ PRESENTES NA FASE FERRÍTICA DAS AMOSTRAS ENCRUADAS E RECOZIDAS DOS AID S32304 E S31803.	108
5.4.4 - COMPONENTES PRESENTES NA FASE AUSTENÍTICA EM FUNÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA NAS AMOSTRAS ENCRUADAS E RECOZIDAS DOS AID S32304 E S31803. .	111
CAPÍTULO 6. CONCLUSÕES.....	113
CAPÍTULO 7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....	115
CAPÍTULO 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	116

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1:: PREN dos principais aços inoxidáveis. ^[8]	6
Figura 3.2: Microestrutura do AID laminado a quente e recozido. ^[14]	9
Figura 3.3:: Seção vertical do diagrama ternário 70%Fe-Cr-Ni. ^[15]	9
Figura 3.4: Diagrama de Shaeffler. ^[17]	10
Figura 3.5: Precipitação de fases típicas que podem ocorrer em aços inoxidáveis duplex. ^[18]	12
Figura 3.6:: Diagrama esquemático que mostra a precipitação da fase σ e Cr_2N . ^[22] ...	14
Figura 3.7: Efeito dos elementos de liga substitucionais e intersticiais no limite de escoamento. ^[27]	17
Figura 3.8: a) Material com orientação dos cristais ao acaso (sem textura), b) material com textura de cubo ^[17]	19
Figura 3.9: Ilustração esquemática da relação entre a amostra de cristal e dos eixos para a orientação Goss (110) [001]. A normal (110) é paralela ao DN e [001] é paralelo ao eixo DL. ^[28]	20
Figura 3.10: Visão tridimensional no espaço de Euler de posições de algumas orientações ideais importantes. ^[30]	21
Figura 3.11: Representação das fibras DL,DT e DN para $\varphi_2=45^\circ$. ^[30]	22
Figura 3.12: Notações de Bunge para ODF a) $\varphi_2=0^\circ$, b) $\varphi_2=45^\circ$ e c) $\varphi_2=65^\circ$. ^[28]	23
Figura 3.13: Esboço da posição das fibras α e β no espaço de Euler. Adaptado de Engler e Rangle. ^[28]	25
Figura 3.14: Fibras características para os metais e ligas CFC. Adaptado de Engler e Randle. ^[28]	26
Figura 3.15: Fibras características para os metais e ligas CCC e representação das suas principais orientações na seção $\varphi_2=45^\circ$. ^[28]	27

Figura 3.16: Seção $\varphi_2=45^\circ$ da ODF de um aço IF laminado a frio. ^[28]	28
Figura 4.1: Fluxograma das etapas de retirada das amostras na laminação a frio dos AID S32304 e S31803.....	35
Figura 4.2: Amostra com termopar acoplado.....	36
Figura 4.3:Curvas de aquecimento dos AID S32304 e S31803.....	36
Figura 4.4: Tratamento térmico de recozimento: a) amostra resfriada com água e gelo; amostras recozidas a 1055°C com 20 s de encharque.....	37
Figura 4.5: Posição da retirada das amostras para o ensaio de tração.	38
Figura 4.6:Corpo-de-prova para ensaio de tração.	38
Figura 4.7: Grade circular para quantificação de fases. ^[25]	41
Figura 5.1: Dureza Vickers dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).....	44
Figura 5.2: Limite de escoamento dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).....	46
Figura 5.3: Limite de resistência dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).....	47
Figura 5.4: Alongamento total dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).....	49
Figura 5.5: Micrografia da região central da bobina laminada a quente (BQ) do AID S32304. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	51
Figura 5.6: Micrografia da região central da bobina laminada a frio (18%) do AID S32304. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	52
Figura 5.7: Microestrutura laminada a frio do AID S32304 com ilhas de martensita dentro da austenita. Ataque Behara. ^[49]	53
Figura 5.8: Micrografia da região central da bobina laminada a frio (50%) do AID S32304: Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	54

Figura 5.9: Micrografia da região central da bobina laminada a frio (62%) do AID S32304: Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	54
Figura 5.10: Curvas de magnetização de amostras deformadas. ^[49]	55
Figura 5.11: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 62% do AID S32304: Bandas de cisalhamento (círculo vermelho). Ataque Behara.....	56
Figura 5.12: Micrografia da região central da bobina laminada a frio e recozida (BFR) do AID S32304. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	57
Figura 5.13: Tamanho de grão das amostras laminada a quente e recozida (BQ), laminadas a frio (BFE) e recozidas (BFR) do AID S32304.	57
Figura 5.14: Micrografia da região central da bobina laminada a quente e recozida (BQ) do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.....	58
Figura 5.15: Micrografia da bobina laminada a quente e recozida (BQ): a) borda superior (S31803); b) borda inferior (S31803); c) borda superior (S32304) e d) borda inferior (S32304). Ataque Behara.	59
Figura 5.16: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 21% do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	60
Figura 5.17: Micrografia da bobina laminada a frio: a) borda superior e b) borda inferior.....	61
Figura 5.18: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 52% do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	61
Figura 5.19: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 64% do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	62
Figura 5.20: Morfologia característica de martensita induzida por deformação (α') sobreposta na fase austenítica da amostra AID S31803 após 64% de redução a frio. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	63

Figura 5.21: Imagens obtidas no MEV do AID S31803 após 64% de deformação a frio com aumento de 5.000 vezes: (a) borda BSDE; (b) borda ETD; (c) centro BSDE; (d) centro ETD.....	64
Figura 5.22: Imagens obtidas no MEV com aumento de 20.000 vezes do AID S31803 após 64% de deformação a frio: (a) borda ETD; (b) centro ETD.	65
Figura 5.23: Micrografia da região central da bobina laminada a frio e recozida do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.	66
Figura 5.24: Microestrutura do aço inoxidável duplex na direção de laminação após recozimento. ^[14]	67
Figura 5.25: Tamanho de grão das amostras laminadas a quente e recozida, laminadas a frio, e recozida do AID S31803.....	67
Figura 5.26: Percentual de fases das amostras laminada a quente e recozida, laminadas a frio e recozida do AID S32304.....	69
Figura 5.27: Percentual de fases das amostras laminada a quente e recozida, laminadas a frio e recozida do AID S31803.....	70
Figura 5.28: Representação das fibras presentes na fase ferrítica segundo espaço de Euler $\varphi_2=45^\circ$. Adaptado ^[30]	72
Figura 5.29: Representação das componentes presentes na fase austenítica segundo espaço de Euler $\varphi_2=0^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$ e $\varphi_2=65^\circ$. Adaptado ^[30]	73
Figura 5.30: Mapeamento da região central da amostra BQ S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa da fibra e α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; ;f) mapa de contornos de grão. Indexação 93%.	75
Figura 5.31: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S32304.	76

Figura 5.32: ODF da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S32304: a) ferrita; b) austenita.	77
Figura 5.33: Mapeamento da região central da amostra laminada a frio após 18% de redução do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa da fibra e α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 88%.	79
Figura 5.34: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após 18% de redução a frio do AID S32304.	80
Figura 5.35: ODF da amostra laminada a frio do AID S32304 (18% de redução); a) ferrita; b) austenita.	81
Figura 5.36: Mapeamento da região central da amostra laminada a frio após 50% de redução do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa da fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação de 70%	82
Figura 5.37: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após 50% de redução a frio do AID S32304.	83
Figura 5.38: ODF da amostra laminada a frio do AID S32304 (50% de redução); a) ferrita; b) austenita.	84
Figura 5.39: Mapeamento da região central da amostra laminada a frio após 62% de redução do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 70%.	85

Figura 5.40: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após 62% de redução a frio do AID S32304.....	86
Figura 5.41: ODF da amostra laminada a frio do AID S32304 (62% de redução); a) ferrita; b) austenita.	87
Figura 5.42: Mapeamento da região central da amostra recozida (BFR) do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 97%.....	89
Figura 5.43: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após recozimento (BFR) do AID S32304.....	90
Figura 5.44: ODF da amostra recozida (BFR) do AID S32304: a) ferrita; b) austenita.	91
Figura 5.45: Mapeamento da região central da amostra BQ - S31803: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra γ (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 92%.	92
Figura 5.46: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S31803.	93
Figura 5.47: ODF da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.	94
Figura 5.48: Mapeamento da região central da amostra S31803 com 21% de deformacao: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra e α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 88%.	96
Figura 5.49: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio após 21% de redução do AID S31803.....	97

Figura 5. 50: ODF da amostra laminada a frio após 21% de redução do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.	98
Figura 5.51: Mapeamento da região central da amostra S31803 com 52% de deformação: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 70%.	99
Figura 5.52: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio após 52% de redução do AID S31803.....	100
Figura 5.53: ODF da amostra laminada a frio após 52% de redução do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.	101
Figura 5.54: Mapeamento da região central da amostra S31803 com 64% de deformação: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 70%.	102
Figura 5.55: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio após 64% de redução do AID S31803.....	103
Figura 5.56: ODF da amostra laminada a frio após 64% de redução do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.	104
Figura 5.57: Mapeamento da região central da amostra BFR - S31803: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 97%.	105
Figura 5.58: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio e recozida (BFR) do AID S31803.	106
Figura 5.59: ODF da amostra laminada a frio e recozida (BFR) do AID S31803 : a) ferrita; b) austenita.	107

Figura 5.60: Fração volumétrica das fibras presentes na fase ferrítica do AID S32304 das amostras na condição de bobina laminada a quente, BFE e BFR.	108
Figura 5.61: Fração volumétrica das fibras presentes na fase ferrítica do AID S31803 das amostras na condição de bobina laminada a quente e recozida ,BFE e BFR.	109

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Faixa de composição química do aço UNS S31803 baseado na norma ASTM A-240. ^[23]	15
Tabela 3.2: Faixa de composição química do aço UNS S32304 baseado na norma ASTM A-240 (% mássica). ^[23]	16
Tabela 3.3: Propriedades mecânicas típicas de alguns AID, aços inoxidáveis austenítico (304L e 316L) e aços inoxidáveis ferrítico (409 e 430). ^[23,26]	17
Tabela 3.4: Orientações pertencentes aos materiais CFC. Adaptado ^[28]	26
Tabela 3.5: Orientações pertencentes aos materiais CCC ^[35]	28
Tabela 4.1: Composição química dos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803 (% em peso)	33
Tabela 4.2: Plano de passe da laminação a frio do aço inoxidável duplex S32304.	34
Tabela 4.3: Plano de passes da laminação a frio do aço inoxidável duplex S31803....	34
Tabela 4.4: Técnica de caracterização microestrutural.....	39

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1: PREN = Pitting Resistance Equivalent Number. ^[7]	5
Equação 3. 2: Cromo equivalente. ^[7]	10
Equação 3. 3: Níquel equivalente. ^[7]	10
Equação 3. 4: Percentual de Ferrita. ^[7]	11

LISTA DE NOTAÇÕES

AID: Aço Inoxidável Duplex

γ : Austenita

α : Ferrita alfa

σ : Fase Sigma

δ : Ferrita delta

Mo: Molibdênio

C: Carbono

N: Nitrogênio

Cu: Cobre

W: Tungstênio

Cr: Cromo

Ni: Níquel

BQ: Bobina laminada a quente

BFE: Bobina laminada a frio

BFR: Bobina laminada a frio e recozida

ASTM: American Society for Testing and Materials

MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura

MO: Microscópio Óptico

CCC: Cúbica de Corpo Centrado

CFC: Cúbica de Face Centrada

EFE: Energia de falha de empilhamento

EBSD: Backscatter electron diffraction pattern

ODF: orientation distribution function

OIM: Orientation Imaging Micrograph

RESUMO

Devido a sua crescente utilização os Aços Inoxidáveis Duplex (AID) têm sido bastante pesquisados nos últimos anos. Os AID apresentam uma estrutura bifásica composta por austenita e ferrita. A combinação de ambas as fases faz com que o material apresente propriedades superiores em relação aos aços inoxidáveis ferrítico e austenítico. Este trabalho avaliou a influência da deformação a frio e recozimento nos aços inox duplex UNS S32304 (*lean*) e UNS S31803 (padrão) em relação ao comportamento da textura e propriedades mecânicas das amostras no estado de fornecimento, encruado e recozido. Foram realizados ensaios mecânicos de tração e dureza. A textura cristalográfica foi determinada via técnica microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG Quanta 200 FEI). A quantificação de fases foi realizada pelo método do teste de pontos de acordo com a norma ASTM E562. As amostras foram analisadas pelo cálculo das funções de distribuição de orientação cristalográfica (ODF) e pelos mapas de orientação, obtidos pela técnica da difração dos elétrons retroespalhados (OIM-EBSD).

ABSTRACT

Due to its increasing use, the Duplex Stainless Steels have been intensely studied in recent years. DSS has a dualphase structure composed by ferrite and austenite. The presence of the two phases gives this type of steel superior properties than both ferritic and austenitic steels. This study evaluate of the influence of cold deformation and annealing in duplex stainless steels UNS S32304 (lean) and UNS S32205 / UNS S31803(standard) in relation to its behavior of texture and mechanical properties of the samples in the as-received, hardened and annealed conditions. Tensile test and hardness were performed. The crystallographic texture and quantification of phase were determined by: scanning electron microscopy (SEM) and high resolution scanning electron microscope (SEM-FEG FEI Quanta 200). Samples were analyzed by calculating the orientation distribution function (ODF) and the orientation maps obtained by the technique of backscatter electron diffraction pattern (OIM_EBSD).

Capítulo 1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex existem há aproximadamente 80 anos, estes aços são caracterizados por uma microestrutura mista com proporções similares de austenita e ferrita. Um grande destaque da utilização destes aços tem sido a indústria petroquímica. Na indústria petrolífera os aços inoxidáveis duplex são aplicados nos tubos flexíveis que atuam como a primeira de várias camadas, ou seja, é a camada de contato direto com o petróleo extraído. A grande utilização destes aços está relacionada à sua excelente resistência a corrosão, bem como sua alta resistência aliada a uma boa tenacidade. Os AID têm sido utilizados também em indústrias de química, naval, alimentícia, farmacêutica e nuclear.

Os aços inoxidáveis duplex são ligados principalmente com cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio, têm sua composição química balanceada e processamento termomecânico adequado de modo a obter uma microestrutura bifásica. A quantidade de cada fase presente na microestrutura pode ser deduzida através da quantidade de elementos de liga presente. Além do cromo e níquel, outros elementos de liga como o nitrogênio, molibdênio, cobre, silício, manganês e tungstênio podem ser adicionados para balancear a quantidade das fases presentes e melhorar a resistência a corrosão.

Os aços inoxidáveis duplex requerem um cuidado especial no processamento metalúrgico devido às características das fases que podem ser formadas. Esses aços quando tratados em uma faixa de temperatura entre 450 e 900°C formam a fase sigma (σ), que é prejudicial às propriedades, pois é uma fase dura, frágil, rica em cromo e com estrutura cristalina tetragonal. Em aços inoxidáveis duplex ($\delta - \gamma$), a fase sigma nucleia normalmente nos limites das interfases da ferrita-austenita. A temperatura na qual a fase σ se forma, depende tanto da composição química do aço quanto da deformação plástica.

A presença de uma microestrutura com grãos refinados geralmente leva a uma melhora das propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex, e este refinamento

pode ser obtido, por exemplo, por processo de laminação a quente ou a frio do material, o que gera o desenvolvimento de uma textura cristalográfica específica.

A textura cristalográfica é um dos fatores que afetam a anisotropia das propriedades mecânicas dos aços. Por isso, estudos têm sido realizados para analisar a formação de textura em ambas as fases nos materiais deformados a frio e recozidos.

Na maioria dos materiais há um padrão nas orientações que estão presentes e uma propensão para a ocorrência de certas orientações causadas primeiras pela solidificação do material e, posteriormente, por processos termomecânicos.

Este trabalho teve o intuito de entender melhor a evolução da microestrutura e textura cristalográfica dos aços inoxidáveis duplex, bem como a possível influência nas propriedades mecânicas. A microestrutura será determinada via técnica de Electron Backscatter Diffraction – EBSD. As propriedades mecânicas serão determinadas pelo ensaio de tração e dureza Vickers.

Capítulo 2. OBJETIVOS

O trabalho teve o propósito de estudar a influência da deformação a frio e do recozimento na evolução da textura cristalográfica, microestrutura e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e UNS S32304.

Foram objetivos específicos:

- Avaliar a influência da deformação a frio e do tratamento térmico de recozimento na evolução da textura cristalográfica de deformação, textura de recristalização e microestrutura. Determinar as propriedades mecânicas das amostras laminadas a quente e recozida, laminadas a frio e recozidas.

CAPÍTULO 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aço Inoxidável Duplex

A composição química dos aços inoxidáveis é baseada nos sistemas ferro-cromo, ferro-cromo-carbono e ferro-cromo-níquel, com o teor de Cr na faixa de 11 a 30% (percentual em peso). ^[1] Os aços inoxidáveis possuem além do Cr outros elementos de liga como o níquel (Ni), nitrogênio (N) e molibdênio (Mo) que favorecem a resistência à corrosão e resistência mecânica, carbono (C), titânio (Ti), alumínio (Al) e cobre (Cu) que conferem resistência mecânica. ^[2]

Os aços inoxidáveis podem ser divididos em grupos, de acordo com sua microestrutura metalúrgica em: aços austeníticos, os quais apresentam estrutura cúbica de face centrada (CFC); aços ferríticos que apresentam estrutura cúbica de corpo centrado (CCC); aços martensíticos que apresentam microestrutura de copor centrado que pode ser cúbico ou tetragonal; aços duplex são caracterizados por uma estrutura bifásica composta pela mistura das fases ferrítica e austenítica normalmente em proporções iguais. ^[3]

A estrutura bifásica dos aços inoxidáveis duplex é produzida a partir do correto equilíbrio e processamento adequado entre os elementos formadores da ferrita conhecidos como alfa-gêneos (Mo, Ti, Nb, Si, Al) e os elementos formadores da austenita, os gama-gêneos (Ni, Mn, C, N). ^[4]

A fim de obter uma estrutura duplex, normalmente é necessário aumentar o teor de cromo acima de 20%(massa), no entanto as proporções exatas das fases δ e γ são determinadas pelo tratamento térmico que é realizado na temperatura de 1050 – 1150°C. ^[4]

A extensa gama de aplicações destes aços inclui as indústrias química, petroquímica, nuclear, marítima e celulose. ^[3] As principais aplicações deste aço estão relacionadas

à sua excelente resistência a corrosão, incluindo a corrosão sob tensão e alta resistência mecânica combinada com alta tenacidade. [5]

Segundo Michalska e Sozanka [6], as excelentes características dos aços inoxidáveis duplex estão relacionadas à sua microestrutura; que permite uma mistura de propriedades ferríticas e austeníticas. Alta resistência mecânica e alta resistência à corrosão vem da contribuição da fase ferrítica, enquanto que a fase austenítica influencia na ductilidade e na resistência a corrosão uniforme.

Os aços inoxidáveis duplex podem ser classificados segundo seu desempenho frente à corrosão que depende do teor de liga de cada aço. Esse desempenho é conhecido como PREN que significa índice de resistência a corrosão por pites. A equação 3.1 determina o valor do PREN de cada aço em relação à quantidade de cromo, molibdênio, tungstênio e nitrogênio. [8]

Equação 3.1: PREN = Pitting Resistance Equivalent Number. [7]

$$\text{PREN} = \% \text{Cr} + 3,3 (\% \text{Mo} + 0,5\% \text{W}) + 16\% \text{N} \quad (3.1)$$

Os aços inoxidáveis duplex podem ser divididos em cinco grupos: [7]

- Lean duplex: conhecido como 2304, que não contém adição deliberada de Mo.
- Duplex padrão: como o 2205, responsável por mais de 80% do uso do duplex.
- Duplex 25Cr: liga 255 com o PREN inferior a 40.
- Super Duplex: conhecido como 2507 com PREN entre 40-45.
- Hiper Duplex: definido como um aço de alta liga com PREN acima de 45.

Na figura 3.1 podem ser observados os índices de PREN para os aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e duplex. O aço inoxidável duplex S31803 apresenta um índice

de resistência à corrosão por pites (PREN) maior que o S32304, por apresentar um teor de molibdênio maior em sua composição química. A diferença do PREN (Índice de Resistência a Corrosão por Pites) tornou-se um dos parâmetros utilizados para diferenciar os aços inoxidáveis duplex entre si.



Figura 3.1:: PREN dos principais aços inoxidáveis. [8]

3.1.1 - O papel dos elementos de liga nos AID

Os elementos de liga ou impurezas são adicionados nos aços por solução sólida substitucional se estes átomos tiverem aproximadamente o mesmo tamanho dos átomos de ferro. Caso os átomos possuam tamanhos significativamente menores que o átomo de ferro, os elementos de liga irão se acomodar nos interstícios ocorrendo à solução sólida intersticial. [9] A formação da estrutura duplex é determinada pela partição preferencial dos elementos de liga que são estabilizadores das fases austenita e ferrita. [10]

A seguir tem-se uma revisão sobre o efeito dos principais elementos de liga nos aços inoxidáveis duplex.

Cromo

O cromo é um elemento formador da ferrita (alfagêneo). Um mínimo de 10,5% é necessário para formar uma película passiva que protege o aço contra corrosão

atmosférica, um aumento no teor de cromo resulta numa maior resistência a corrosão.^[7] O teor mais alto de cromo pode formar carbonetos estáveis e de dureza elevada (900 a 1000 Vickers), nos aços inoxidáveis duplex também promove a formação de fases intermetálicas.^[11]

Molibdênio

É um elemento formador da ferrita, sua adição aumenta a resistência à corrosão por pites e por frestas em soluções contendo cloretos, sendo este elemento três vezes mais efetivo para este fim que o cromo como mostra a equação 3.1. No entanto, também aumenta a tendência de um aço formar fases intermetálicas prejudiciais sendo restrito a 4% nos aços inoxidáveis duplex.^[12] Nos aços de baixo carbono recozidos o molibdênio aumenta a dureza e sua resistência mecânica.^[13]

Nitrogênio

O nitrogênio é adicionado aos aços inoxidáveis duplex e austeníticos altamente resistentes à corrosão que contém altos teores de cromo e molibdênio para compensar a sua tendência a formar a fase sigma. Ele também aumenta significativamente a resistência à corrosão por pites e em frestas. O nitrogênio reduz a energia de falha de empilhamento (EFE), aumenta a taxa de endurecimento por deformação da austenita e a resistência mecânica da austenita por endurecimento por solução sólida.^[7]

Níquel

Como o níquel não tem tendência a formar carboneto, ele fica em solução sólida no aço fazendo diminuir a temperatura de transformação da austenita em ferrita.^[13] Nos aços inoxidáveis duplex a quantidade de níquel vai variar de 1,5 a 7%.^[7] O níquel aumenta a resistência mecânica e a dureza da ferrita, sem diminuir sua ductilidade e tenacidade até um teor de 5%.^[13]

Manganês

O manganês quando está presente na ferrita tem a propriedade de aumentar a dureza e resistência mecânica sem afetar muito na ductilidade do material, e na austenita tem efeito estabilizante aumentando moderadamente sua temperabilidade. ^[13]

Silício

O silício diminui o campo da fase γ até um teor de 2% e com 3,3% desaparece por completo a fase austenítica, sendo, pois, o silício um elemento estabilizador da ferrita. Em ambientes contendo ácido cítrico ele ajuda a evitar a oxidação em altas temperaturas. ^[11]

3.1.2 - Microestrutura dos aços inoxidáveis duplex

A formação de duas fases é determinada pela partição preferencial de elementos de liga que compõem a fase austenítica e ferrítica, principalmente o cromo, níquel e molibdênio. Modificações microestruturais podem ocorrer como resultado da partição do soluto durante os tratamentos térmicos e termomecânicos destes aços, como a transformação da ferrita em austenita que é a principal alteração estrutural que ocorre durante o processamento a quente. ^[10]

Esta transformação ocorre através da nucleação e crescimento das partículas de austenita. Estas partículas, que são em forma do tipo Widmanstätten, seguem a orientação de Kurdjumov-Sachs e são, portanto, coerentes com a matriz da ferrita. ^[10]

Fargas e seus colaboradores ^[14] estudaram o aço inoxidável duplex após laminação a quente e recozimento na temperatura de 1080°C e tempo de encharque de 15 minutos. A figura 3.2 relata a seção longitudinal com camadas alternadas de ferrita e austenita com espessura de 3 a 11 μm .

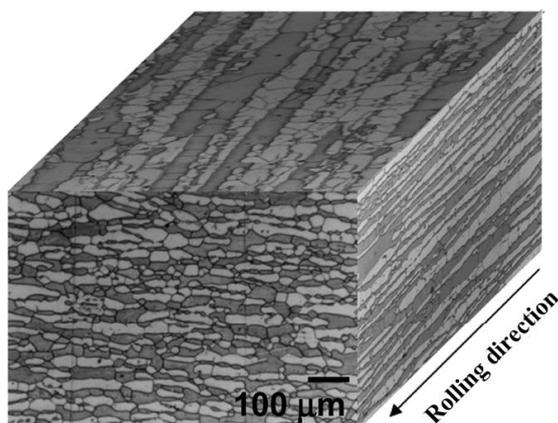


Figura 3.2: Microestrutura do AID laminado a quente e recozido. ^[14]

O diagrama pseudobinário da figura 3.3 mostra esquematicamente que a solidificação do aço inoxidável duplex inicia logo abaixo da temperatura de 1450°C apresentando uma microestrutura completamente ferrítica (δ). ^[15]

Durante o resfriamento a γ começa a formar em temperaturas por volta de 1300°C. ^[16] Desse modo, à temperatura ambiente haverá uma estrutura bifásica (δ/γ), podendo-se formar outras fases dependendo da condição de resfriamento. ^[15]

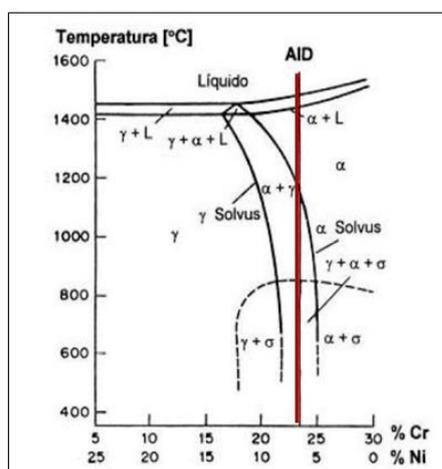


Figura 3.3:: Seção vertical do diagrama ternário 70%Fe-Cr-Ni. ^[15]

O diagrama de Shaeffler apresentado na figura 3.4 permite localizar qual aço inoxidável é formado através da variação do teor de Ni e Cr. Entre as áreas da austenita e da ferrita obtém-se uma mistura de ferrita e austenita, ou seja, a área do duplex. Como pode ser observado, é quase impossível desenvolver qualidades duplex tendo menos de 20% de Cr, sem a possível formação de martensita.^[17]

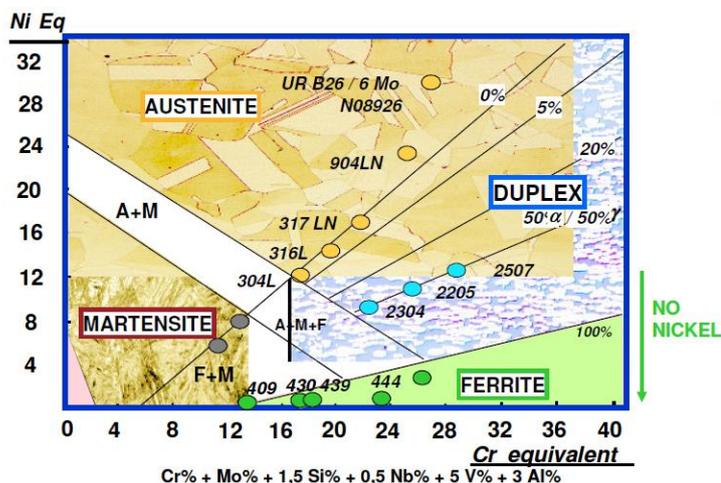


Figura 3.4: Diagrama de Shaeffler.^[17]

Concentrações dos elementos Fe, Cr e Ni são ajustadas utilizando o diagrama de equilíbrio ternário. Além do cromo e níquel, outros elementos de liga como nitrogênio, molibdênio, cobre, silício, manganês e tungstênio podem ser adicionados para controlar o equilíbrio estrutural e melhorar a resistência a corrosão.^[5]

A quantidade das fases ferrítica e austenítica presente na microestrutura dos aços inoxidáveis duplex pode ser deduzida em relação aos principais elementos de liga (cromo e níquel) de acordo com as equações 3.2 a 3.4.

Equação 3. 2: Cromo equivalente.^[7]

$$Cr_{eq} = \%Cr + 1,73 \%Si + 0,88 \%Mo \quad (3.2)$$

Equação 3. 3: Níquel equivalente.^[7]

$$Ni_{eq} = \%Ni + 24,55 \%C + 21,75 \%N + 0,4 \%Cu \quad (3.3)$$

Equação 3. 4: Percentual de Ferrita. ^[7]

$$\% \text{ Ferrita} = - 20,93 + 4,01 \text{ Cr eq} - 5,6 \text{ Ni eq} + 0,016 T \quad (3.4)$$

Onde T é a temperatura (em graus Celsius) de recozimento entre 1050 – 1150°C e as composições dos elementos estão em percentual mássico.

Os aços inoxidáveis duplex podem ser processados através de diferentes procedimentos, tais como: fundição, forjamento, extrusão e laminação. ^[3] A laminação a quente dos aços inoxidáveis duplex é realizada na região bifásica (ferrita/austenita) na faixa de temperatura de 1000°C a 1100°C, podendo chegar até a 1300°C. O limite inferior da temperatura de trabalho á quente é limitado pela precipitação de fases intermetálicas. ^[17]

Durante o trabalho a quente, os dois principais mecanismos de restauração nos metais são: a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica, e quem vai determinar qual destes mecanismos irá ocorrer a restauração será a energia de falha de empilhamento (EFE). ^[3]

Os aços inoxidáveis duplex requerem um cuidado especial durante a deformação a quente devido as características das duas fases que estão presentes. Os mecanismos de endurecimento e amaciamento ocorrem de forma diferente em cada uma das fases. Na ferrita o mecanismo de amaciamento ocorre pela recuperação dinâmica formando rapidamente uma estrutura de subgrãos. Na austenita o endurecimento vai gerar um acúmulo maior de energia interna levando o material a recristalização dinâmica. ^[10]

Quando as duas fases são deformadas juntamente, a deformação não é distribuída de forma homogênea. Inicialmente a deformação se concentra na ferrita. Com a deformação ocorrendo, os gradientes de energia interna diminuem devido a tensão e deformação que vão ocorrer na austenita e a ação dos mecanismos de amaciamento, tais como recuperação dinâmica, recristalização dinâmica e deslizamento de contorno de grão. ^[10]

3.1.3 - Precipitados nos aços inoxidáveis duplex

Segundo Padilha e Guedes ^[15] durante o resfriamento outras fases podem precipitar nos aços inoxidáveis duplex numa faixa de temperatura de 300 a 1000°C. O AID pode permanecer nessa faixa de temperatura, como consequência de tratamentos térmicos inadequados, ou ciclos térmicos de soldagem. Propriedades mecânicas como, tenacidade e resistência à corrosão podem ser prejudicadas dependendo da fase precipitada.

As regiões de precipitação, apresentadas na figura 3.5, estão claramente relacionadas com as adições de molibdênio, cromo e tungstênio. Estes elementos fazem com que o aço inoxidável duplex fique mais propenso a formação de fases intermetálicas (sigma, chi, etc), nitretos, carbonetos.^[18]

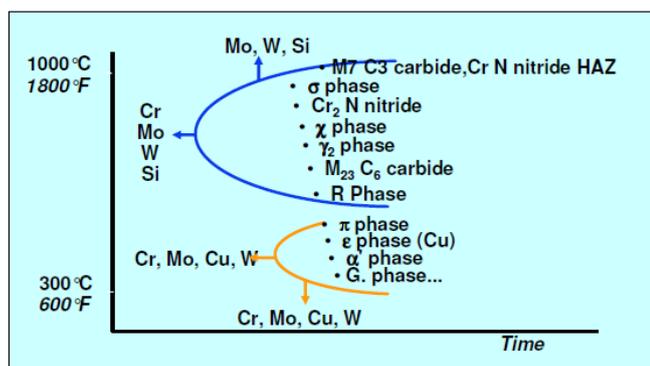


Figura 3.5: Precipitação de fases típicas que podem ocorrer em aços inoxidáveis duplex. ^[18]

Fase sigma (σ)

Fase frágil mais comumente observada, sua composição típica é $60\text{Fe}30\text{Cr}7\text{Mo}3\text{Ni}$ ^[18]. Possui elevada dureza (900 a 100 Vickers), causando fragilidade devido à dificuldade de gerar discordâncias móveis e pode causar a redução na tenacidade do material. A faixa de temperatura de precipitação da fase sigma depende da composição química da liga ficando geralmente entre 600 a 1000°C. ^[19]

Sabe-se que adições de tungstênio estabilizam a fase sigma a altas temperaturas. Para os aços S32304 (*lean*), a precipitação da fase sigma precisa de maior tempo de permanência, ou seja, quase 10 horas. ^[20]

Na faixa de temperatura de formação da fase sigma, a ferrita é termodinamicamente metaestável. A ferrita também possui um teor mais elevado de elementos formadores de fase sigma (Cr e Mo). Desta forma, a precipitação da fase sigma se dá principalmente pela decomposição da ferrita. ^[19]

Nitretos de cromo(Cr_2N e CrN)

O nitrogênio é adicionado no duplex para estabilizar a austenita. A solubilidade do nitrogênio é maior na austenita do que na ferrita. Quando o material é submetido a temperaturas elevadas, cerca de 1040°C, a fração volumétrica da ferrita aumenta, assim como a solubilidade do nitrogênio nesta fase. Porém no resfriamento rápido subsequente, o nitrogênio supersaturado na ferrita não consegue escapar para a austenita, levando a uma precipitação intragranular de Cr_2N em forma de agulhas. ^[11]

No processo de soldagem, tal precipitação pode ocorrer na ZAC (zona afetada pelo calor), devendo ser evitado, pois a presença de Cr_2N reduz a resistência à corrosão por pites, enquanto a presença de CrN parece não prejudicar as propriedades mecânicas dos aços. ^[11]

A figura 3.6 mostra a influência da temperatura e taxa de resfriamento no processo de fabricação e soldagem dos aços inoxidáveis duplex.

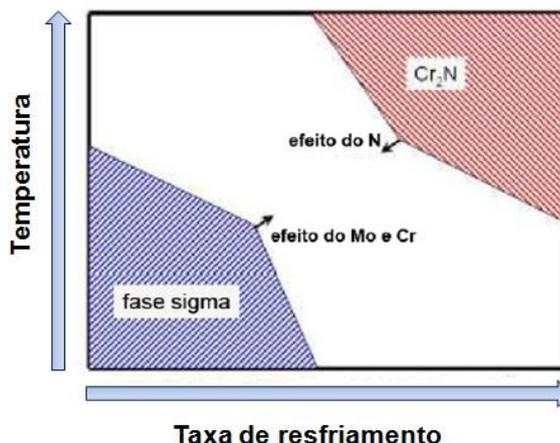


Figura 3.6:: Diagrama esquemático que mostra a precipitação da fase σ e Cr_2N .^[22]

Fase chi (χ)

A fase chi forma na mesma temperatura da fase sigma, embora em menor quantidade. Nucleia principalmente nas interfaces da ferrita/austenita. Após longos períodos de envelhecimento a fase chi se torna um ponto de nucleação para a fase sigma.^[21]

Austenita secundária (γ_2)

A austenita primária é formada a 1300°C após solidificação da ferrita. Já a austenita secundária pode formar a temperaturas mais baixas, de aproximadamente 650°, após formação da estrutura bifásica. Pode formar de maneira relativamente rápida, por diferentes mecanismos dependendo da temperatura sendo: por transformação adifusional (abaixo de 650°C), como precipitados de Widmannstatten (650 – 800°C) ou por reação eutetóide $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ (700 – 900°C). A austenita secundária se torna rica em Ni e rejeita o Cr e Mo que vão contribuir para a formação da fase σ .^[21]

Fase α'

Transformação em uma dada faixa de composição espinoidal da ferrita, ou seja, separação da ferrita em teores baixo e alto de cromo em uma escala muito pequena. Essa transformação é conhecida como fragilização a 475°C (acontece principalmente entre 280 a 475°C), observando também endurecimento subsequente e fragilização da ferrita.^[21]

3.1.4 - Aço Inoxidável Duplex UNS S31803

Segundo Koussy et al.^[22], os AID S31803 também conhecidos como 2205 possuem um limite de escoamento superior aos dos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, bem como uma boa resistência a corrosão sob tensão e por pites. Aplicações para este tipo de aço incluem, indústrias químicas, petroquímicas, tubos, tanques, trocadores de calor e sistemas de tratamentos de gases de combustão.

Os aços inoxidáveis duplex convencionais como classifica Jimenez e seus colaboradores^[5] são capazes de formar a fase sigma quando expostos a uma temperatura que pode variar de 450 a 900°C. A temperatura que pode formar a fase sigma também vai variar com a composição química do aço, deformação plástica e um prévio histórico térmico.

A faixa de composição química deste aço está descrita na tabela 3.1.

Tabela 3.1: Faixa de composição química do aço UNS S31803 baseado na norma ASTM A-240.^[23]

Aço	C (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N (ppm)	Mn (%)	Cu (%)	Si (%)	S (ppm)	P (ppm)
S31803	0,03	22 23	4,5 6,5	2,5 3,5	800 2000	Máx 2,0	-	Máx 1,0	Máx 200	Máx 300

3.1.5 - Aço Inoxidável Duplex UNS S32304

O aço UNS S32304 conhecido como *lean* duplex torna-se cada vez mais utilizado em substituição aos aços austeníticos tradicionais da série 300 (AISI 304 e 316) e também aos aços carbono em aplicações onde o custo de manutenção é significativo.^[16]

Uma maneira de diminuir o custo do AID S32304 é reduzindo o teor dos elementos de ligas como o molibdênio e níquel. A redução destes elementos pode ser compensada pelo aumento dos componentes de manganês e nitrogênio para manter uma estrutura de duplex balanceada.^[24] A faixa de composição química destes elementos está descrita na tabela 3.2

De acordo com Baldo et al. ^[24] as aplicações dos aços inoxidáveis duplex tornaram-se continuamente mais variadas, principalmente por sua excelente resistência à corrosão em ambientes agressivos como: indústrias marítima, químicas, petróleo e gás. Por apresentar uma resistência mecânica cerca do dobro dos aços inoxidáveis austeníticos, também são interessantes para aplicações em produtos longos em construções, componentes estruturais, veículos de transporte, etc.

Tabela 3.2: Faixa de composição química do aço UNS S32304 baseado na norma ASTM A-240 (% mássica). ^[23]

Aço	C (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N (ppm)	Mn (%)	Cu (%)	Si (%)	S (ppm)	P (ppm)
S32304	Máx 0,03	21,5 24,5	3,0 5,5	0,05 0,6	500 2000	Máx 2,5	0,05 0,6	Máx 1,0	Máx 300	Máx 400

3.2 Comportamento mecânico dos aços inoxidáveis duplex

As propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex estão relacionadas ao comportamento de deformação das fases austenítica e ferrítica. ^[9]

Os aços inoxidáveis duplex possuem boas propriedades mecânicas. A tabela 3.3 mostra os valores de limite de resistência (LR), limite de escoamento (LE) e alongamento (AL) estabelecidos pela norma ASTM A-240 e valores típicos de referência dos aços laminados a frio da empresa Aperam South América. A comparação é feita em relação aos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos.

Tabela 3.3: Propriedades mecânicas típicas de alguns AID, aços inoxidáveis austenítico (304L e 316L) e aços inoxidáveis ferrítico (409 e 430). [23,26]

Propriedades Mecânicas							
Aços Inoxidáveis	LR (Mpa) Referência Aperam	LR (Mpa) ASTM A-240	LE 0,2% (Mpa) Referência Aperam	LE 0,2% (Mpa) ASTM A-240	Alongamento 50mm(%) Referência Aperam	Alongamento 50mm(%) ASTM A-240	Microestrutua
S30403 (304L)	690	485	320	205	51	40	austenítica
S31603 (316L)	650	416	340	170	51	40	austenítica
S40910(409)	420	380	250	170	40	20	ferrítica
S43000 (430)	480	450	330	205	31	22	ferrítica
S32304 (2304)	740	600	560	400	30	25	duplex
S31803 (2205)	840	620	660	450	27	25	duplex

De acordo com os valores relacionados acima, pode ser observado que o aço S31803 apresenta um limite de escoamento e resistência maior que o S32304, onde a principal razão para isso é que o aço S31803 apresenta maior quantidade de Mo e N conforme apresentado nas tabelas 3.1 e 3.2.

O raio atômico do Mo é maior do que o raio do solvente (Fe), causando uma distorção na rede cristalina, conhecido como um dos mecanismos de endurecimento por solução sólida substitucional. A figura 3.7 mostra o efeito da adição de átomos por solução sólida substitucional e intersticial no limite de escoamento. [27]

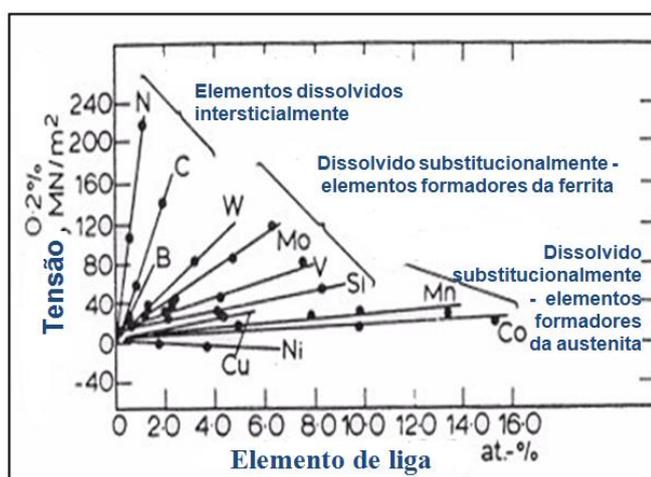


Figura 3.7: Efeito dos elementos de liga substitucionais e intersticiais no limite de escoamento. [27]

A tenacidade dos AID está associada à austenita. A presença de fases secundárias afeta sensivelmente a tenacidade.

3.3 Textura Cristalográfica

A presença de uma microestrutura refinada produz uma melhoria nas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex. Através de um processamento termomecânico adequado pode ser obtido um refinamento de grão. Tal processo pode ser laminação a quente ou a frio do material, onde esse processamento vai determinar também o desenvolvimento da textura cristalográfica.^[5]

Na maioria dos materiais policristalinos, há um padrão nas orientações que estão presentes e uma propensão para a ocorrência de certas orientações causada primeiramente durante a solidificação de um metal e posteriormente por processos termomecânicos.^[28]

Cada grão em um agregado policristalino possui orientação diferente dos seus vizinhos e quando as orientações estão concentradas ao redor de alguma orientação particular o mesmo possui orientação preferencial ou textura. Caso contrário, ou seja, as orientações estejam distribuídas aleatoriamente, o metal não possui textura.^[31]

Os materiais são chamados de cristalinos se os átomos, moléculas e íons estão empacotados em um padrão que se repete regularmente ordenados que se estende em três direções espaciais. A forma em que os planos atômicos em um cristal estão posicionados em relação a uma referencia física é denominada de orientação cristalográfica.^[29]

A grande maioria dos materiais policristalinos existentes tem grãos com tamanho médio na faixa de 10 μm a 1 mm. Os materiais trabalhados apresentam tamanhos de grão em uma faixa ainda mais estreita: 10 a 100 μm . Portanto, as peças e componentes policristalinos são constituídas de um grande número de grãos. Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente da dos

seus vizinhos. Isto significa que os planos e as direções cristalinas têm orientação espacial diferente de grão para grão. ^[30]

Em geral, diz-se que a textura é formada por componentes. Uma componente é representada por uma orientação cristalina ideal próxima da qual as orientações de um razoável volume do material (número de grãos) se agrupam. ^[30] A figura 3.8 apresenta um esboço do material sem textura (3.8a) e do material com textura (3.8b).

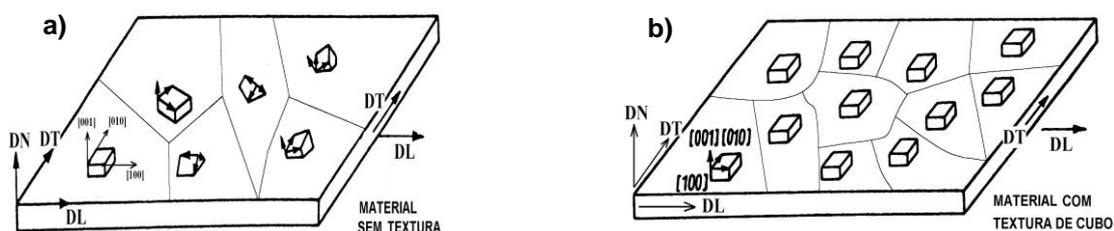


Figura 3.8: a) Material com orientação dos cristais ao acaso (sem textura), b) material com textura de cubo. ^[17]

No caso de tratar-se de uma chapa laminada, uma componente é representada pelo plano cristalino $\{hkl\}$ paralelo ao plano da chapa (DN) e pela direção $\langle uvw \rangle$, pertencente ao plano $\{hkl\}$, paralela à direção de laminação (DL). Isto fixa a posição do cristal em relação aos eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal) da chapa. ^[30] A figura 3.9 ilustra a relação entre a amostra de cristal e dos eixos para a orientação GOSS (110)[001].

A orientação preferencial pode ser introduzida no material por diversos modos: por solidificação direcional (gradientes de temperatura durante a solidificação), por deformação plástica, pela recristalização e pela transformação de fases. Ela pode ser eventual ou produzida intencionalmente. ^[30]

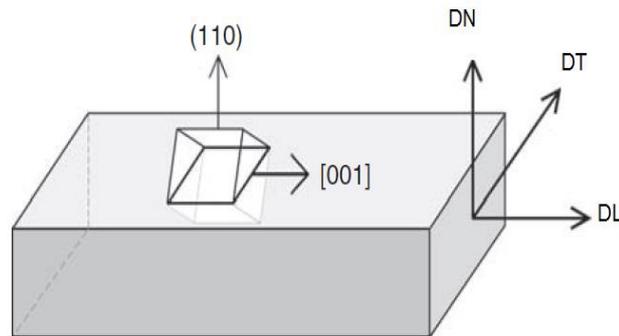


Figura 3.9: Ilustração esquemática da relação entre a amostra de cristal e dos eixos para a orientação Goss (110) [001]. A normal (110) é paralela ao DN e [001] é paralelo ao eixo DL.^[28]

Segundo Engler e Randle ^[28] a importância da textura nos materiais encontra-se no fato de que muitas propriedades dependem de uma textura específica. Módulo de Young, coeficiente de Poisson, resistência, ductilidade, tenacidade, permeabilidade magnética e condutividade elétrica são alguns exemplos de propriedades que dependem da textura de um material.

3.3.1 - Representação de Textura Cristalográfica

O estudo da cristalografia dos metais é realizado através da técnica de difração de elétrons retroespalhados via EBSD (*Electron Back Scatter Diffraction*) acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Essa técnica permite que, milhares de grãos possam ser analisados simultaneamente determinando a orientação individual de cada grão. Quando o feixe de elétrons incide sobre uma amostra sólida cristalina ocorrem vários eventos, tais como emissão de elétrons secundários e de elétrons Auger, retroespalhamento, absorção e transmissão de elétrons, emissão de raios x e de luz. Todos esses eventos mencionados podem ser utilizados para obter informações sobre a amostra. ^[31]

Uma descrição mais completa da textura deve incluir informação sobre a distribuição das orientações dos cristais dadas, como vimos, por um plano e uma direção: $\{hkl\}$ $\langle uvw \rangle$. Isto pode ser obtido com auxílio da Função de Distribuição de Orientações

Cristalinas (FDOC). A FDOC especifica a frequência de ocorrência de (ou probabilidade de encontrar) determinadas orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ em uma amostra do material. Esta probabilidade em uma amostra sem textura é igual a 1. Uma intensidade 2 em uma orientação, por exemplo, diz que esta orientação é duas vezes mais provável de estar presente na amostra do que a aleatoriedade. Na FDOC, a orientação de um cristal é definida segundo ângulos, denominados ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas, que aplicadas aos eixos [100], [010] e [001] da célula cristalina, que tornam os mesmos coincidentes com os eixos DL, DT e DN da chapa laminada, ou seja, relacionam os eixos macroscópicos do material com os eixos da célula do cristal. A notação mais usada para os ângulos de Euler foi proposta por Bunge, utilizando os ângulos ϕ_1 , ϕ e ϕ_2 .^[30]

A figura 3.10 mostra o posicionamento tridimensional de algumas orientações importantes para materiais cúbicos de corpo centrado (CCC) e cúbicos de face centrada (CFC).^[30]

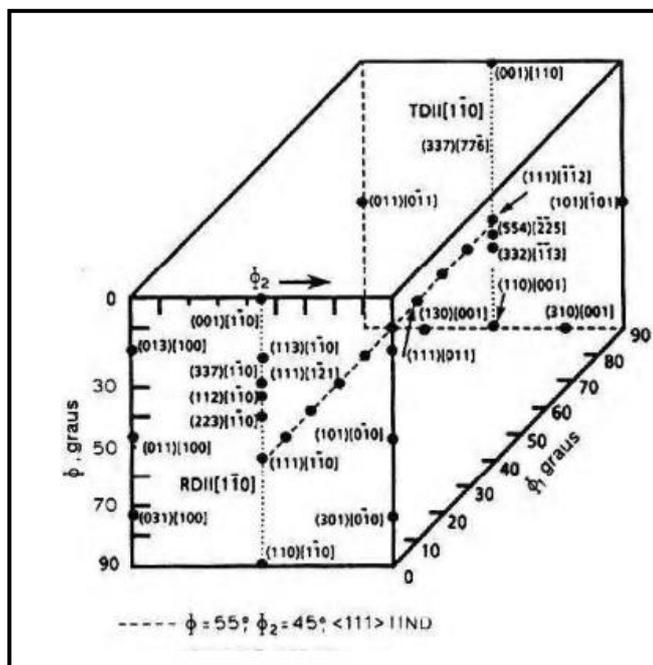


Figura 3.10: Visão tridimensional no espaço de Euler de posições de algumas orientações ideais importantes.^[30]

A figura 3.11 mostra as regiões chamadas de “fibras”. A fibra DL é formada pelas orientações do tipo $(hkl)[110]$, ou seja, têm a direção $[110]$ paralela à direção DL conhecida como fibra α . A fibra DN contém as orientações $(111)[uvw]$, ou seja, aquelas com o plano (111) paralelo ao plano da chapa chamada de fibra γ .^[30]

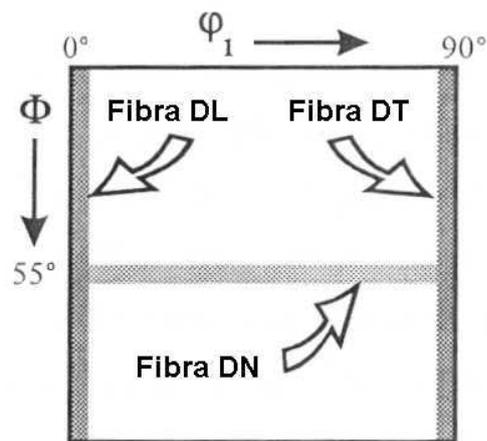


Figura 3.11: Representação das fibras DL,DT e DN para $\varphi_2=45^\circ$.^[30]

É comum representar a textura dos aços usando apenas a seção de $\varphi_2=45^\circ$. As notações de Bunge é uma forma de representação de textura bastante útil quando se analisa a textura de diferentes amostras. Na figura 3.12 podem ser encontradas as principais notações de Bunge (variando de $\varphi_2=0^\circ$ até $\varphi_2=90^\circ$) que foram utilizadas neste trabalho para a devida localização de componentes de textura cristalográfica presentes nas fases austenítica e ferrítica.^[30]

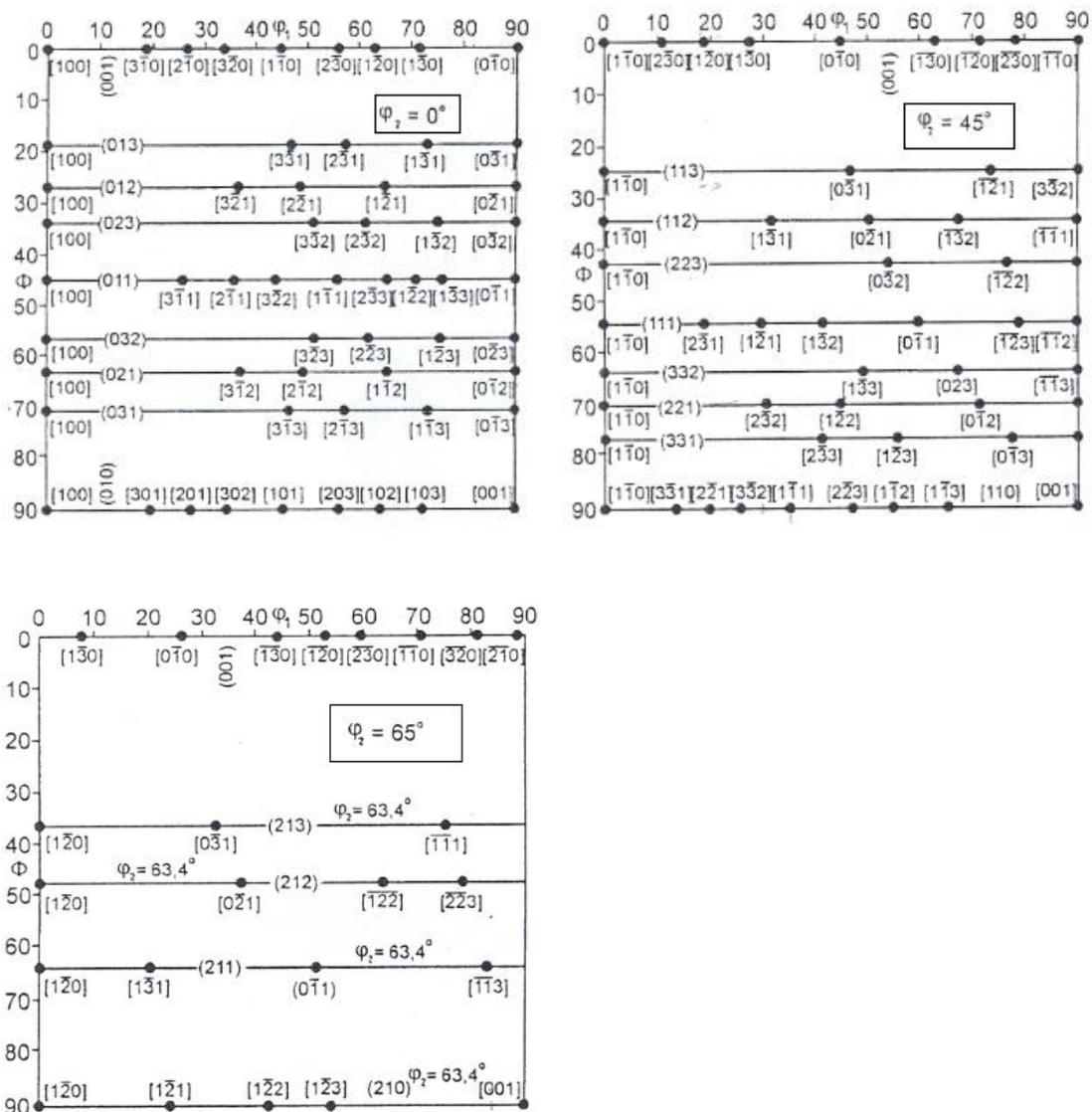


Figura 3.12: Notações de Bunge para ODF a) $\phi_2=0^\circ$, b) $\phi_2=45^\circ$ e c) $\phi_2=65^\circ$.^[28]

3.3.2 - Textura de Deformação Plástica

Segundo Padilha e Siciliano Jr.^[31], no processo da conformação mecânica de materiais metálicos, a deformação plástica ocorre principalmente por deslizamentos de determinados planos cristalinos. Neste processo, o reticulado cristalino sofre rotação por dois mecanismos clássicos: escorregamento e maclação. Através destes mecanismos as orientações mais favoráveis vão estabelecer a chamada textura de deformação.

Durante a deformação plástica, macroscopicamente os grãos maiores subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos, por exemplo pela rotação do cristal e formação de bandas de deformação e de cisalhamento.^[34]

De acordo com Koussy et. al ^[22], com o início do processo de deformação a partir de um material sem textura definida, somente nota-se a presença de textura de deformação quando se atinge reduções de 30% ou mais. O processo se completa somente com elevadas reduções, em torno de 90%. Caso exista uma textura inicial que é próxima daquela que se pretende obter, pode-se atingir essa última com intensidades de deformação menores.

Os mecanismos de deformação vão depender fundamentalmente da EFE (energia de falha de empilhamento), da taxa e da temperatura de deformação. Em metais com estrutura cúbica de face centrada (CFC) que possuem EFE menor que $25/m.Jm^{-2}$, o mecanismo de deformação predominante é por maclação, visto que, em metais com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) o mecanismo de deformação por maclação é favorecido quando os materiais são deformados em baixas temperaturas e sob altas taxas de deformação. Quando a deformação nos metais aumenta o mecanismo de escorregamento é dificultado pela anisotropia do reticulado, onde o mecanismo de maclação passa a ser o mecanismo de deformação predominante.^[34]

Nos metais com média a alta EFE a deformação por maclação não é observada, acontecendo neste caso por escorregamento de discordâncias. Em metais com baixa EFE a dificuldade do escorregamento cruzado reduz a habilidade do material para acomodar a deformação imposta somente por escorregamento, ocorrendo à deformação por maclação e formação de bandas de cisalhamento que podem alterar a evolução da textura de deformação.^[28]

As texturas de laminação a frio de materiais metálicos com estrutura CFC, por exemplo, apresentam suas componentes ao longo de um tubo contínuo apresentado na figura 3.13, que se estende da orientação Cobre (Cu), passando por S até Latão (Bs) e de Latão até Goss.^[28]

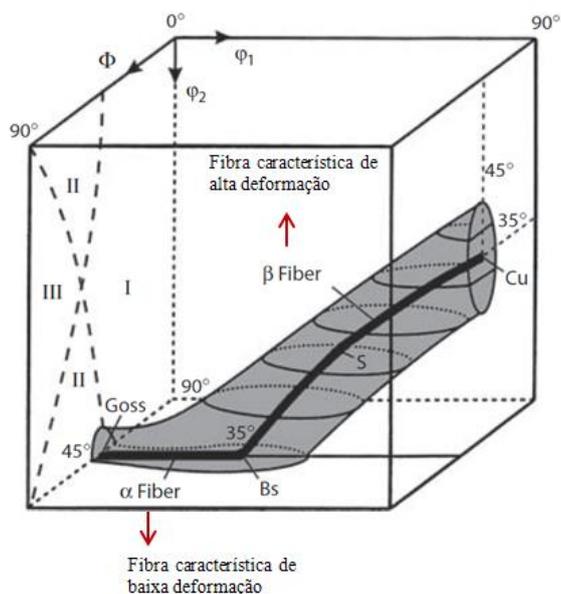


Figura 3.13: Esboço da posição das fibras α e β no espaço de Euler. Adaptado de Engler e Rangle. ^[28]

Nos metais CFC as fibras de orientação mais importantes são as de α e β . Para baixas deformações observa-se a fibra α $\langle 011 \rangle // DN$ vai de Goss até Latão. Para altas deformações prevalece a fibra β vai do Cu (cobre) – S até Latão. ^[28]

Segundo Engler e Randle ^[28] nos materiais metálicos com estrutura CFC, a localização da fibra β não é fixo no espaço de Euler. A relação destas fibras aos ângulos de Euler estão apresentadas na figura 3.14. A fibra β conecta os máximos de intensidade ao longo das seções da ODF. Além da distribuição de intensidade ao longo da fibra β , alguns detalhes sobre a posição da fibra no espaço de Euler podem fornecer também informações sobre os mecanismos de deformação.

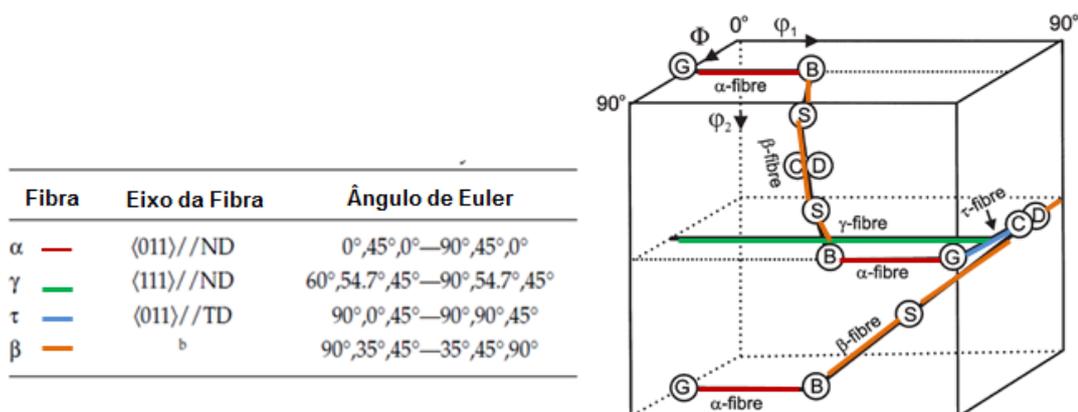


Figura 3.14: Fibras características para os metais e ligas CFC. Adaptado de Engler e Randle. ^[28]

Algumas componentes típicas do tubo de orientações da textura de deformação dos materiais CFC recebem nomes próprios como mostra a tabela 3.4.

Tabela 3.4: Orientações pertencentes aos materiais CFC. Adaptado ^[28]

Componente	$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	ϕ_1	Φ	ϕ_2
Cubo	001	100	0°	0°	0°
Cubo Girado	001	110	45°	0°	0°
Cubo Rodado W_{RD}	025	100	0°	22°	0°
Cobre (C)	112	11-1	90°	35°	45°
Latão (B)	011	21-1	35°	45°	0°
S	123	63-4	59°	34°	65°
Dillamore (D)	4 4 11	11 11 8	90°	$27,2^\circ$	45°
Dillamore (CT)	552	115	90°	$74,4^\circ$	45°
Goss Girado	011	011	0°	90°	45°
Goss	011	100	0°	45°	0°

Segundo Engler e Randle ^[28] a adição de elementos de liga, além de alterar a EFE, pode resultar na formação de partículas de segunda fase e precipitados. Em função do tamanho das partículas e fração volumétrica, a interação entre deslocamentos e partículas pode afetar o comportamento na deformação e a intensidade ao longo da fibra β . Outros parâmetros, como tamanho de grão inicial e temperatura de deformação também afetam a distribuição de intensidades ao longo das fibras embora de forma menos dramática que a composição química.

Segundo Humphreys e Hatherly ^[35], a textura de laminação de um cobre puro consiste basicamente das componentes de maior intensidade com orientações $\{123\}\langle 634 \rangle$ (S) e $\{112\}\langle 111 \rangle$ (Cobre) e de menor intensidade $\{110\}\langle 112 \rangle$ (Latão). Nos metais de alta liga e baixa energia de falha de empilhamento tais como o α -Latão a componente Latão $\{110\}\langle 112 \rangle$ é mais predominante e adicionalmente uma componente de menor intensidade Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$.

Já a textura cristalográfica dos materiais metálicos CCC laminados a frio se caracteriza por apresentar suas orientações principais localizadas em duas fibras parciais: $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ tem a direção paralela (DL) e $\{111\}\langle uvw \rangle$ tem o plano paralelo ao plano da chapa (DN). As fibras DL e DN são mais bem observadas na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$. Esta seção será usada doravante para a análise das texturas por conter todas as orientações de interesse. ^[36] Estas fibras presentes nos materiais CCC estão representadas na figura 3.15.

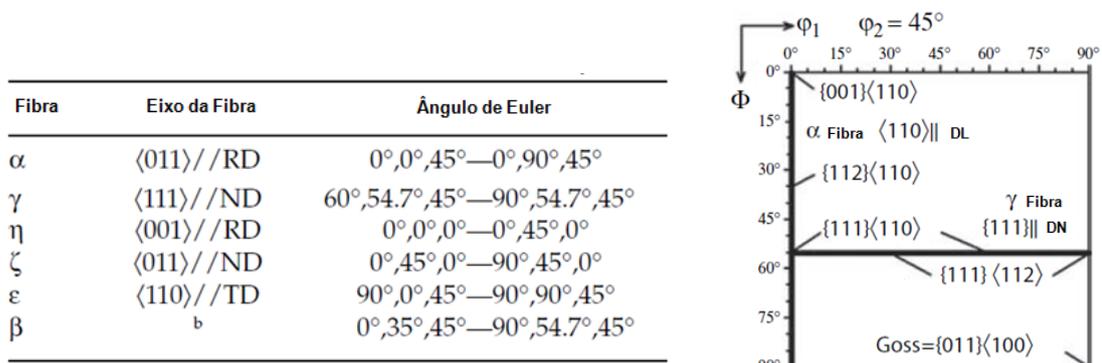


Figura 3.15: Fibras características para os metais e ligas CCC e representação das suas principais orientações na seção $\varphi_2=45^\circ$. ^[28]

Na figura 3.16 pode ser observado uma ODF de seção $\varphi_2=45^\circ$ para um aço IF (*intersticial-free*) laminado a frio. Pode-se ver que as principais componentes se encontram em duas bandas de deformação. A banda vertical representa uma textura de fibra $\langle 110 \rangle // DL$ que vai de $(001)[1-10]$ a aproximadamente $(111)[1-10]$ com o ângulo variando de 0° a 55° . Esta fibra que inclui as componentes $\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{211\}\langle 011 \rangle$ e $\{111\}\langle 011 \rangle$ é usualmente conhecida como fibra alfa (α). A banda horizontal aparece em um ângulo de $\varphi = 55^\circ$ e ao longo de φ_1 . Esta fibra pode ser descrita como fibra gama (γ) ou fibra $\langle 111 \rangle // DN$. A tabela 3.5 dá os índices de Miller e ângulos de Euler das principais componentes da textura de laminação. [28]

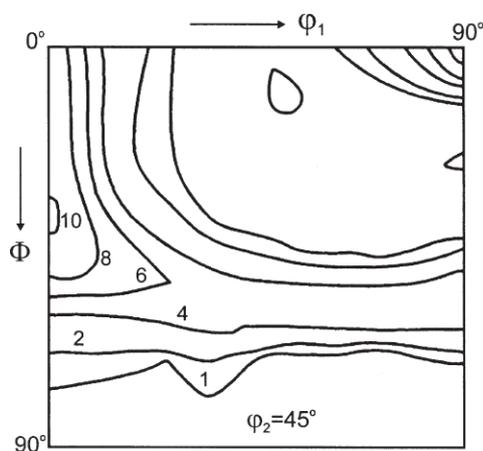


Figura 3.16: Seção $\varphi_2=45^\circ$ da ODF de um aço IF laminado a frio. [28]

Tabela 3.5: Orientações pertencentes aos materiais CCC [35]

$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	φ_1	Φ	φ_2
001	110	45	0	0
211	011	51	66	63
111	011	60	55	45
111	112	90	55	45
11,11,8	4,4,11	90	63	45
110	110	0	90	45

Experimentos realizados em aços inoxidáveis duplex na condição de laminado a frio foram observados : a fase austenítica mostrou-se constituída principalmente da

orientação de Latão $\{110\}\langle 112\rangle$ e com menor intensidade a componente Goss $\{011\}\langle 110\rangle$. Já na fase ferrítica relatou-se uma textura mais forte presente nas componentes pertencentes a fibra α e fibra γ apresentou-se componentes de intensidade fraca. [37],[38]

Zaid e Bhattacharjee [39], em seus experimentos realizados em aço inoxidável duplex por laminação cruzada e recozimento observaram que a evolução das texturas de deformação e recozimento nas duas fases austenítica e ferrítica tem comportamento correspondente aos monofásicos, ou seja, uma fase não influencia a outra.

3.3.3 - Textura de Recristalização

De acordo com Padilha e Siciliano Jr [31] quando o material deformado é recozido pode ocorrer recuperação e/ou recristalização, dependendo do tempo e principalmente da temperatura de recozimento. Recozimento em temperaturas mais baixas causa apenas recuperação e pequena ou nenhuma alteração na textura, já o recozimento em altas temperaturas causa frequentemente a recristalização e o aparecimento de uma nova textura.

A recristalização pode ser definida como a eliminação de defeitos cristalinos através da migração de contornos de alto ângulo. O principal potencial termodinâmico para que a recristalização ocorra é a energia armazenada na deformação. Quando há a formação de uma região livre de defeitos circundada por uma com contornos de alto ângulo, a recristalização prossegue pelo crescimento desse núcleo sobre a matriz encruada. [40]

O recozimento em temperaturas mais elevadas causa frequentemente recristalização. A ocorrência de recristalização pode gerar orientações cristalográficas preferenciais completamente diferentes daquela gerada pela deformação. Na realidade, a recristalização pode tanto levar a ausência de textura, como desenvolver componentes de textura extremamente intensas ou, simplesmente, não alterar a textura de deformação. [40]

Os aços inoxidáveis duplex são materiais interessantes no que diz respeito a sua recristalização já que possuem microestrutura de grãos ferríticos e austeníticos. A microestrutura ferrítica se forma durante a solidificação. A transformação parcial para a austenita ocorre durante o resfriamento, onde esta fase nucleia na matriz ferrítica. ^[41]

A fase ferrítica, CCC, possui sistemas de deslizamento e maior energia de falha de empilhamento enquanto a fase austenítica possui menos sistemas de deslizamento e menor energia de falha de empilhamento. ^[42]

O endurecimento por deformação e a força motriz para a recristalização da austenita são maiores do que para a ferrita, devido a menor energia de falha de empilhamento. Além disso, o processo de recristalização é difusional, e a difusão no caso da ferrita é mais rápida do que na austenita. Várias precipitações podem ocorrer durante o processo de recristalização, dependendo da faixa de temperatura utilizada, sendo a mais importante a da fase sigma. ^[41]

Reick, Pöhl e Padilha ^[42] mediram a densidade de deslocações em um tipo de aço inoxidável duplex comercial após 20% de deformação, apresentando valores de densidades de deslocações para ($1/\text{cm}^2$), sendo para a austenita $5,77 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ e para ferrita $2,32 \times 10^{11}$. Pode ser observado que na austenita há maior força motriz para a recristalização.

A variedade de textura de recristalização em metais e ligas de CFC é muito mais ampla e mais complexa em relação à textura de deformação, e em muitos casos, a origem das texturas é ainda uma questão em debate. ^[35]

Segundo Humphreys e Hatherly, ^[35] a textura de recristalização para materiais CFC muda drasticamente e têm sido estabelecidos vários pontos de como os elementos de liga podem afetar potencialmente a textura de recristalização. As mudanças da textura durante a recristalização são interpretadas em relação a dois termos a nucleação orientada e o crescimento orientado.

Na nucleação orientada presume-se que a formação de orientações especiais determina a textura final de recristalização. No caso de crescimento orientado pode-se dizer que aqueles núcleos com melhor condição de crescimento com relação a matriz deformada crescem mais rápido, denominando a textura de recristalização. [28]

No caso do Cobre com reduções maiores e outros metais e ligas CFC com energia de falha de empilhamento média e alta, a textura de recristalização consiste de uma forte textura de Cubo $\{001\}\langle 100\rangle$. No entanto, quantidades menores de elementos de liga por exemplo, Al 5%, Be 1%, Cd 0.2%, Mg 1.5%, Ni 4.2%, P 0.03%, Sb 0.3%, Sn 1%, Zn 4%, podem eliminar a textura de Cubo mais intensa.

A textura de recristalização para materiais CFC é extremamente dependente da textura de deformação que também é dependente da energia de falha de empilhamento. Para valores de energia de falha de empilhamento menores que 35 mJ.m^{-2} a componente $\{011\}\langle 211\rangle$ conhecida como textura de latão aparece com maior intensidade e a componente $\{011\}\langle 100\rangle$ com menor intensidade. Materiais com energia de falha de empilhamento maiores que 35 mJ.m^{-2} podem-se apresentar orientações preferenciais pela fibra α , que se inicia a partir da orientação de Goss para a orientação latão e também pela fibra β que parte da orientação de cobre $\{112\}\langle 111\rangle$ passando por S $\{123\}\langle 634\rangle$ e terminando em latão. [43]

Análise de textura de recristalização em aços cúbicos de corpo centrado é de grande importância industrial devido a correlação da textura que favorece propriedades como a formabilidade e a estampabilidade. As orientações dos grãos são caracterizadas ao longo das fibras alfa (α) e gama (γ). [28]

Hutchinson e Jonson [44] estudaram a textura de um aço inoxidável duplex UNS S31803 laminado a frio em diferentes níveis de redução, recozidas e temperadas. A textura da ferrita (CCC) consiste principalmente de uma fibra se estendendo de $(100) [011]$ até $(211) [011]$. As componentes $(311) [232]$ e $(322) [241]$ não se estendem da mesma forma. Observaram também que na fase α havia uma total ausência de componentes $(111)[uvw]$, observada em outros materiais na mesma condição.

Segundo Bresciani Filho *et al* ^[33], a textura de recristalização depende do tipo e da intensidade da deformação plástica, do grau de pureza, da composição química dos metais, da estrutura cristalográfica dos metais e das condições de tratamento térmico de recozimento. ^[33]

CAPÍTULO 4. METODOLOGIA

4.1 Materiais

Os aços estudados neste trabalho são: aço inoxidável duplex UNS S32304 (*lean duplex*) e UNS S31803 (duplex padrão) produzidos industrialmente pela Aperam South América até a etapa de laminação a quente e recozimento. A amostragem foi realizada após as etapas de laminação a quente e recozida, laminação a frio e recozimento final.

A espessura nominal das bobinas laminadas a quente e recozida (BQ) dos aços S32304 e S31803 foram de 4,08 mm e 4,26 mm respectivamente e da bobina laminada a frio encruada (BFE) e recozida (BFR) é de 1,53 mm. A tabela 4.1 apresenta a composição química dos AID S32304 e S31803.

Tabela 4.1: Composição química dos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803 (% em peso)

Aço	C(%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N(ppm)	Mn (%)	Cu (%)	Si (%)	S(ppm)	P(ppm)
UNS S32304	0,011	22,87	4,20	0,275	1193	1,45	0,453	0,2013	4	215
UNS S31803	0,013	22,44	5,31	2,628	1534	1,80	0,241	0,3815	5	294

A principal diferença na composição química nestes aços inoxidáveis duplex é o teor de Mo. O aço duplex padrão (S31803) possui em sua composição 2,628% de Mo, enquanto que o *lean duplex* (S32304) possui 0,275%. Há também um menor teor de nitrogênio, manganês e níquel no S32304.

4.2 Métodos

4.2.1 - Laminação a frio

Com o propósito de avaliar a influência da deformação plástica na evolução microestrutural, na textura cristalográfica e propriedades mecânicas, amostras laminadas a quente e recozida (BQ) foram laminadas a frio até atingirem espessura final de 1,53mm.

A laminação a frio foi realizada em um laminador piloto, modelo 4.085, do fabricante FENN, disponível no laboratório da Aperam South América. As tabelas 4.2 e 4.3 apresentam os planos de passe realizados na laminação a frio.

Tabela 4.2: Plano de passe da laminação a frio do aço inoxidável duplex S32304.

Passe	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Deformação acumulada (%)
1	4,08	3,33	18
2	3,33	2,78	32
3	2,78	2,35	42
4	2,35	2,03	50
5	2,03	1,75	57
6	1,75	1,53	62

**Amostras foram retiradas do 1º, 4º e 6º passe.*

Tabela 4.3: Plano de passes da laminação a frio do aço inoxidável duplex S31803.

Passe	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Deformação acumulada (%)
1	4,26	3,38	21
2	3,38	2,84	33
3	2,84	2,40	44
4	2,40	2,04	52
5	2,04	1,76	58
6	1,76	1,53	64

**Amostras foram retiradas do 1º, 4º e 6º passe.*

De acordo com o fluxograma apresentado na figura 4.1, as amostras foram retiradas após o primeiro, o quarto e o sexto passes apresentando diferentes níveis de redução a frio.

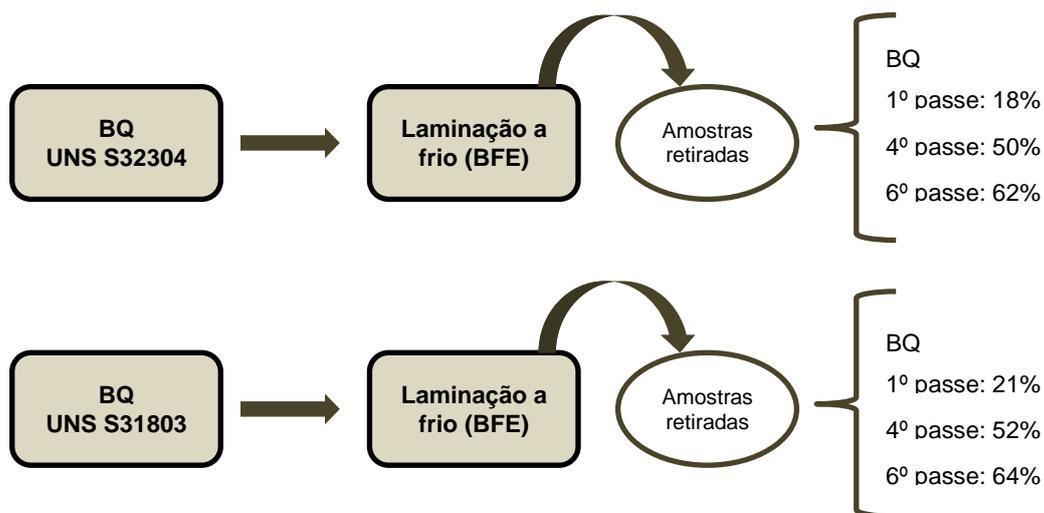


Figura 4.1: Fluxograma das etapas de retirada das amostras na laminação a frio dos AID S32304 e S31803.

4.2.2 - Reozimento

O tratamento térmico de recozimento tem como finalidade: dissolver qualquer fase deletéria formada na laminação a quente e ajustar as proporções das fases ferrita e austenita o mais próximo possível de 50/50% em ambos os aços S31803 e S32304.^[46]

O recozimento foi realizado nas amostras laminadas a frio que foram retiradas do último passe da BFE com espessura de 1,53mm. O tempo de encharque no tratamento térmico de recozimento é de 20 segundos e a temperatura entre 1050 e 1070°C.

Para realização do tratamento térmico de recozimento foi utilizado forno estacionário do tipo mufla, modelo Combustol, do Laboratório de Tratamentos Térmicos da empresa Aperam, e no meio das amostras foi acoplado um termopar para controle da temperatura, figura 4.2.



Figura 4.2: Amostra com termopar acoplado.

As amostras foram colocadas no forno até atingir a temperatura de encharque de 1055°C , sendo 20 segundos o tempo de encharque. A figura 4.3 apresenta as curvas de aquecimento dos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803.

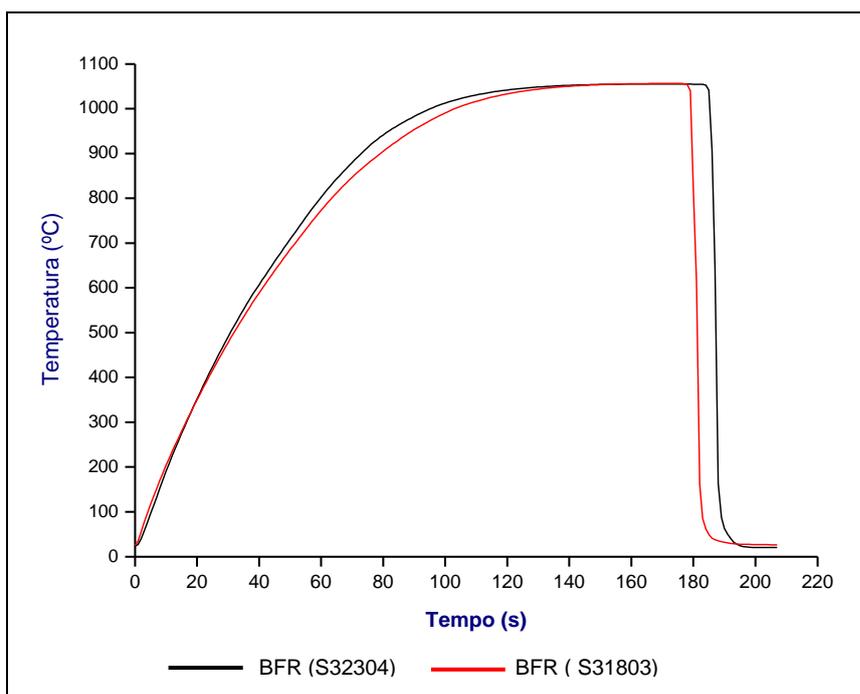


Figura 4.3: Curvas de aquecimento dos AID S32304 e S31803.

Após os 20 segundos de encharque, as amostras foram retiradas do forno com temperatura de 1055°C e em seguida resfriadas bruscamente com água e gelo. Pode

ser observado na figura 4.4, que após o tratamento térmico de recozimento as amostras apresentaram abaulamento ao longo do seu comprimento.

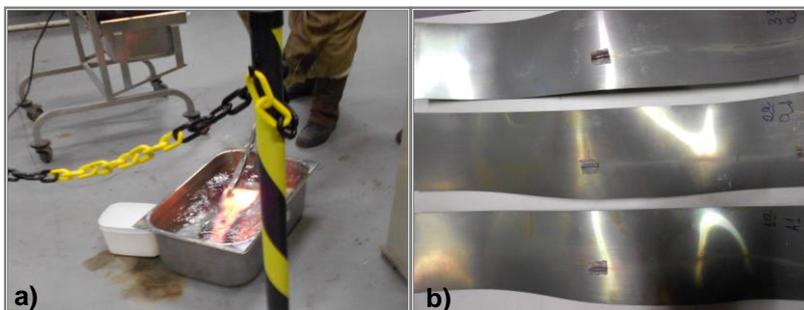


Figura 4.4: Tratamento térmico de recozimento: a) amostra resfriada com água e gelo; amostras recozidas a 1055°C com 20 s de encharque.

4.2.3 - Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas nas amostras laminadas a quente e recozida (BQ), laminadas a frio e encruada (BFE) e recozidas (BFR) foram determinadas por ensaios de tração e dureza nos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803.

a) Ensaio de Dureza

O ensaio de dureza foi realizado nas amostras conforme a norma ASTM E384 em um durômetro universal Wolpert, modelo Testor 930.

As medições foram executadas em 15 regiões diferentes de cada amostra e, posteriormente, calculadas a média aritmética dos resultados e o desvio padrão.

b) Ensaio de Tração

A preparação das amostras de secção retangular para o ensaio de tração foi realizada conforme a norma ASTM E8M. As amostras foram retiradas na direção paralela de laminação. A figura 4.5 mostra a posição de retirada das amostras.

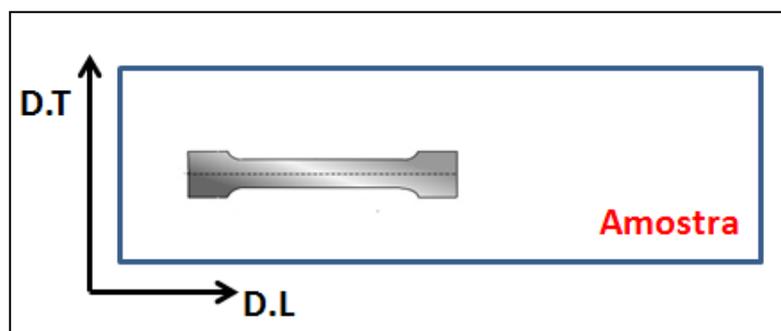


Figura 4.5: Posição da retirada das amostras para o ensaio de tração.

Para o ensaio de tração foram preparados três corpos-de-prova de secção retangular com comprimento de 300 mm e largura 50 mm. As dimensões estão representadas na figura 4.6. As amostras foram ensaiadas em uma máquina INSTRON modelo 5583, equipada com célula de carga de 15 t e equipada com vídeo extensômetro infravermelho e software Bluehill. Os ensaios de tração foram realizados no equipamento da empresa Aperam South America.

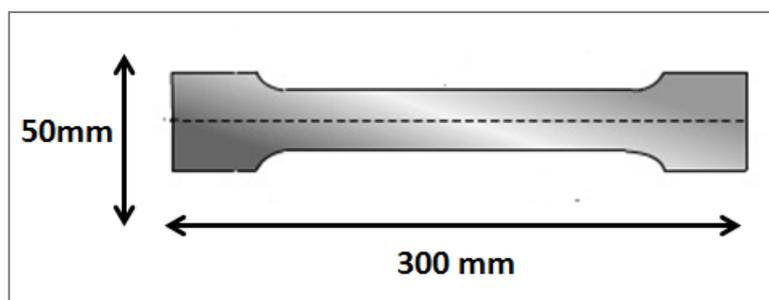


Figura 4.6:Corpo-de-prova para ensaio de tração.

4.2.4 - Caracterização microestrutural das amostras

A caracterização das amostras foi realizada por meio de microscopia ótica, técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – “*Electron Back Scatter Diffraction*”) acoplada a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), FEG - Quanta 200 FEI Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e teste de grade. A tabela 4.4 apresenta a relação do tipo de amostra e as técnicas utilizadas.

Tabela 4.4: Técnica de caracterização microestrutural.

Amostra	Técnica de Análise
BQ – bobina laminada a quente e recozida	Microscopia óptica Metalografia quantitativa (ASTM E562) MEV/EBSD convencional
Amostra retirada do primeiro passe da BFE	Microscopia óptica Metalografia quantitativa (ASTM E562) MEV/EBSD convencional
Amostra retirada do quarto e sexto passe da BFE	Microscopia óptica Metalografia quantitativa (ASTM E562) MEV/EBSD (alta resolução)
Amostras recozidas (BFR)	Microscopia óptica Metalografia quantitativa (ASTM E562) MEV/EBSD convencional

4.2.5 - Preparação das amostras

a) Microscopia óptica

A preparação das amostras seguiu as seguintes etapas: corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico. As amostras foram cortadas no sentido de laminação e embutidas a quente. Em seguida realizou-se a etapa de lixamento com lixas de grana de 120, 220, 320, 500 e 600 na lixadeira, da marca Struers Abramin-A, por aproximadamente 180 segundos para cada lixa.

Após o lixamento, as amostras foram polidas com agente polidor de diamante (DP-Spray P) nos tamanhos de 9 μ m, 3 μ m e 1 μ m na politriz da marca Struers Abramin-B durante 540 segundos para cada pano. Em seguida as amostras foram atacadas 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.) com o tempo de imersão de 5 segundos. E para finalizar as amostras foram lavadas com água, álcool e secadas com ar quente.

As micrografias foram feitas na seção longitudinal à direção de laminação ao longo da espessura.

Os equipamentos utilizados foram: Microscópio modelo DMRM do fabricante Leica, com capacidade de ampliação de 1000X, que pertence ao Laboratório de Metalografia (LabMet) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais e Microscópio LEICA DM RM com câmera integrada de CCD com resolução 640 x 480 pixels e o programa analisador utilizado foi o IAM 3001 do Laboratório do Centro de Pesquisa da empresa Aperam South America.

Através das imagens obtidas via microscopia óptica e com o auxílio do software Axiovision 4.8 espessura das camadas da fase austenítica e ferrítica foram medidas. Foram realizadas 50 medições para cada fase ao longo da espessura e calculado o desvio médio.

b) Metalografia Quantitativa

Com o propósito de quantificar o percentual de fases (δ/γ) presente nas amostras foi utilizado para a metalografia quantitativa o método de pontos que está de acordo com a norma ASTM E562. Para essa técnica foram utilizadas as amostras preparadas para a obtenção de imagens no microscópio óptico. De acordo com a norma, a grade utilizada foi de 24 pontos de forma circular (figura 4.7) sobreposta na imagem. A contagem de pontos foi realizada em 40 campos ao longo da espessura da amostra.

Para obtenção das imagens foi utilizado um microscópio ótico, marca Leitz Wetzlar acoplado a uma câmera e um monitor de vídeo, marca Philips, de forma a possibilitar o movimento da amostra no microscópio ótico e a obtenção de várias imagens de diversas regiões na câmera.

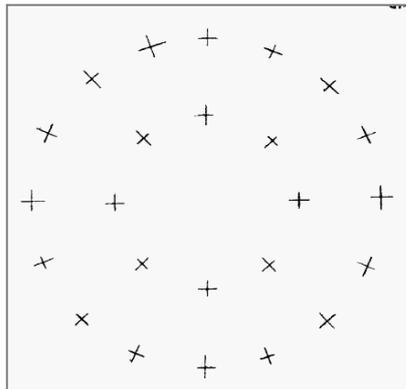


Figura 4.7: Grade circular para quantificação de fases.^[25]

Utilizando o programa Image Pro-Plus foi possível o registro e análise das imagens em várias ampliações sem a necessidade de reproduzi-las, facilitando a medição. O microscópio óptico e o programa Image Pro-Plus utilizada nesta técnica de caracterização se encontram no laboratório de microscopia óptica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais.

4.2.6 - Caracterização da microtextura

Para as amostras BQ, BFE (retiradas do primeiro passe) e recozidas (BFR), a caracterização da microtextura foi feita via equipamento Electron Backscatter Diffraction Analysis (EBSD) convencional, acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). O procedimento de preparação constitui das etapas para metalografia óptica citadas acima (lixamento e polimento), mais a etapa de polimento final com sílica coloidal no tempo de 90 minutos na politriz automática marca Minimet 1000B. Este polimento foi realizado com pano Op-Chem da Struers utilizando-se uma solução contendo 30 mL de sílica coloidal marca Allied 0,05 μm .

As amostras BFE (retiradas do quarto e sexto passes) foram analisadas via EBSD de alta resolução acoplado ao microscópio eletrônico de varredura. As amostras foram preparadas seguindo o mesmo procedimento para o MEV convencional citado acima. No entanto, os resultados das análises dos materiais deformados não estavam satisfatórios. Decidiu então na etapa de polimento mecânico final com sílica coloidal mudar alguns parâmetros a fim de melhorar a indexação durante a coleta dos dados.

Para o polimento mecânico final na sílica coloidal foi utilizado a Vibromet marca Buehler no tempo de 120 minutos do Centro de Microscopia da UFMG e a Minimet Struers no tempo de 90 minutos.

Os dados foram coletados na seção longitudinal no centro da espessura das amostras com aceleração do feixe de 20 KV, onde o passo variou de 0,09 a 0,5 μm e a fração de pontos indexados para cada amostra para o índice de confiança maior que 0,095. Os dados obtidos pela técnica de EBSD foram analisados no software OIM (Orientation Imaging Micrograph). Nas amostras laminadas a quente e recozidas (BQ) e nas amostras após tratamento térmico de recozimento (BFR) varreu-se uma área de 118x280 μm e nas amostras laminadas a frio (BFE) a área foi 35X100 μm . Todos os dados foram coletados na região central de cada amostra.

Com o propósito de identificar a formação da fase martensítica no AID S31803 a amostra com 64% de redução a frio foi submetida ao polimento eletrolítico com solução de 80 ml de água deslitalada, 550 ml de álcool etílico e 55 ml de ácido perclórico. O tempo de polimento foi de 12 s, fluxo da solução variou de 5 e 6, tensão de 30 e 60 voltz a fonte para ataque eletrolítico utilizada foi da marca Struers.

Equipamentos utilizados

- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) com filamento de Hexaboreto de Lantâneo (LaB6), marca Philips, modelo XL-30. As análises foram realizadas no Laboratório do Centro de Pesquisa da empresa Aperam.
- Microscópio Eletrônico de Varredura com filamento de Tungstênio (W), marca FEI, modelo Inspect S50. As análises foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais.
- Microscópio Eletrônico de Varredura de Alta Resolução com filamento de monocristal de tungstênio - FEG, modelo Quanta FEG 200 - FEI. As análises foram realizadas no Centro de Microscopia da UFMG.

CAPÍTULO 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Propriedades Mecânicas

O efeito da deformação plástica e tratamento térmico de recozimento nas propriedades mecânicas foram caracterizados em termos de dureza, limite de escoamento, limite de resistência e alongamento total.

5.1.1 - Ensaio de Dureza

A figura 5.1 apresenta o gráfico que relaciona a dureza Vickers das amostras laminada a quente e recozida (BQ), laminadas a frio (BFE) e recozidas (BFR) dos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803. O aço S31803 apresentou maior dureza em relação ao S32304 em todas as condições analisadas.

Segundo Dieter ^[47], a introdução de átomos em solução sólida, invariavelmente, produz uma liga mais forte que o metal puro. Se átomos de soluto tiverem tamanhos aproximadamente similares ao do solvente irão ocupar parte da rede cristalina do solvente sendo conhecida como solução sólida substitucional, caso os átomos sejam menores que os átomos de solvente eles irão ocupar as posições intersticiais na rede cristalina do solvente, onde, carbono, nitrogênio, oxigênio, hidrogênio e boro são elementos que formam a solução sólida intersticial.

O aumento da resistência pode ser explicado através dos mecanismos de endurecimento dos materiais metálicos que se baseiam no princípio de quanto maior a dificuldade imposta à movimentação das deslocações maior será a resistência do material. ^[47]

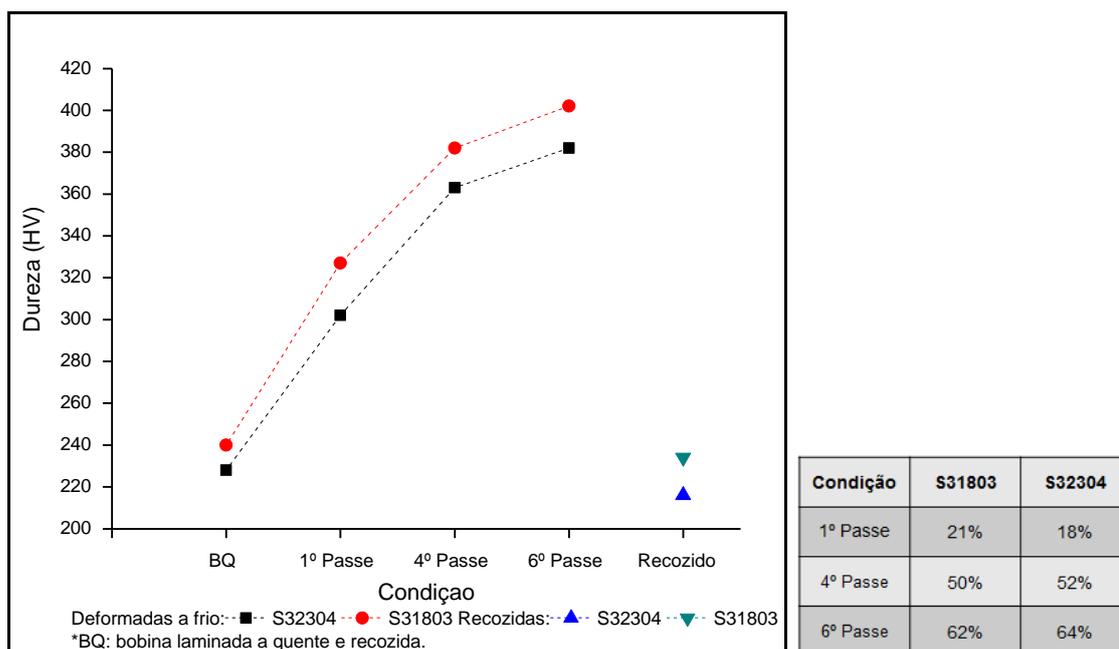


Figura 5.1: Dureza Vickers dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

A maior dureza do aço S31803 já era esperado devido ao efeito por solução sólida dos elementos de soluto como o Mo (elemento endurecedor da ferrita e da austenita) e N (elemento endurecedor da austenita) presentes em quantidade maior em relação ao aço S32304 o aumento das deslocações durante a deformação a frio. Segundo Viana ^[48] o aço S31803 teve sua dureza maior em relação ao S32304 devido ao efeito de endurecimento por solução sólida do molibdênio.

Conforme Viana ^[48] uma análise de tamanho de grão foi realizada em sua pesquisa utilizando a técnica via EBSD para estudar a possibilidade do tamanho de grão da ferrita e da austenita influenciarem na dureza dos AID. No aço S31803 os diâmetros médios dos grãos da δ e γ foram 6,5 e 5,84 μm , já no aço S32304 os diâmetros médios dos grãos da δ e γ foram 6,94 e 5,74 μm . De acordo com o resultado descartou-se a possibilidade do tamanho médio de grão atuar de maneira significativa nos valores da dureza. Essa mesma tendência foi observada nos resultados obtidos. Os resultados experimentais apresentaram uma boa concordância com o que foi relatado por Viana ^[48].

Pode ser observado também que à medida que aumenta o percentual de deformação a dureza do material também vai aumentando. No gráfico 5.1 pode ser observado um maior valor para a amostra deformada com 62 e 64%.

De fato, o encruamento por deformação plástica (laminação, trefilação etc.) é um dos mais importantes mecanismos de endurecimento dos metais. Quando um material cristalino é deformado plasticamente, torna-se mais resistente e uma tensão ainda maior é necessária para deformação adicional. ^[27]

Reick e seus colaboradores ^[42] realizaram ensaios de dureza Vickers em um aço inoxidável duplex comercial nas condições deformado a frio com 20% de redução na espessura e após tratamento térmico de recozimento. Na amostra deformada a dureza obtida foi de 352 HV enquanto na amostra recozida foi de 248 HV. Nos experimentos realizados foi medida também a densidade de deslocações ficando evidente a influência na dureza do material devido a maior quantidade de deslocações presentes no material deformado.

5.1.2 - Ensaio de tração

O efeito da deformação a frio e tratamento térmico de recozimento nas propriedades mecânicas foram caracterizadas após ensaio de tração em termos de limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e alongamento total (ΔT).

A figura 5.2 apresenta o limite de escoamento das amostras laminadas a quente e recozida BQ, BFE e BFR dos AID S32304 e S31803.

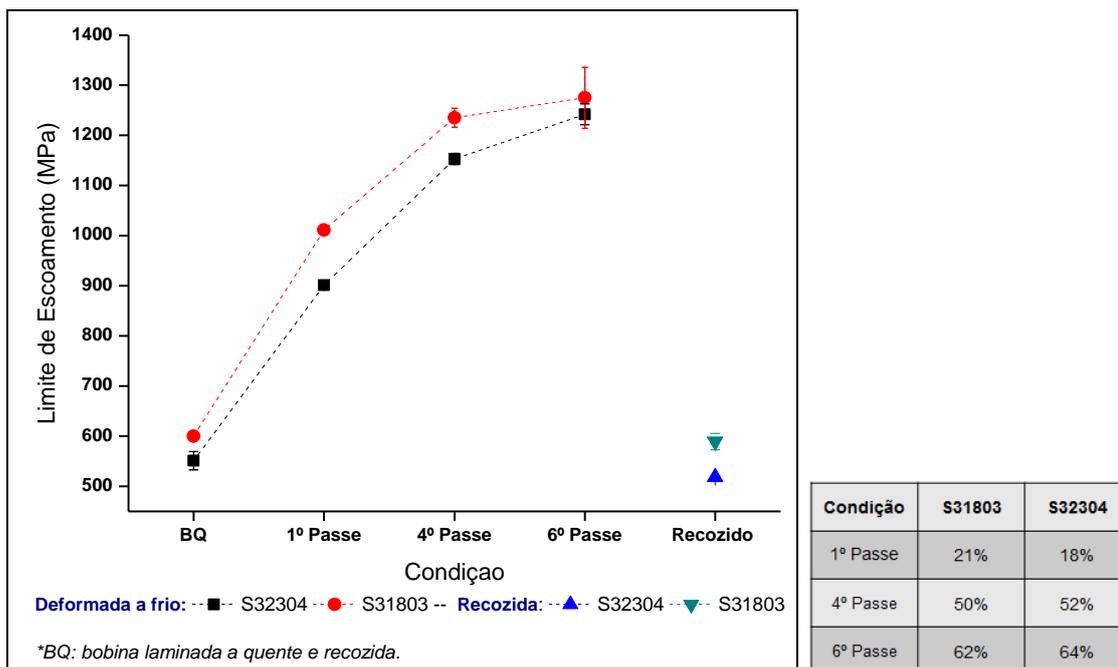


Figura 5.2: Limite de escoamento dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

Observa-se que o limite de escoamento aumentou com o aumento do percentual de deformação a frio. O maior valor do limite de escoamento foi obtido nas amostras retiradas do sexto passe, ou seja, com maior percentual de deformação a frio. Os valores obtidos foram 1.242 e 1.275 MPa para os aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803 respectivamente.

Comparando os resultados aos de Viana ^[48], observou-se comportamento similar nas amostras tratadas termicamente. O limite de escoamento para os AID S32304 e S31803 foram 442 e 518 Mpa respectivamente, para os resultados obtidos acima temos valores 512 e 589 MPa para os AID S32304 e S31803.

Na figura 5.3 observa-se a influência da deformação a frio e tratamento térmico de recozimento das amostras dos AID S32304 e S31803. O maior limite de resistência foi obtido na amostra com maior percentual de deformação a frio, sendo 1.263 e 1.335 MPa respectivamente. Nota-se que o menor limite de resistência foi obtido nas amostras recozidas sendo 703 MPa para o AID S32304 e 800 MPa para o AID S31803. Ainda segundo Viana ^[48] o limite de resistência para o aço S32304 foi de 642 MPa, enquanto que para o aço S31803 foi de 694 MPa. Ainda em seus experimentos podemos extrair

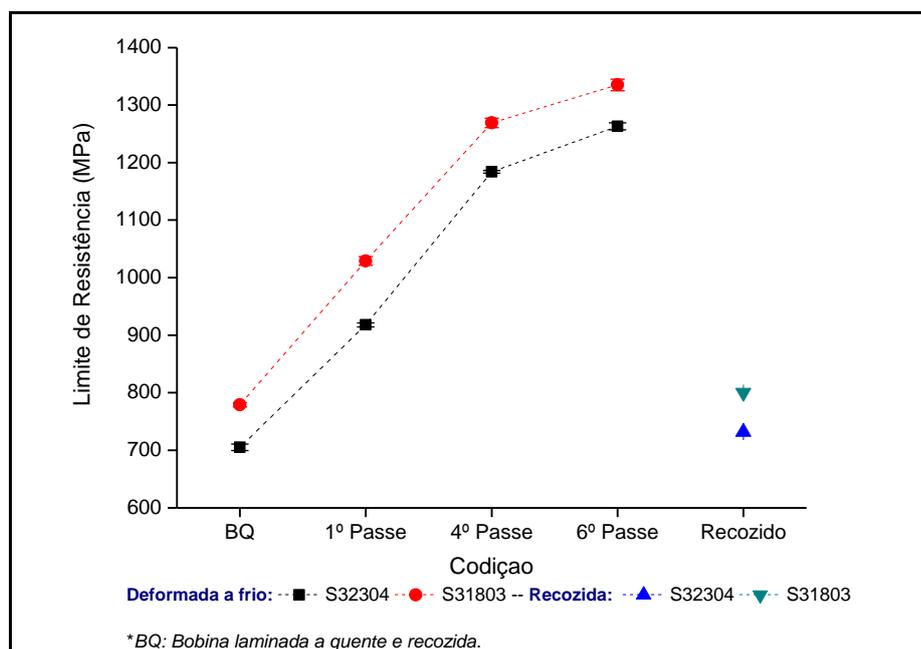


Figura 5.3: Limite de resistência dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

Como a dureza expressa à resistência de um material a deformações permanentes, a razão pela qual LE e LR do aço S31803 ser superiores exatamente a mesma que justificou a maior dureza destes aços. Ou seja, devido ao mecanismo de endurecimento por solução sólida promovida pelo Mo e N.

Segundo Padilha e Siciliano ^[31] átomos em solução sólida tendem a formar atmosferas junto às discordâncias, dificultando sua movimentação e rearranjo. Ainda segundo os autores os átomos de soluto em solução sólida causam uma força retardadora de

arraste que dificulta a movimentação de contornos de baixo ângulo (formado por discordâncias).

Foi observado durante os ensaios de tração e de dureza a importância do efeito do aumento das deslocções nas propriedades mecânicas destes materiais. De acordo com Dieter ^[47] o encruamento ou trabalho a frio é um importante processo industrial usado para endurecer ligas ou metais que não são sensíveis a tratamentos térmicos. É atribuído à interação das discordâncias com outras discordâncias e com outras barreiras, o que impede o seu movimento através da rede. O número de discordâncias é aumentando durante a deformação plástica e devido às suas interações provocam um estado de elevadas tensões internas. Um metal recozido contém cerca de 10^6 a 10^8 discordâncias por cm^2 , enquanto um metal fortemente deformado plasticamente contém cerca de 10^{12} discordâncias por cm^2 .

Discordâncias em materiais deformados com baixa energia de falha de empilhamento (EFE) possuem baixa mobilidade devido às discordâncias parciais estarem muito afastadas entre si, dificultando a ocorrência do escorregamento com desvio e escalada. Materiais com alta EFE apresentam discordâncias dissociadas em parciais próximas das outras facilitando o escorregamento cruzado e escalada. Adição de átomos de soluto pode alterar a EFE, o que influenciará na distribuição de discordâncias após deformação. ^[31]

A figura 5.4 apresenta o alongamento total das amostras nas condições de laminadas a quente e recozidas, BFE e BFR dos AID S32304 e S31803.

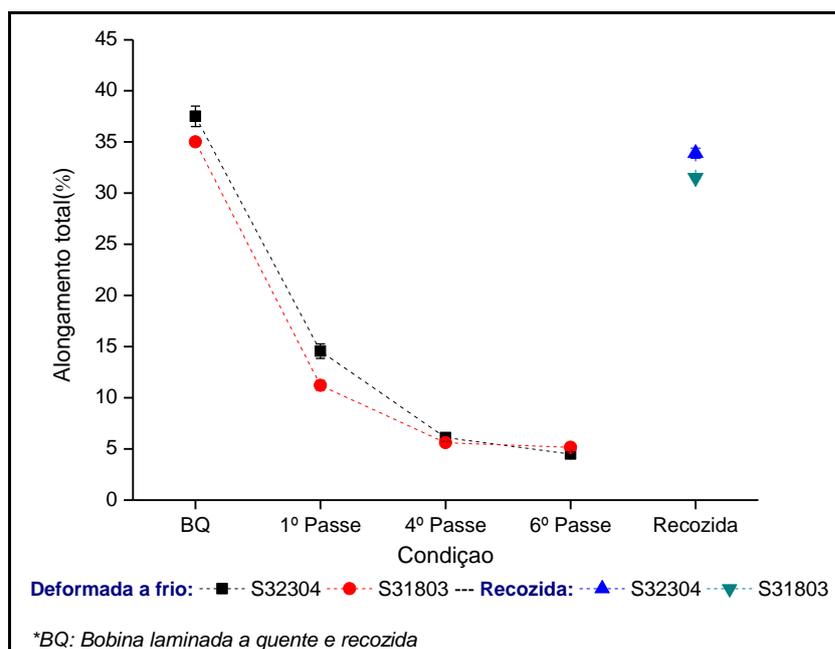


Figura 5.4: Alongamento total dos AID S32304 e S31803 após deformação a frio (BFE) e tratamento térmico de recozimento (BFR).

A partir deste gráfico, nota-se que o alongamento total apresentou uma tendência de redução com o aumento da deformação a frio. Após tratamento térmico de recozimento o valor do alongamento total foi de 33,9% para o AID S32304 e 31,5% para o S31803. Segundo Viana ^[48] após tratamento térmico de solubilização a 1000°C observou no ensaio de tração valores para o alongamento dos AID S32304 e S31803 sendo 45,1 e 38,1% respectivamente.

Nas amostras com maiores percentuais de deformação a frio observaram-se valores de 4,5 e 5,15% de alongamento total para os AID S32304 e S31803. No entanto, a diferença é devido ao fato de se tratar de amostras mais espessas e com maior tamanho de grãos austeníticos e ferríticos.

5.2 Microscopia óptica

Nas micrografias podem ser observadas microestruturas típicas com suas fases ferrítica (mais escura) e austenítica (mais clara), revelado pelo ataque químico com o reativo de Behara.

As micrografias fornecem a informação que, à medida que o percentual de deformação destes aços aumenta a espessura das camadas das fases austenita e ferrita tornam-se menor. O fenômeno é característico para amostras deformadas que apresentam grãos mais alongados na direção de laminação e conseqüentemente mais finos.

5.2.1 - Aço Inoxidável Duplex UNS S32304

❖ Bobina laminada a quente e recozida (BQ)

Observa-se na amostra retirada após a etapa de laminação a quente e recozimento (BQ), figura 5.5, uma distribuição de fases homogênea de morfologia alongada ao longo da direção de laminação. A homogeneidade pode ser observada no resultado de teste de ponto realizado ao longo de toda a espessura da amostra, sendo 50/50% da fase (γ/δ).

Ao lado da micrografia observa-se o valor da espessura das lamelas de ferrita e austenita a fim de avaliar a influência da deformação a frio nas fases ferrítica e austenítica. Observou-se que a fase ferrítica e austenita apresentam espessuras aproximadamente iguais.

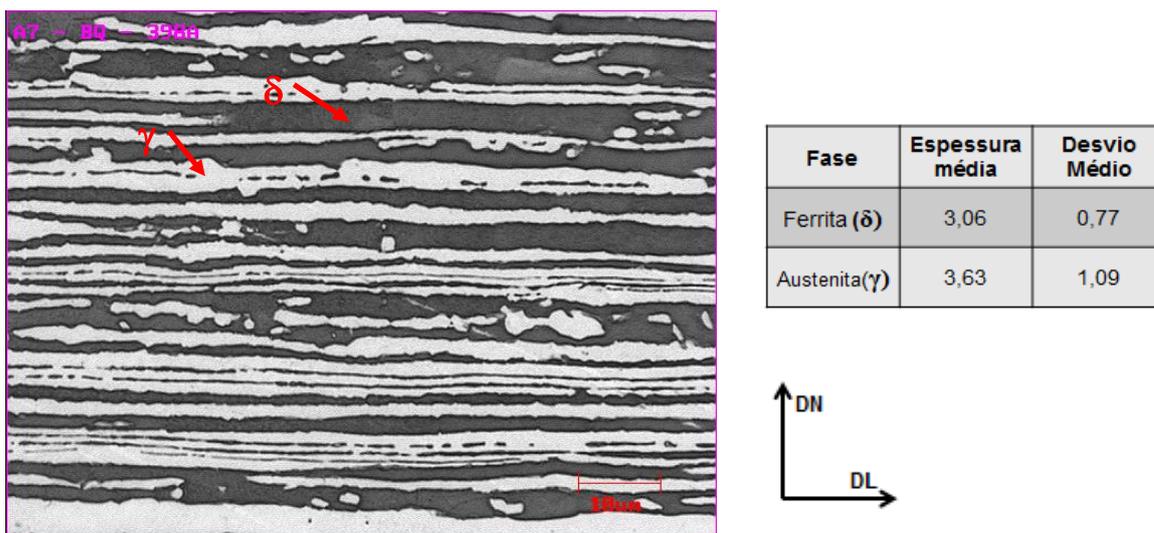


Figura 5.5: Micrografia da região central da bobina laminada a quente (BQ) do AID S32304. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

❖ Bobina laminada a frio com 18% de redução

Segundo Sandim ^[34], durante a deformação plástica a microestrutura de um metal passa por sucessivas mudanças, onde a primeira seria a mudança no formato dos grãos, que se tornam mais alongada, acompanhada de um considerável aumento na área total dos contornos de grão.

Nota-se através dos dados obtidos ao lado da micrografia da figura 5.6 que após 18% de redução a frio as camadas de ferrita e de austenita diminuíram ao longo de sua espessura.

A figura 5.6 mostra a microestrutura da bobina laminada a frio com redução de 18% na espessura. A partir da análise via microscopia óptica observou-se uma morfologia sobreposta na fase austenítica indicado pela seta vermelha, no caso desta, concluiu ser a martensita induzida por deformação (α'). Nos AID S32304 a possibilidade da transformação martensítica induzida por deformação também foi estudada por outros autores.

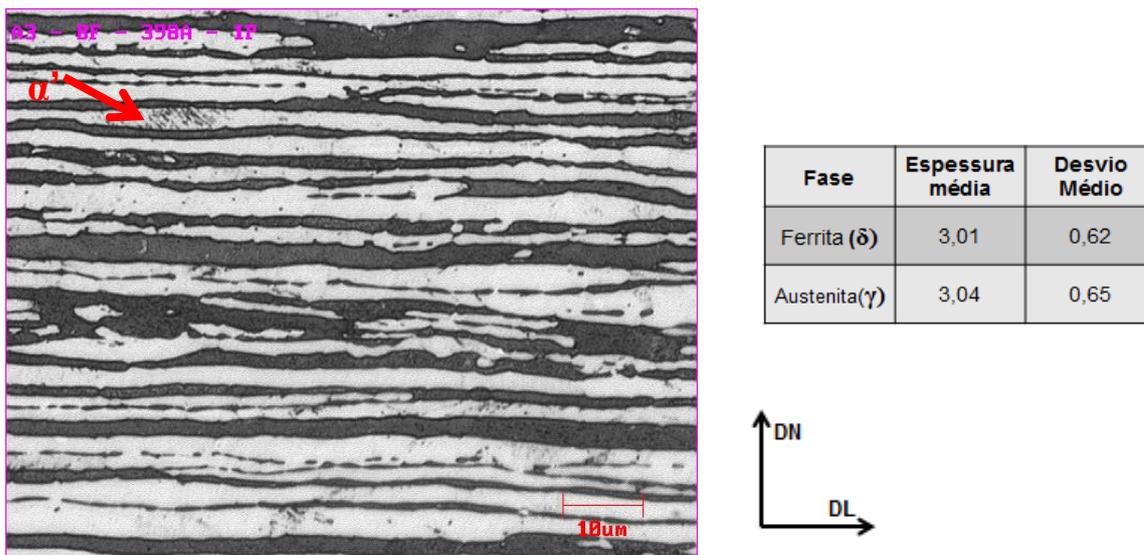


Figura 5.6: Micrografia da região central da bobina laminada a frio (18%) do AID S32304. Seção paralela à direção de laminação. Ataques Behara.

Tavares et al ^[49] estudaram a martensita induzida por deformação após laminação a frio no aço inoxidável duplex S32304. A quantificação da martensita foi realizada de acordo com o método magnético descrito por Cullity and Graham. Verificou-se que o aumento da saturação magnética com o aumento da deformação a frio é devido à transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$. A figura 5.7 mostra a microestrutura do AID S32304 após deformação verdadeira de 0,138 com ilhas de martensita dentro da austenita (ver círculos na imagem). A difração de raios-X realizada nas amostras deformadas mostrou que os picos de ferrita e martensita (α') são coincidentes e a intensidade dos picos da austenita diminui com o aumento da deformação a frio. Picos de martensita ϵ não foram encontrados.

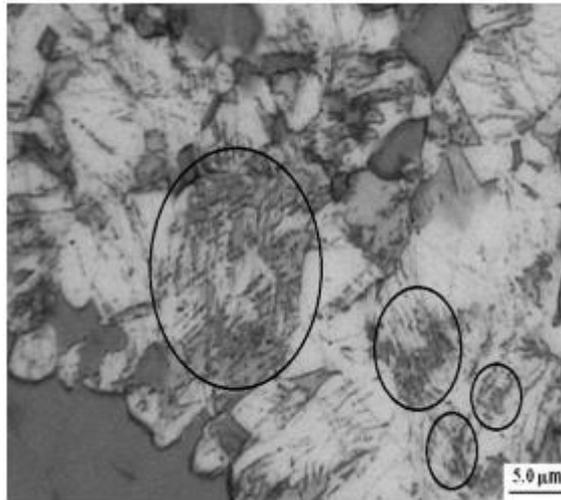
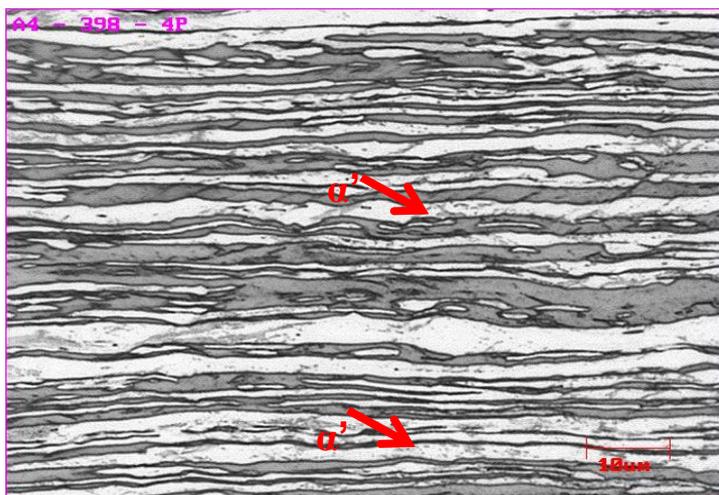


Figura 5.7: Microestrutura laminada a frio do AID S32304 com ilhas de martensita dentro da austenita. Ataque Behara. ^[49]

❖ Bobina laminada a frio com 50 % de redução

A figura 5.8 mostra a microestrutura laminada a frio com redução de 50% na espessura. Observando as micrografias obtidas ao longo da espessura observou-se uma maior quantidade de martensita induzida por deformação (α') sobreposta na fase austenítica (indicado pela seta vermelha).

Observa-se que na amostra deformada a frio houve uma redução mais acentuada na fase austenítica do que na fase ferrítica com relação aos valores obtidos após redução de 18%.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	2,22	0,45
Austenita(γ)	2,18	0,44

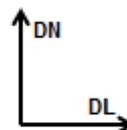
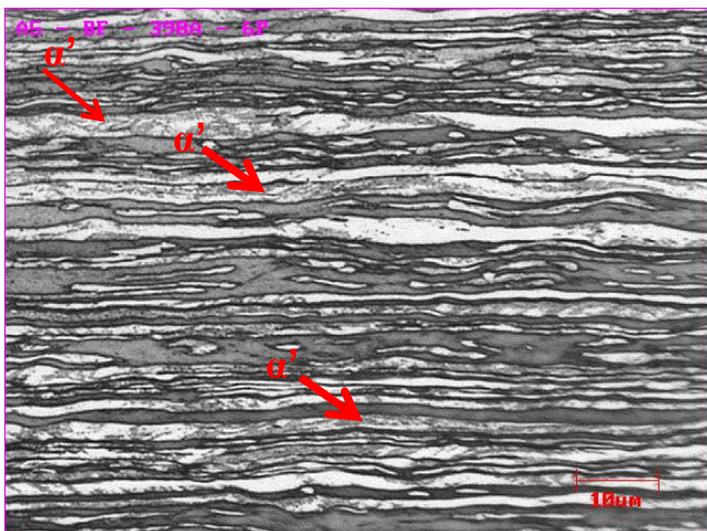


Figura 5.8: Micrografia da região central da bobina laminada a frio (50%) do AID S32304: Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

❖ Bobina laminada a frio com 62% de redução

A figura 5.9 mostra a evolução da microestrutura após 62% de redução a frio. A amostra foi analisada ao longo de toda sua espessura e através das análises via microscopia óptica foi observado que com o aumento do percentual de deformação a frio há uma presença maior da martensita induzida por deformação.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	2,10	0,45
Austenita(γ)	1,87	0,46

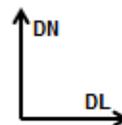


Figura 5.9: Micrografia da região central da bobina laminada a frio (62%) do AID S32304: Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Nota-se que no início da deformação a frio a espessura das lamelas de austenita era maior que a da ferrita. Após a redução a frio, a austenita permaneceu com sua microestrutura mais fina.

Tavares et al ^[49] através do método de saturação magnética analisaram amostras do AID S32304 com diferentes níveis de deformação verdadeira, figura 5.10. Foi observado que com o aumento da deformação a frio houve maior transformação de martensita induzida por deformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$).

Amostras	Espessura(mm)	Deformação verdadeira (ϵ)
LD X-1	1.15	-0.009
LD X-2	1.01	-0.138
LD X-3	0.82	-0.347
LD X-4	0.71	-0.491
LD X-5	0.69	-0.519
LD X-6	0.41	-1.040
LD X-7	0.31	-1.320
LD X-8	0.25	-1.535

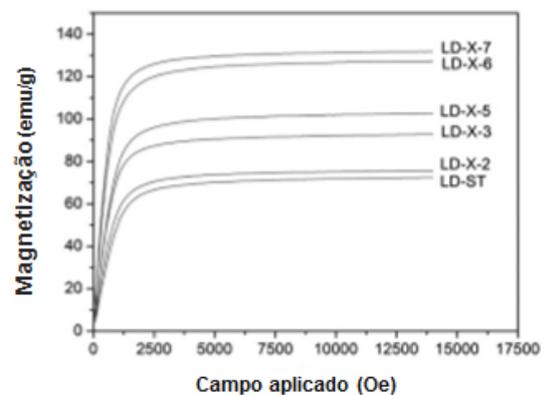


Figura 5.10: Curvas de magnetização de amostras deformadas. ^[49]

Bandas de cisalhamento foram observadas na amostra com 62% de redução a frio. As bandas de cisalhamento são características de materiais deformados onde essas regiões formam ângulos de aproximadamente 30 a 60°, sendo que o ângulo de 35° é citado com mais frequência na literatura. ^[31]

A figura 5.11 mostra as bandas de cisalhamento formadas após 62% de deformação a frio.



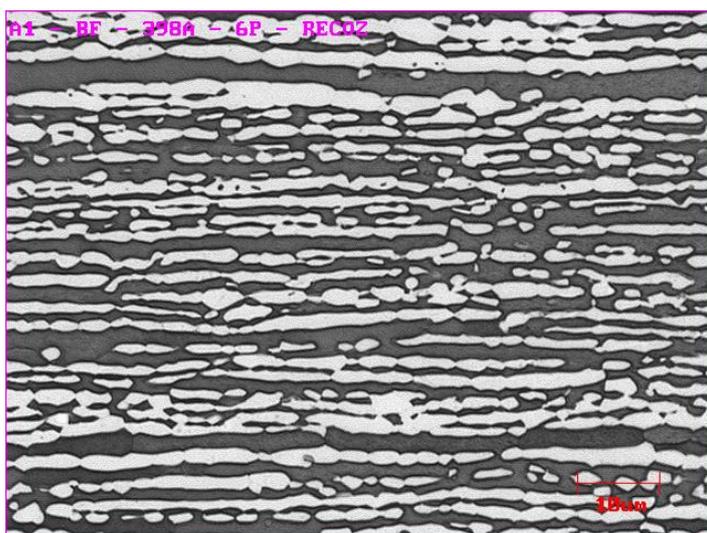
Figura 5.11: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 62% do AID S32304: Bandas de cisalhamento (círculo vermelho). Ataque Behara.

As bandas de cisalhamento são regiões estreitas de intenso cisalhamento que ocorre independente da estrutura dos grãos e de considerações cristalográficas. A característica principal é o fato de que estas não se limitam a um determinado grão, atravessam diversos grãos através da amostra.

❖ Bobina laminada a frio e recozida

A figura 5.12 apresenta uma microestrutura com lamelas de ferrita e austenita recristalizadas. O tratamento térmico foi realizado na amostra deformada a frio com redução de 62%. Observa-se que a martensita induzida por deformação presente nas amostras deformadas desaparece na amostra recozida, bem como as heterogeneidades de deformação.

Após tratamento térmico de recozimento a uma temperatura de 1055°C e com tempo de encharque de 20 segundos houve um acréscimo na espessura das camadas das fases austenítica e ferrítica, porém o crescimento foi mais acentuado na ferrita de acordo com os dados obtidos nas medições realizadas ao longo da espessura.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	2,80	0,50
Austenita(γ)	2,56	0,65

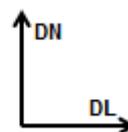


Figura 5.12: Micrografia da região central da bobina laminada a frio e recozida (BFR) do AID S32304. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Através das análises realizadas via técnica EBSD e com o auxílio do software OIM foi obtido o tamanho médio dos grãos. A figura 5.13 apresenta o tamanho de grão das amostras BQ, BFE e BFR.

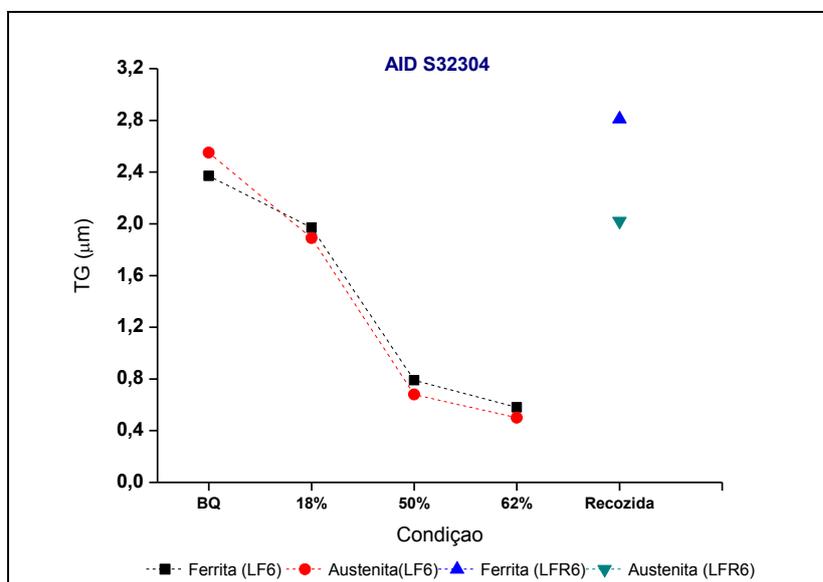


Figura 5.13: Tamanho de grão das amostras laminada a quente e recozida (BQ), laminadas a frio (BFE) e recozidas (BFR) do AID S32304.

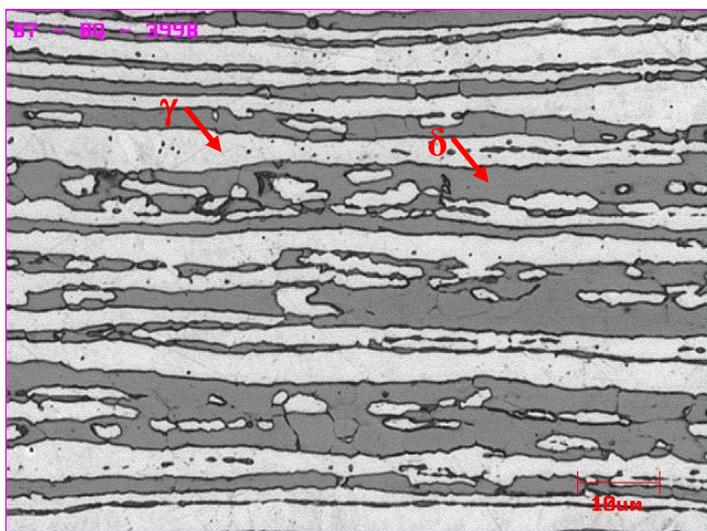
Comparando o tamanho de grão com as espessuras das lamelas de ferrita e austenita apresentadas juntamente com as micrografias observou-se a coerência no que se refere à influência da deformação a frio e recozimento na microestrutura do AID S32304.

5.2.2 - Aço Inoxidável Duplex UNS S31803

❖ Bobina laminada a quente e recozida

Observa-se na amostra após a etapa de laminação a quente e recozimento (BQ), figura 5.14, uma distribuição de fases austenítica (camada clara) e ferrítica (camada escura) de morfologia alongada ao longo da direção de laminação. A microestrutura do AID S31803 apresenta um percentual de fases diferente do AID S32304.

Como mencionado através do teste de ponto realizado ao longo de toda a espessura, o AID S32304 apresentou proporção de fases (50/50% γ/δ), enquanto que o AID S31803 (52/48% γ/δ), ou seja, o AID S31803 apresentou um percentual maior de austenita.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	3,21	0,76
Austenita(γ)	3,60	0,99

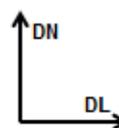


Figura 5.14: Micrografia da região central da bobina laminada a quente e recozida (BQ) do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Os valores das espessuras das camadas de ferrita e austenita do AID S31803 são similares aos valores medidos para o AID S32304 na mesma condição,

Durante a realização do ensaio para quantificação de fases foi observado que próximo as bordas a fase austenítica é mais preponderante do que a fase ferrítica em comparação com o AID S32304. No entanto, a região central da amostra apresentou uma distribuição de fases mais homogênea.

A figura 5.15 apresenta as micrografias das bordas dos aços inoxidáveis duplex S31803 e S32304.

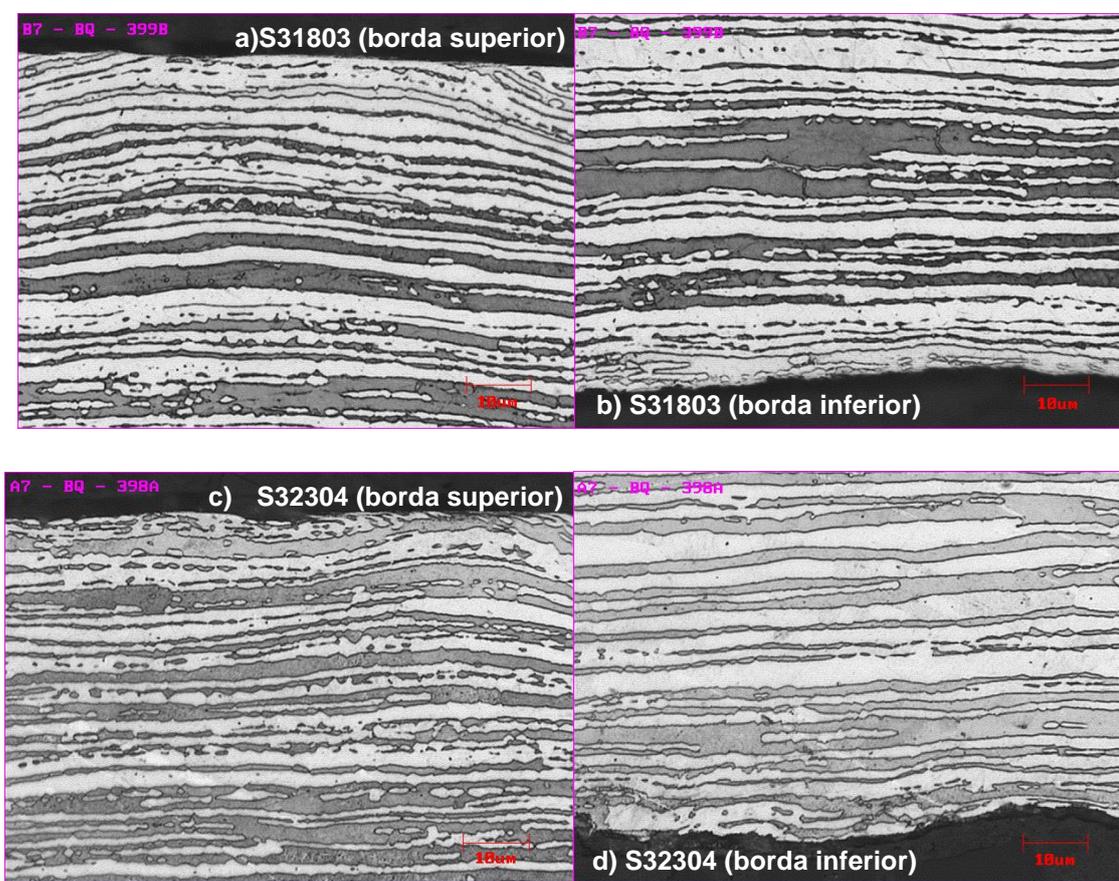
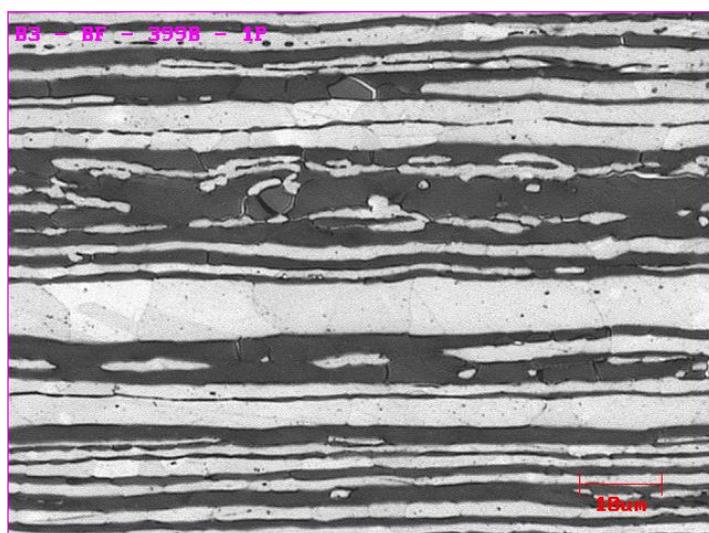


Figura 5.15: Micrografia da bobina laminada a quente e recozida (BQ): a) borda superior (S31803); b) borda inferior (S31803); c) borda superior (S32304) e d) borda inferior (S32304). Ataque Behara.

❖ Bobina laminada a frio com 21% de redução

A figura 5.16 mostra a microestrutura da amostra laminada com redução de 21% na espessura. Observou-se que as espessuras das camadas após redução a frio tiveram um decréscimo de aproximadamente 12% para a ferrita e 13,70% para a austenita. Durante a medição não foi observado a martensita induzida por deformação (α') diferente do AID S32304 que após 18% de deformação a frio sua morfologia já apresentava sobreposta na austenita.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	2,77	0,67
Austenita(γ)	3,16	0,97

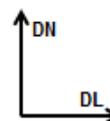


Figura 5.16: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 21% do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Observa-se que a região central da amostra é composta por camadas maiores, enquanto as bordas são compostas de camadas com espessuras menores. A figura 5.17 mostra a microestrutura das bordas e centro da amostra.

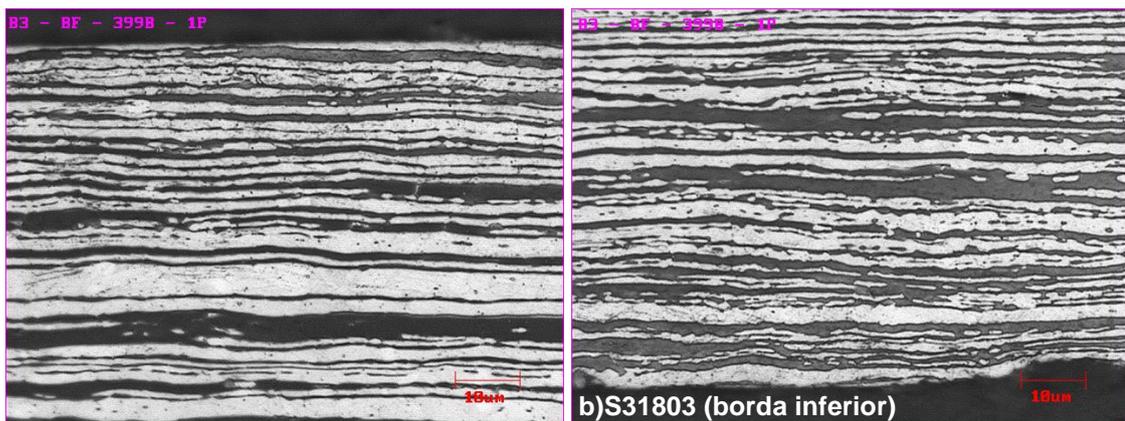


Figura 5.17: Micrografia da bobina laminada a frio: a) borda superior e b) borda inferior.

❖ Bobina laminada a frio com 52% de redução

As mudanças que ocorreram após 52% de deformação a frio podem ser observadas na figura 5.18. Observa-se na micrografia regiões distorcidas localizadas dentro do círculo vermelho, essas regiões são bandas de cisalhamento que também foram identificadas no aço inoxidável duplex S32304 com 62% de deformação a frio.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	2,04	0,56
Austenita (γ)	2,03	0,42

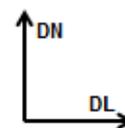
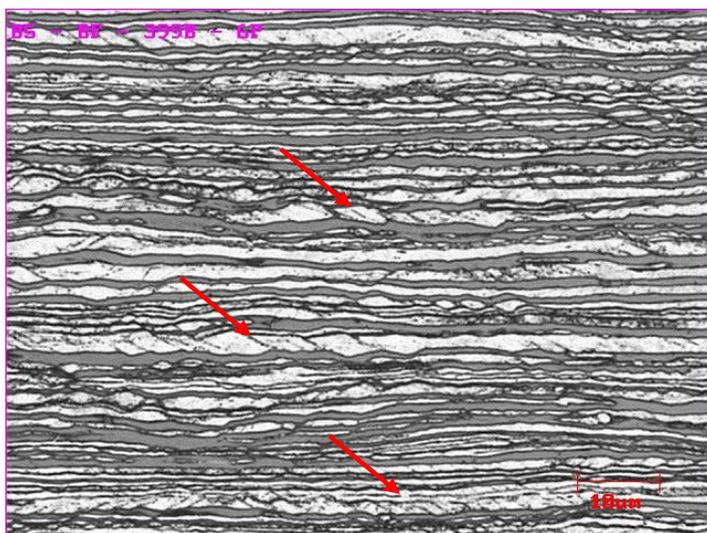


Figura 5.18: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 52% do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Observou-se durante a medição que as bordas tiveram comportamento semelhante com relação à amostra deformada a frio (21%) apresentando camadas mais finas com relação ao centro da amostra. Os percentuais de redução na espessura da ferrita e austenita foram 39,87 e 44% respectivamente.

❖ Bobina laminada a frio com 64% de redução

Observa-se na figura 5.19 uma microestrutura de lamelas altamente deformadas e alongadas na direção de laminação. Notou-se uma maior influência da deformação a frio na fase austenítica do que na ferrítica, que iniciou com espessura maior com relação à ferrita, onde após 64% de redução a frio sua morfologia caracterizou com espessura menor.



Fase	Espessura média	Desvio Médio
Ferrita (δ)	1,41	0,26
Austenita(γ)	1,33	0,28

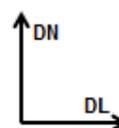


Figura 5.19: Micrografia da região central da bobina laminada a frio com redução de 64% do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Observou-se nas micrografias ao longo de toda a espessura uma fase sobreposta à fase austenítica, levantou-se a hipótese, provavelmente martensita induzida por deformação (α'), identificado na figura 5.20.

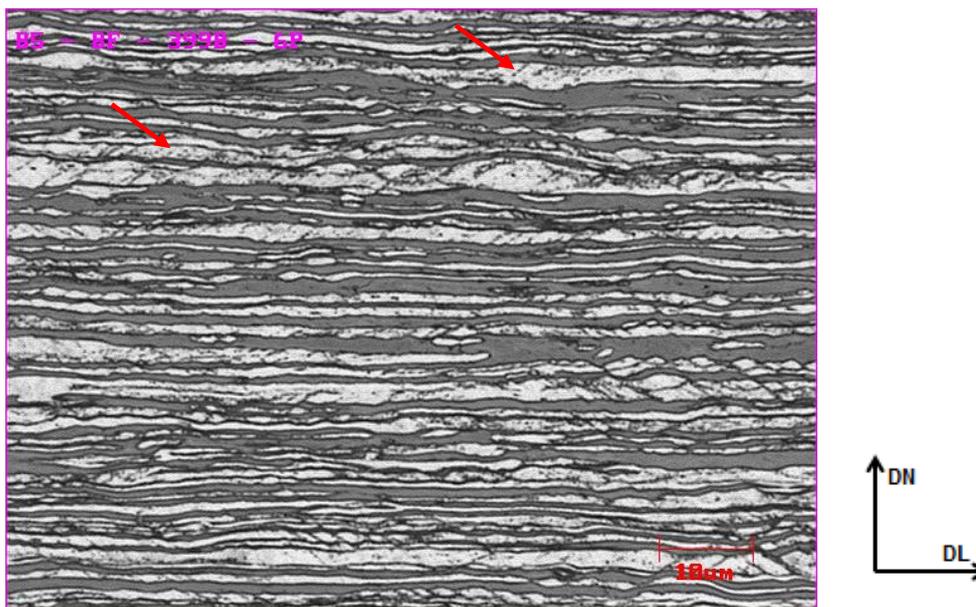


Figura 5.20: Morfologia característica de martensita induzida por deformação (α') sobreposta na fase austenítica da amostra AID S31803 após 64% de redução a frio. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Com o propósito de identificar a formação da fase martensítica foram adquiridas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) imagens com aumento de 5.000 e 20.000 vezes feitas por elétrons secundários (detector ETD) e retroespalhados (detector BSDE). A preparação desta amostra foi via polimento eletrolítico.

A figura 5.21 e 5.22 apresentam as imagens adquiridas via microscopia eletrônica de varredura (MEV).

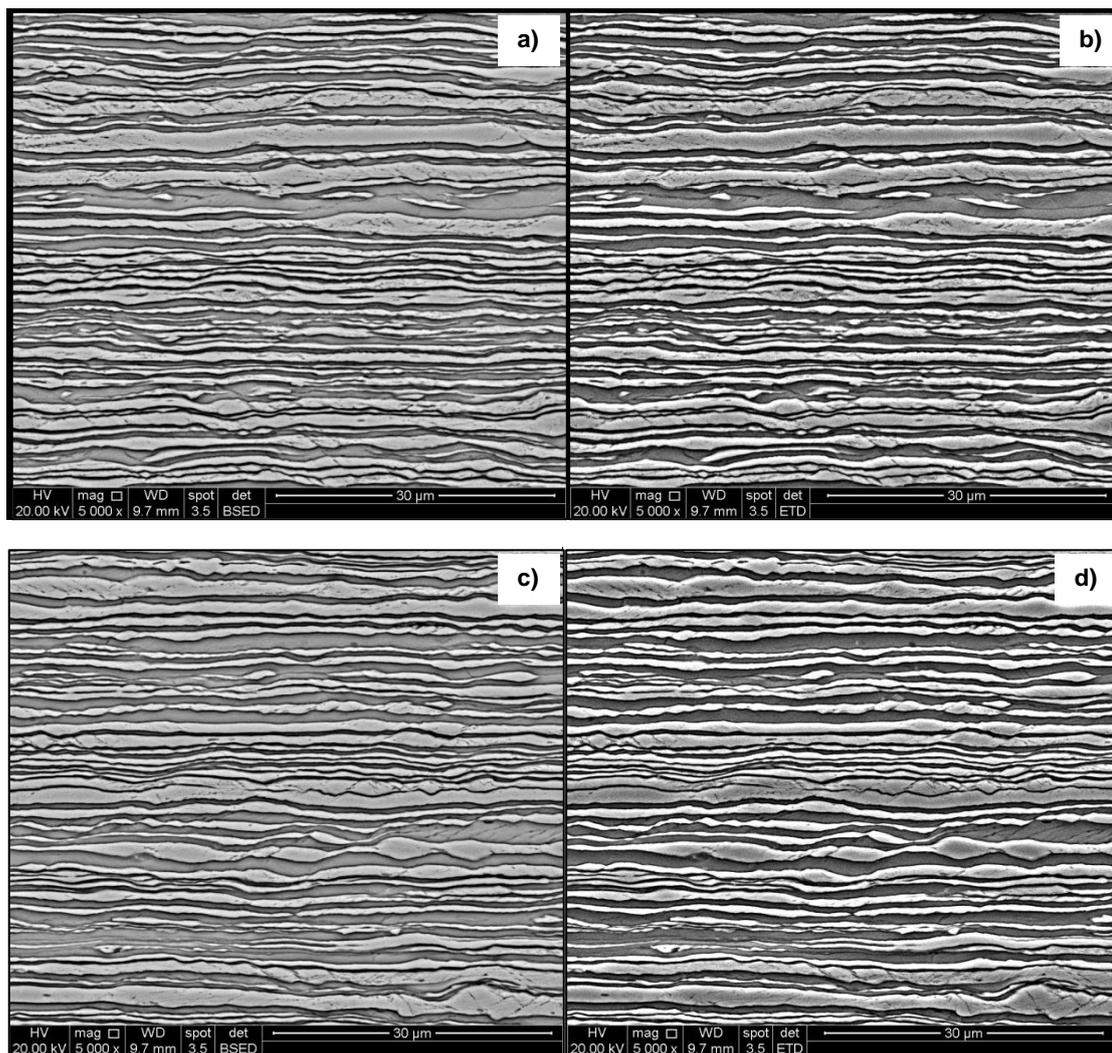


Figura 5.21: Imagens obtidas no MEV do AID S31803 após 64% de deformação a frio com aumento de 5.000 vezes: (a) borda BSDE; (b) borda ETD; (c) centro BSDE; (d) centro ETD.

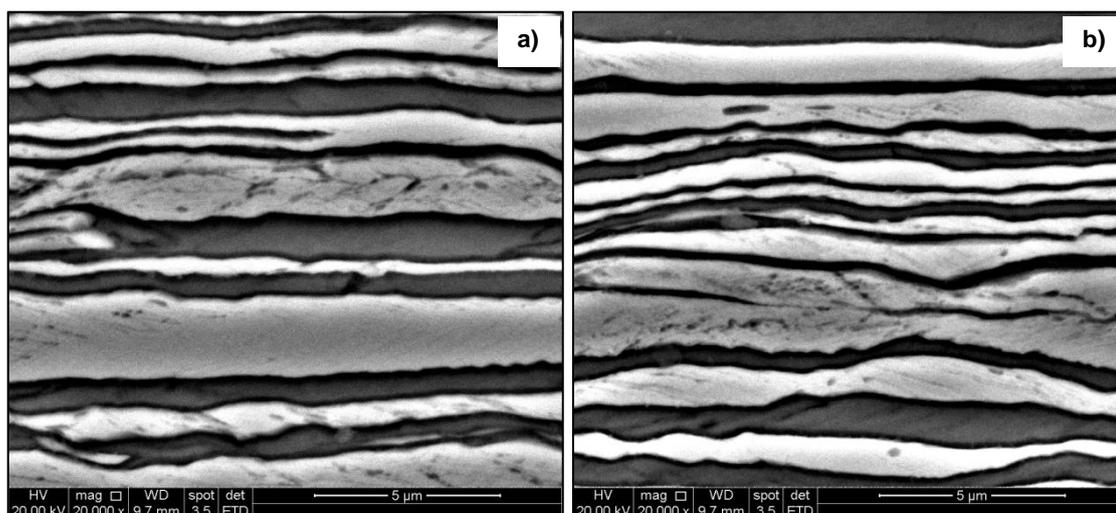


Figura 5.22: Imagens obtidas no MEV com aumento de 20.000 vezes do AID S31803 após 64% de deformação a frio: (a) borda ETD; (b) centro ETD.

Após ataque eletrolítico foi observado que a fase sobreposta à fase austenítica desaparece, chegando-se a conclusão que pode ser a martensita induzida por deformação durante o lixamento da preparação metalográfica. Uma forma de verificação mais acertiva seria a microscopia eletrônica de transmissão, ficando assim como proposta para trabalhos futuros.

Sudipta et al. ^[50] identificaram no aço inoxidável duplex 2205 uma outra fase sobreposta no campo austenítico. De acordo com as imagens adquiridas no microscópio óptico induziram que poderia ser a martensita induzida por deformação. A dificuldade de identificação da outra fase levou a análise por microscopia de transmissão ficando evidente que formou a martensita (α') induzida por deformação (MID) com características de ripas finas. A MID foi quantificada por difração de raios-x, onde o resultado mostrou que a martensita (α') e a ferrita (δ) formadas possuem os mesmos parâmetros cristalográficos devido ao baixo teor de carbono presente no AID.

Tavares e seus colaboradores ^[49] em seus experimentos relataram que o AID S32304 é muito mais susceptível a transformação martensítica do que o duplex S31803, o que pode ser explicado com relação a sua composição química que apresenta teor menor dos elementos Cr, Mo e Ni.

❖ Bobina laminada a frio e recozida

Observa-se na figura 5.23 camadas de austenita e ferrita após tratamento térmico de recozimento, a imagem apresenta uma microestrutura recristalizada com distribuição heterogênea de ambas as fases.

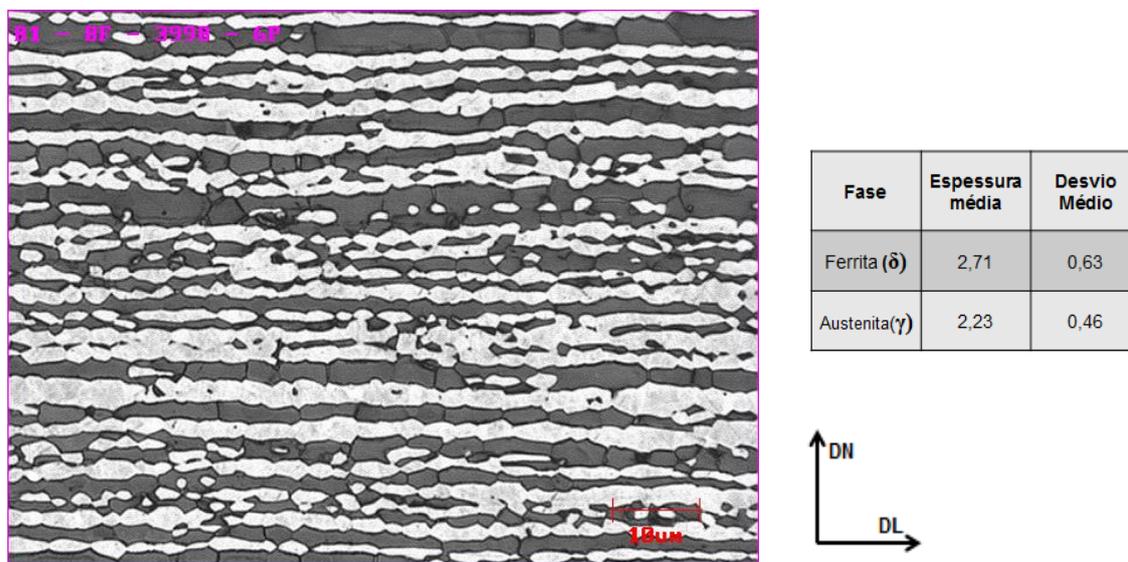


Figura 5.23: Micrografia da região central da bobina laminada a frio e recozida do AID S31803. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Behara.

Após tratamento térmico de recozimento a uma temperatura de 1055°C e com tempo de encharque de 20 segundos houve um acréscimo na espessura das camadas das fases austenítica e ferrítica.

Nota-se que as camadas de austenita e ferrita da microestrutura do AID S31803 após tratamento térmico de recozimento apresentaram espessura menor com relação ao AID S32304.

Fargas, Anglada e Mateo^[14] estudaram o aço inoxidável duplex 2205, onde a amostra foi recozida de 1000 a 1050°C com tempo de encharque de aproximadamente 15-20 min e resfriada em água. A figura 5.24 apresenta a micrografia característica de grãos recristalizados em direção a direção de laminação.

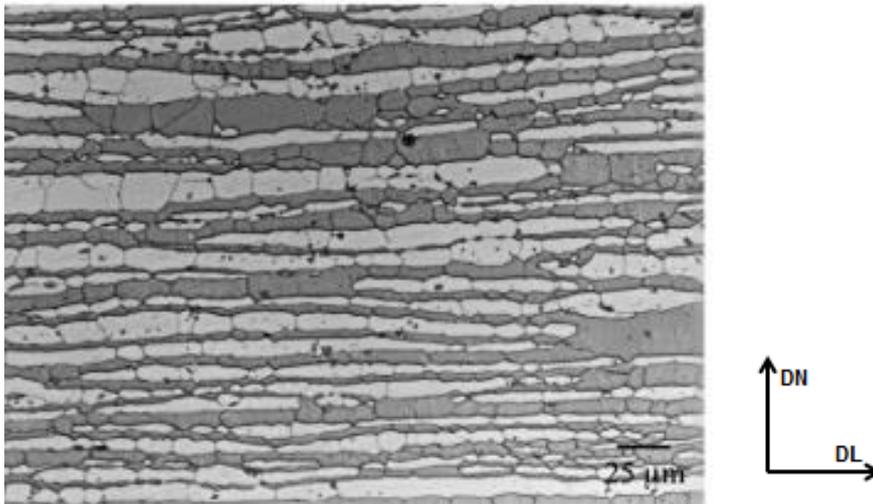


Figura 5.24: Microestrutura do aço inoxidável duplex na direção de laminação após recozimento. ^[14]

Através das análises realizadas via técnica EBSD e com o auxílio do software OIM foi obtido o tamanho médio dos grãos. A figura 5.25 apresenta o tamanho de grão das amostras no estado de fornecimento, deformadas a frio e recozida.

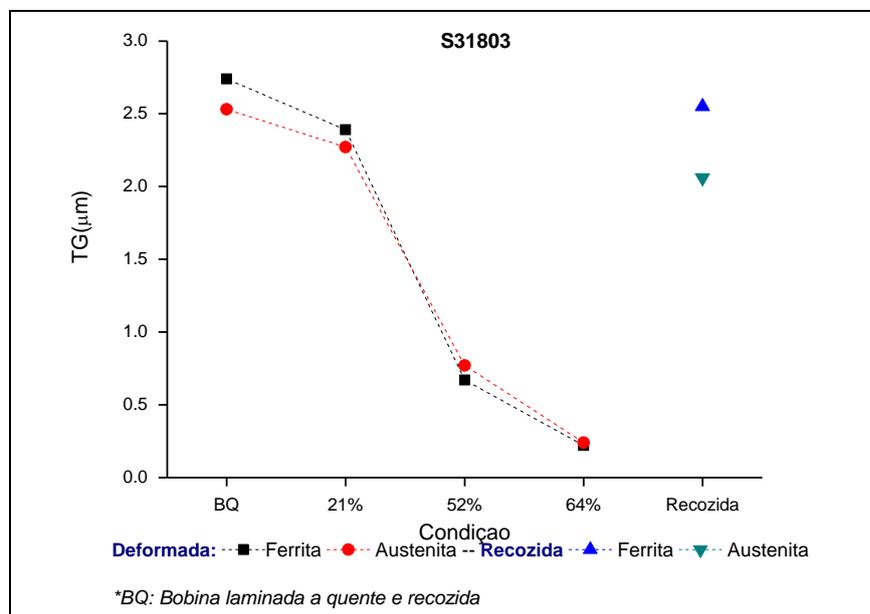


Figura 5.25: Tamanho de grão das amostras laminadas a quente e recozida, laminadas a frio, e recozida do AID S31803.

Devido à força motriz para o crescimento de grão ser apreciavelmente mais baixa do que a força motriz para a recristalização, o crescimento de grão irá ocorrer lentamente em temperaturas nas quais a recristalização ocorre imediatamente. Entretanto, o crescimento de grão é fortemente dependente da temperatura, e será logo alcançada uma região de crescimento de grão na qual os grãos aumentam de tamanho muito rapidamente. O crescimento de grão é consideravelmente inibido pela presença de uma fina dispersão de partículas de segunda fase, que restringem o movimento dos contornos de grão. ^[47] Ressalta-se que o AID S31803 apresentou tamanho de grão e espessuras de ambas às fases austenítica e ferrítica mais finas com relação ao AID S32304, visto que o AID S31803 apresenta teor maior de elementos de liga na sua composição química o que pode inibir o crescimento dos grãos austeníticos e ferríticos.

5.3 Metalografia Quantitativa

A figura 5.26 apresenta o percentual de fases para a amostra laminada a quente e recozida (BQ) deformadas a frio e recozida do AID S32304.

Nota-se que o percentual de ferrita e austenita na amostra na condição de estado de fornecimento (BQ) uma distribuição equilibrada das fases austenítica e ferrita, ou seja, 50/50% presente no AID S32304. Após a deformação a frio com redução de 18 e 50% há uma pequena diferença, porém dentro da margem de erro calculada. No entanto após 62% de deformação a frio o percentual de ferrita aumentou com relação à austenita. Outro fator importante é a transformação da martensita induzida por deformação (α') que ocorre nas amostras a medida que o percentual de deformação a frio aumenta.

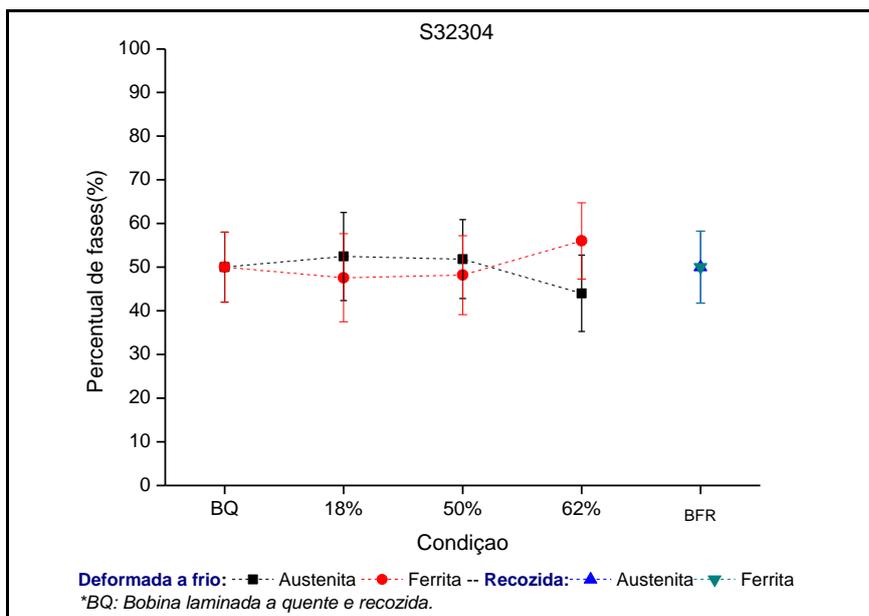


Figura 5.26: Percentual de fases das amostras laminada a quente e recozida, laminadas a frio e recozida do AID S32304.

Durante a contagem de pontos a fase martensítica sobrepostas a austenita dificultou a identificação da fase austenítica. O que pode explicar esta variação do percentual de fases.

Após tratamento térmico de recozimento observa-se que o percentual das fases presentes torna-se equilibradas com distribuição homogênea das fases ferrítica e austenítica.

A figura 5.27 apresenta o percentual de fases para a amostra laminada a quente e recozida (BQ) deformadas a frio e recozidas do AID S31803.

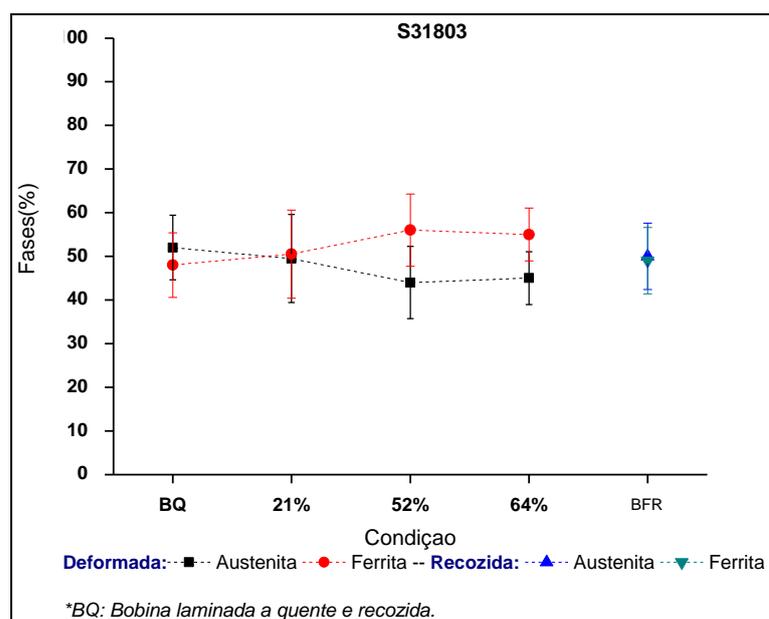


Figura 5.27: Percentual de fases das amostras laminada a quente e recozida, laminadas a frio e recozida do AID S31803.

Durante as análises das micrografias foi observado um percentual maior de austenita nas bordas da amostra laminada a quente e recozida (BQ) tal observação foi confirmada durante a contagem de pontos, sendo os valores de 52% para a austenita e 48% de ferrita.

Observa-se que após 21% de redução a frio os valores mantiveram-se sem alteração. No entanto após percentuais maiores de deformação a ferrita apresentou percentuais maiores que a austenita. No AID S31803 não foi observado martensita induzida por deformação, porém notou-se que após 52% e 64% de redução a frio, devido às espessuras das camadas de ambas as fases se tornarem mais finas notou-se durante a contagem de pontos uma determinada dificuldade de identificação austenita.

Segundo Dieter ^[47] o estado de trabalhado a frio é uma condição de maior energia interna do que o material não deformado. Embora a estrutura celular de discordâncias do material trabalhado a frio seja mecanicamente estável, ela não é termodinamicamente estável.

Observa-se nas amostras após tratamento térmico de recozimento a restauração da condição inicial, ou seja, sem deformação a frio. Com o aumento da temperatura, o trabalho a frio torna-se cada vez mais instável, eventualmente o material se recupera e reverte-se para uma condição livre de deformação. ^[47]

Reick, Pöhl e Padilha ^[42] mediram o percentual de fase austenítica e ferrítica em uma amostra de aço inoxidável duplex DIN 1.4462 após 20% de deformação a frio e tratado termicamente. A fração volumétrica foi de 40% de austenita e 60% de ferrita.

5.4- Resultados obtidos após análises realizadas via técnica de EBSD

As figuras 5.28 e 5.29 foram inseridas para facilitar a interpretação dos dados. Durante a apresentação dos mapas, serão discutidas as frações volumétricas de contorno de baixo ângulo (2 a 15°) e alto ângulo (15 a 180°).

As mudanças que ocorrem na evolução da textura cristalográfica nos aços inoxidáveis duplex S32304 e S31803 podem ser observadas de acordo com as fibras presentes na fase ferrítica. Na figura 5.28 estão representados a localização das fibras gama, teta e alfa (γ , θ e α) na ODF de seção $\varphi_2=45^\circ$.

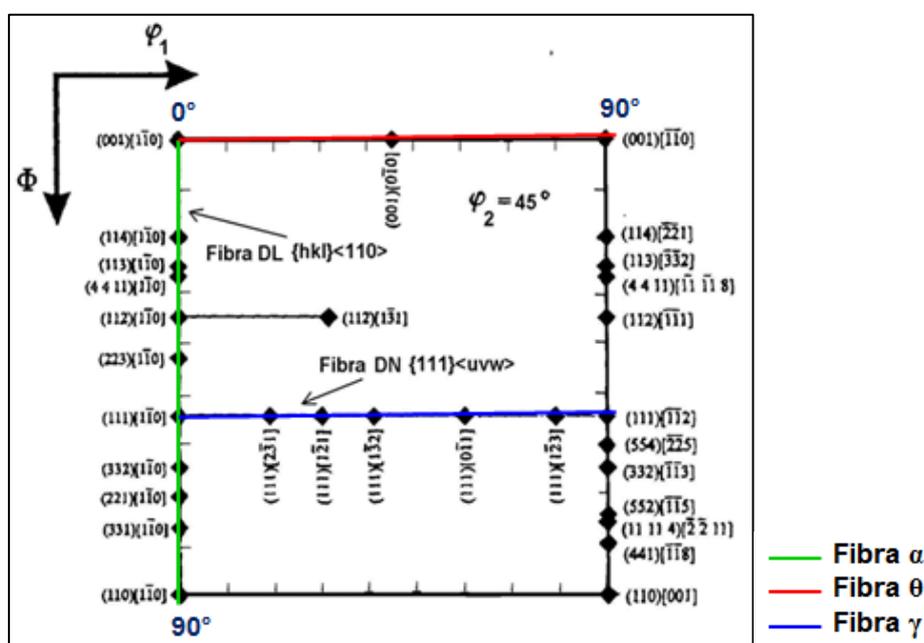


Figura 5.28: Representação das fibras presentes na fase ferrítica segundo espaço de Euler $\varphi_2=45^\circ$. Adaptado ^[30]

Na figura 5.29 estão representados a localização das principais componentes presentes na fase austenítica nas ODF de seção $\varphi_2=0^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$ e $\varphi_2=65^\circ$.

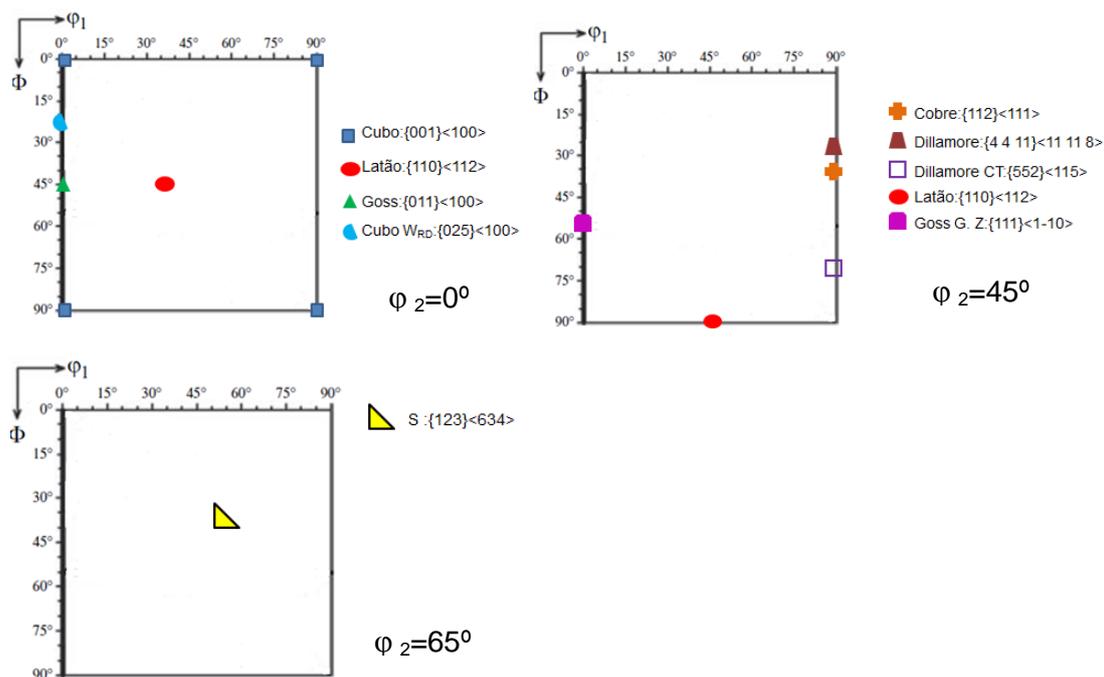


Figura 5.29: Representação das componentes presentes na fase austenítica segundo espaço de Euler $\phi_2=0^\circ$, $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=65^\circ$. Adaptado [30]

As figuras 5.30 a 5.59 ilustram mapas de fases (austenita e ferrita), mapas de orientação, mapas das fibras alfa (α), teta (θ) e gama (γ) presentes na fase ferrítica, mapas das principais componentes presentes na fase austenítica, mapas do contorno de grão de baixo e alto ângulo, ODF das fases austenítica ($\phi_2=0^\circ$, $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=65^\circ$) e ferrítica ($\phi_2=0^\circ$, $\phi_2=45^\circ$) e gráficos de desorientação obtidos através do software OIM somente na região central das amostras.

Com o aumento do percentual de deformação a frio as fases ferrita e austenita vão se alinhando de forma alternada em camadas paralelas entre si e os grãos vão ficando cada vez mais finos.

Nas amostras com 18, 21% de redução a frio, a análise foi realizada via EBSD convencional, já as amostras com 50, 52,62 e 64% de redução a frio, a análise foi realizada via EBSD de alta resolução, com confiabilidade de indexação de 70%. Foi observada uma melhor indexação para a fase ferrítica em relação à fase austenítica.

Os resultados obtidos como intensidade e fração volumétrica das amostras deformadas são apenas da parte indexada. Para as amostras no estado de fornecimento e recozidas o percentual de indexação ficou acima de 90%.

Segundo Falleiros e Campos ^[45], os contornos de grão em movimento que têm condição de aniquilar discordâncias são os de alto ângulo ($>15^\circ$). Os contornos de baixo ângulo nada mais são que arranjos de discordâncias, portanto tem baixa mobilidade. Assim a recristalização ocorre pela migração de contornos de alto ângulo.

5.4.1- Aço inoxidável duplex S32304

❖ Bobina laminada a quente e recozida (BQ)

A figura 5.30 apresenta o mapeamento da região central via técnica EBSD obtido MEV convencional do AID S32304 da bobina laminada a quente e recozida (BQ).

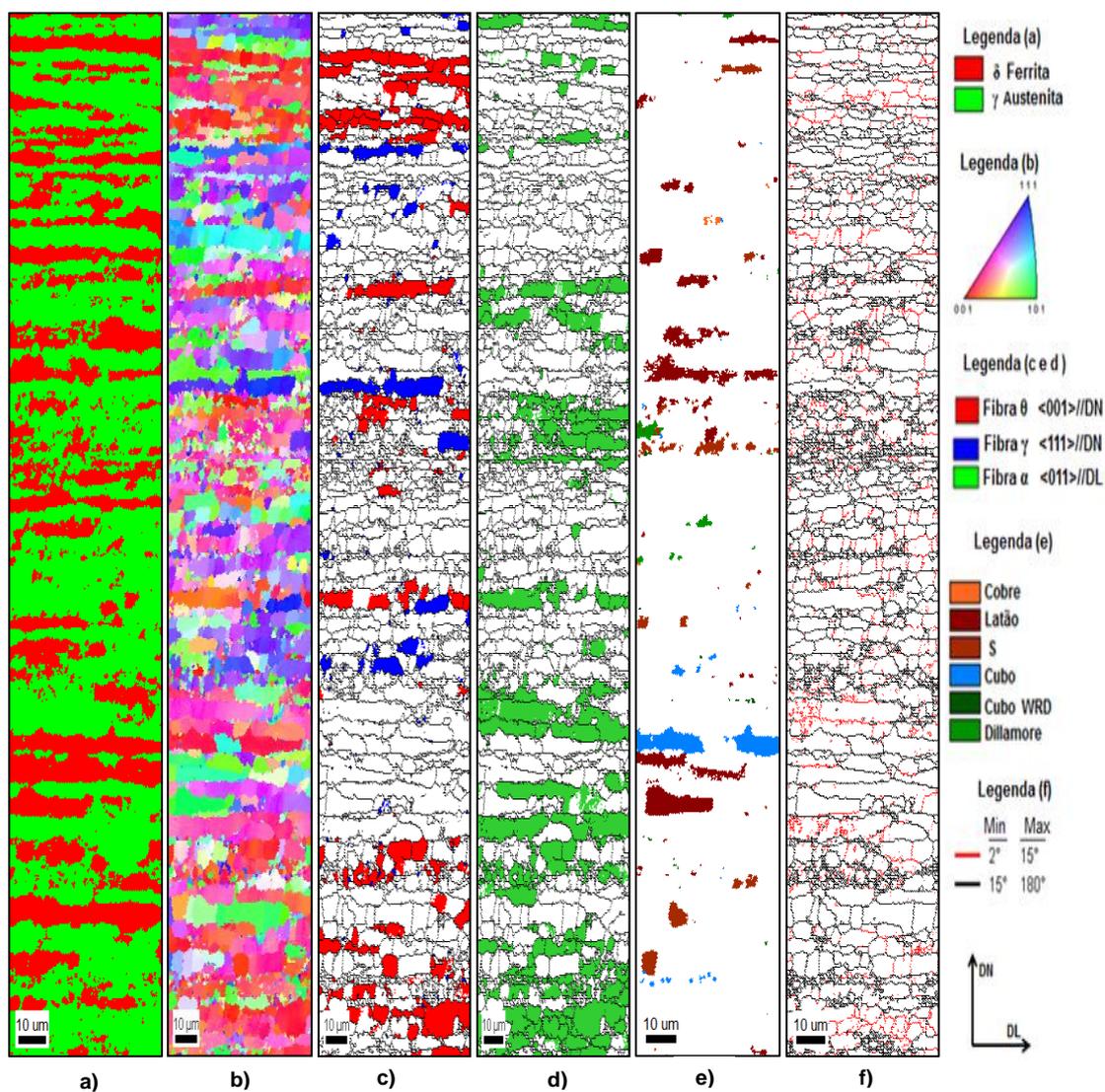


Figura 5.30: Mapeamento da região central da amostra BQ S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa da fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 93%.

Observa-se no mapa de orientação, figura 5.30 (b), que a orientação dos grãos austeníticos e ferríticos é bastante heterogênea. Nota-se na figura 5.30 (c) uma baixa fração volumétrica de grãos com orientação $\langle 111 \rangle // \text{DN}$. Nos mapas das figuras 5.30 (c) e (d) nota-se que os grãos com orientação $\langle 011 \rangle // \text{DL}$ possuem maior fração volumétrica com relação aos grãos com orientação $\langle 001 \rangle // \text{DN}$.

Observa-se na figura 5.31 a distribuição de contornos de baixo e alto ângulo na amostra laminada a quente e recozida uma fração volumétrica de 0,400 para contorno com variação de 2 a 15° e 0,600 para contorno de alto ângulo no caso acima de 15°.

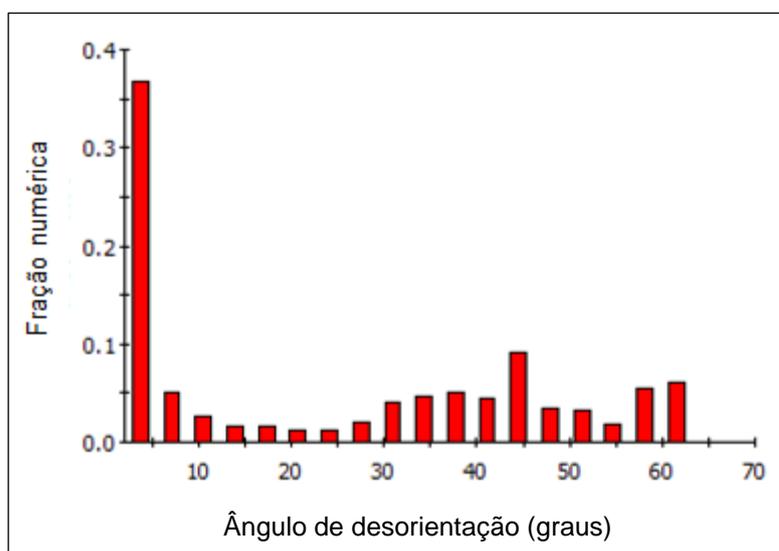


Figura 5.31: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S32304.

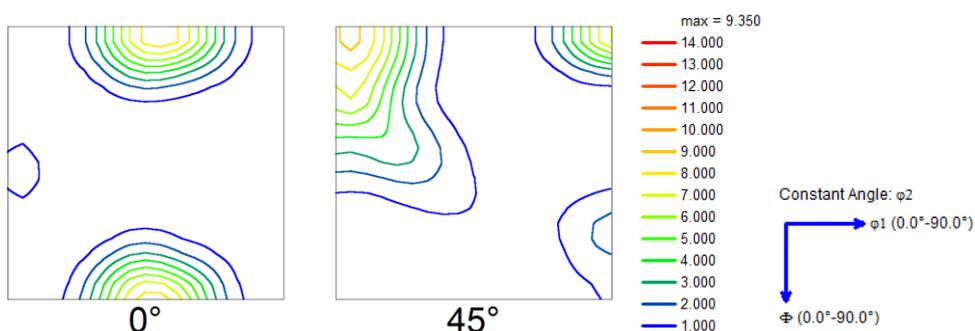
A distribuição de contornos de baixo e alto ângulo nas fases ferrítica e austenítica são similares não havendo divergência de contornos presentes com maior fração volumétrica em ambas as fases.

Isto significa que mesmo após o tratamento térmico de recozimento, muitos subgrãos permanecem no material. Isto provavelmente é devido ao fato que não há na bobina laminada a quente com recozimento energia de deformação suficiente para completar

a recristalização. Ressalta-se que durante a laminação a quente há forte recuperação simultaneamente a deformação.

A figura 5.32 apresenta as ODF das fases austenítica e ferrítica da região central da amostra laminada a quente e recozida (BQ).

a) Ferrita (δ)



b) Austenita (γ)

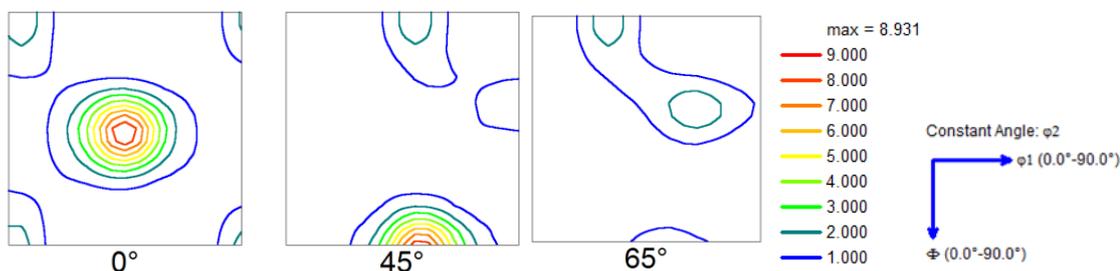


Figura 5.32: ODF da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S32304: a) ferrita; b) austenita.

Observa-se na ODF, figura 5.32 (a) que a fase ferrítica apresenta alta intensidade nas componentes $(001)[1-10]$, $(114)[1-10]$ e $(113)[1-10]$ pertencentes a fibra α e com o aumento do ângulo ϕ a intensidade nas componentes é reduzida. Foi observada a componente $(112)[1-10]$ porém com intensidade intermediária. A componente $(111)[1-10]$ pertencente a fibra γ foi fracamente desenvolvida. Destaca-se que a componente $(111)[1-10]$ está localizada no ponto de interseção entre as fibras α e γ . A forte textura com fibra α mostra uma ferrita do aço inoxidável duplex com textura típica de

deformação a frio. Isto é devida provavelmente a baixa recristalização e mais recuperação no material.

Na ODF de figura 5.32 (b), a austenita apresenta a componente Latão $\{011\}\langle 211\rangle$ com intensidade da ordem de 5,7. As componentes com intensidades intermediárias foram: S $\{123\}\langle 364\rangle$, Cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ e Cubo W_{RD} $\{025\}\langle 100\rangle$, componentes com intensidades mais fracas foram: Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$

A componente cubo encontrada na amostra laminada a quente e recozida é característica de componente retida após recristalização da bobina laminada a quente. A recristalização pode induzir, fundamentalmente, textura de cubo, textura de Goss. ^[29]

A bobina laminada a quente e recozida mostrou textura, tanto nas fases ferrítica e na austenítica de deformação.

❖ **Bobina laminada a frio após 18% de redução**

A figura 5.33 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica EBSD convencional do AID S32304 após 18% de deformação a frio.

O mapa de fases da figura 5.33 (a) apresenta a distribuição das fases ferrita e austenita. Nos mapas localizados nas figuras 5.33 (c) e (d) há uma distribuição das fibras característica da ferrita. Observa-se que a fibra α tem maior intensidade que as demais.

Houve uma redução de indexação de 93 para 88% na amostra deformada com 18% de redução. Isto é devido à deformação provocar distorções na rede cristalina que impedem a indexação.

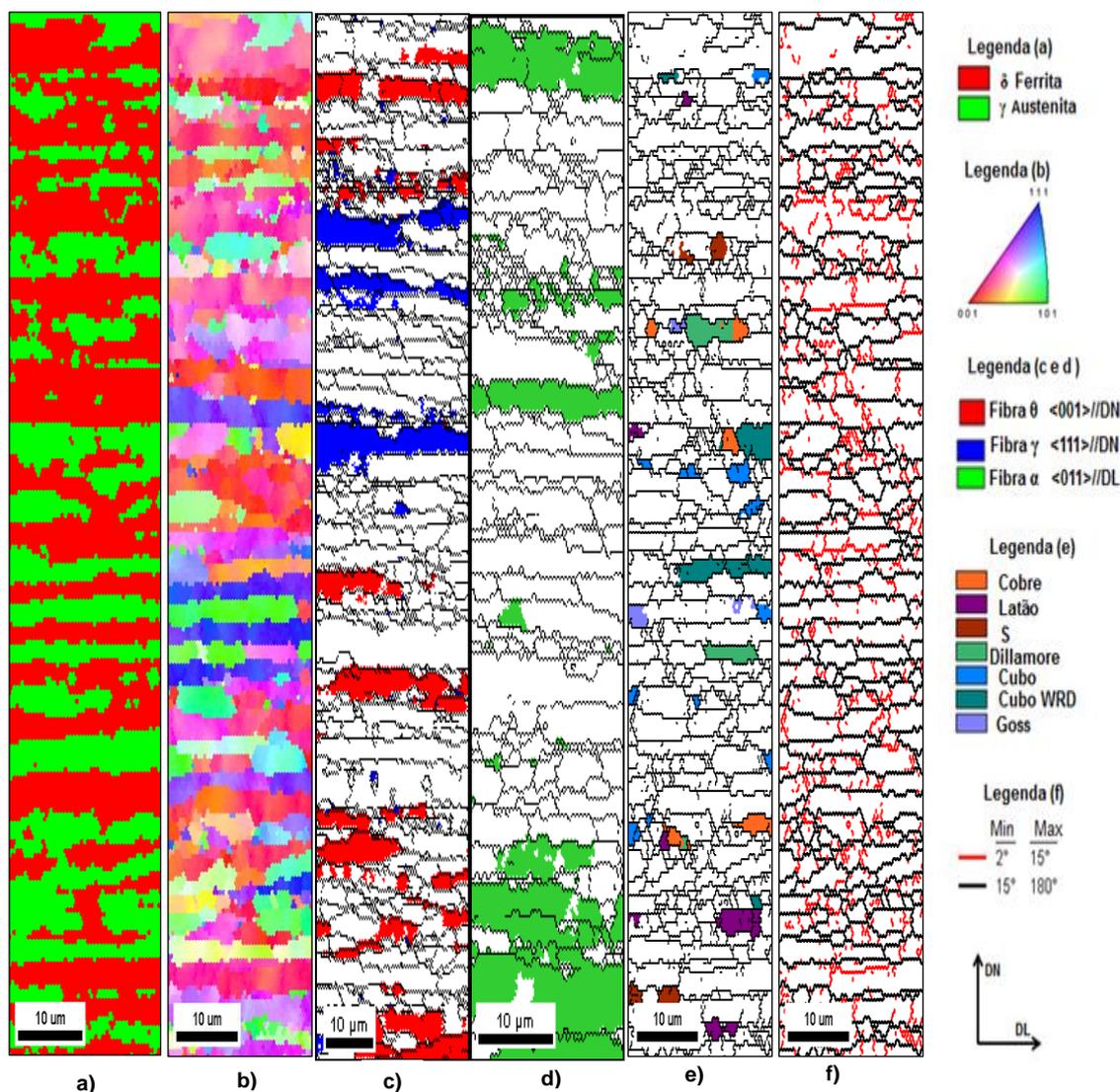


Figura 5.33: Mapeamento da região central da amostra laminada a frio após 18% de redução do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa da fibra e α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 88%.

Na figura 5.34 pode ser observado a fração dos contornos de baixo ângulo (2 a 15°) e de alto ângulo (15 a 180°). Durante as análises foi observado que os contornos de baixo ângulo estavam mais presente na fase austenítica que na fase ferrítica.

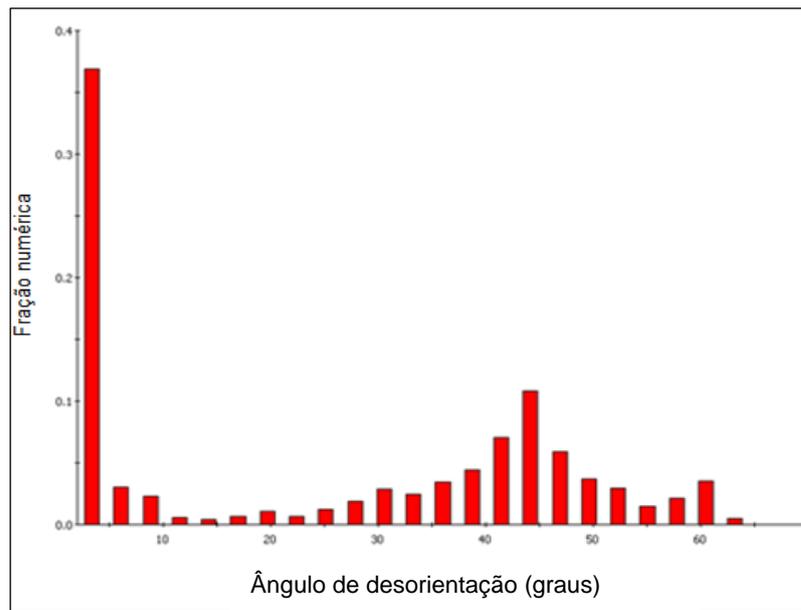
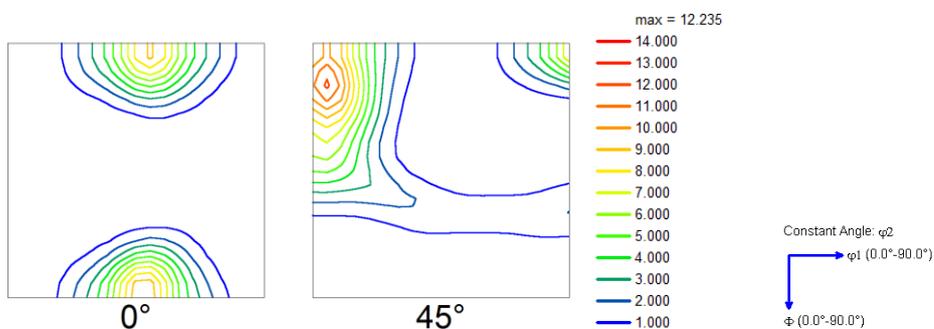


Figura 5.34: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após 18% de redução a frio do AID S32304.

Após 18% de deformação nota-se através dos gráficos de desorientação das figuras 5.31 e 5.34 que a amostra apresentou um aumento no valor do contorno de baixo ângulo passando de 0,400 para 0,440. O contorno de baixo ângulo pode ser representado por um conjunto de discordâncias (deslocações), são subgrãos com diferença de orientação de poucos graus de menor energia com relação ao contorno de grão. [47]

A figura 5.35 mostra a ODF das fases austenítica e ferrítica.

a) Ferrita (δ)



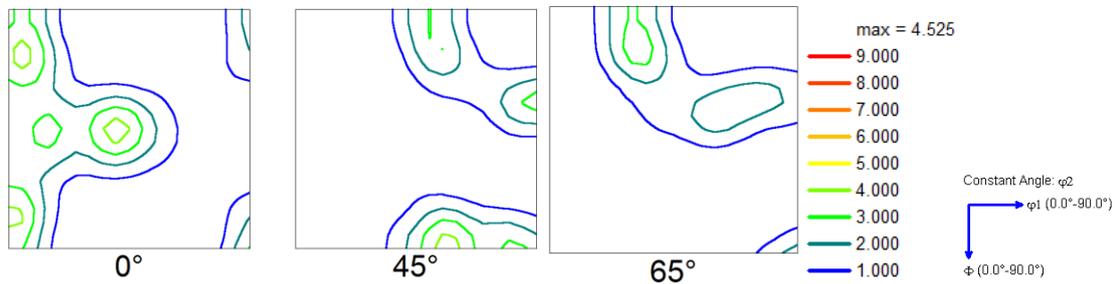
b) Austenita (γ)

Figura 5.35: ODF da amostra laminada a frio do AID S32304 (18% de redução); a) ferrita; b) austenita.

A figura 5.35 (a) mostra as principais componentes de textura da fase ferrítica. Nota-se na ODF que as componentes de alta intensidade $(4\ 4\ 11)[1-10]$, $(114)[1-10]$, $(001)[1-10]$ e $(113)[1-10]$ pertencem a fibra α . A fibra γ foi fracamente desenvolvida com as componentes $(111)[1-10]$ e $(111)[-1-12]$.

Observa-se na ODF figura 5.35 (b) que a componente de maior intensidade é o Latão $\{011\}\langle 211\rangle$ e a componente de menor intensidade foi o Dillamore. As demais componentes apresentaram intensidades intermediárias. As intensidades das componentes de textura cristalográfica foram semelhantes da austenita na amostra laminada a quente e recozida inclusive a componente cubo. Segundo Humphreys e Hatherly^[35], metais com baixa energia de falha de empilhamento desenvolvem textura do tipo Latão com a deformação plana. De acordo com experimento realizado em uma liga latão 70:30 laminada a a frio com percentual de 99, 90, 60 e 20% observou-se que a textura Latão foi fortemente desenvolvida com a laminação a frio.

Houve uma redução na intensidade do latão com relação ao material sem deformação a frio provavelmente devido a perda de indexação na austenita deformada realizada no EBSD convencional. A fase austenítica é que foi menos indexada e por isto teve sua fração volumétrica medida reduzida. Outro motivo de redução da fração da fase austenítica é uma possível transformação de fase martensítica (α'). Por limitações da técnica de EBSD a α' é indexada como ferrita devido ser de baixa distorção de rede.

❖ **Bobina laminada a frio após 50% de redução**

A figura 5.36 apresenta o mapeamento da região central obtida via técnica de EBSD de alta resolução do AID S32304 após 50% de deformação a frio.

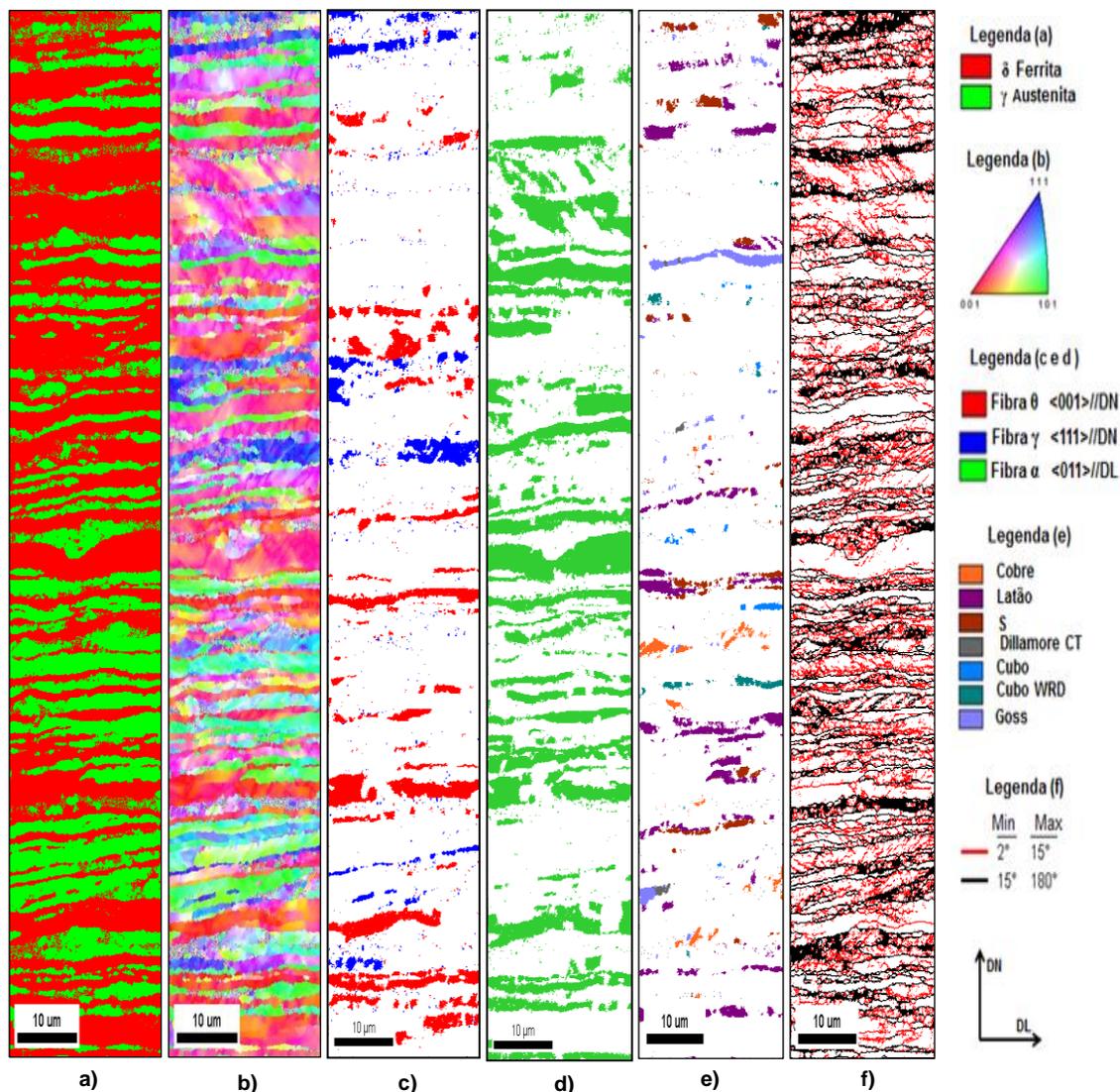


Figura 5.36: Mapeamento da região central da amostra laminada a frio após 50% de redução do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa da fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação de 70%

Observa-se nos mapas de fibras da fase ferrítica figura 5.38 (c) e (d) que a fibra α predomina com maior fração volumétrica. A deformação a frio promove a multiplicação das discordâncias e do seu rearranjo em contornos de baixo ângulo.

Comparando os resultados obtidos na laminação a frio após 18% de redução observa-se na figura 5.37 maior fração volumétrica do contorno de baixo ângulo passando de 0,440 para 0,636.

Os contornos de baixo ângulo estiveram mais presentes na fase austenítica e os contornos de alto ângulo apresentam maior fração volumétrica na fase ferrítica.

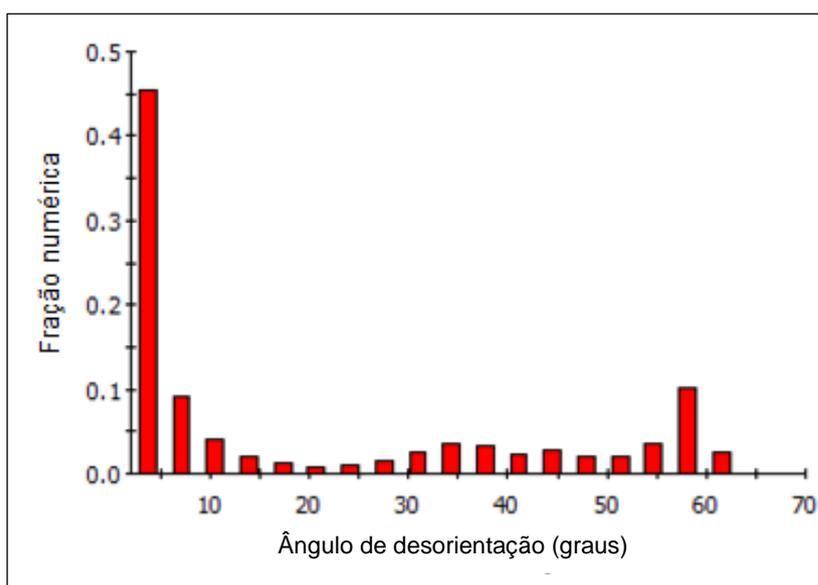


Figura 5.37: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após 50% de redução a frio do AID S32304.

A figura 5.38 mostra a ODF das fases austenítica e ferrítica.

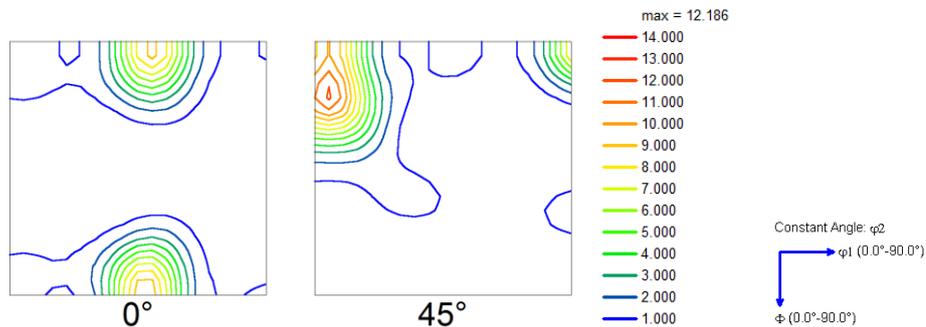
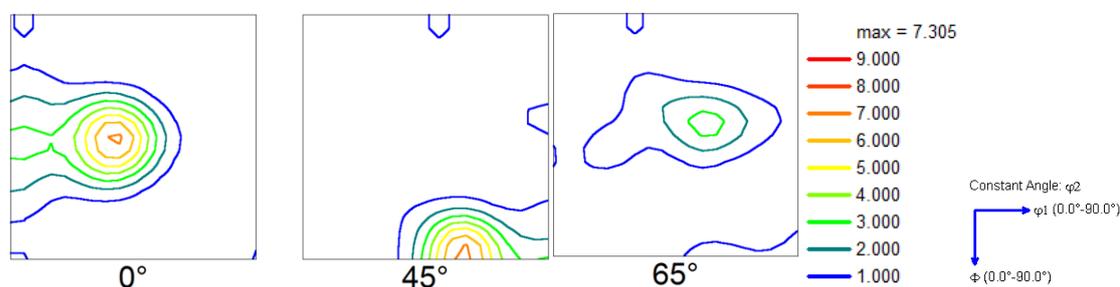
a) Ferrita (δ)b) Austenita (γ)

Figura 5.38: ODF da amostra laminada a frio do AID S32304 (50% de redução); a) ferrita; b) austenita.

Pela análise da figura 5.38 (a) observa-se que as componentes de maiores intensidades são: $(114)[1-10]$, $(113)[1-10]$, $(001)[1-10]$ e $(4\ 4\ 11)[1-10]$ pertencentes a fibra α que é fortemente desenvolvida ao longo da deformação a frio. A fibra γ foi fracamente desenvolvida.

Na ODF, figura 5.38 (b) a componente latão apresenta intensidade maior com relação às outras componentes. Foi observado que a componente cubo não é estável com a laminação a frio desaparecendo com maiores reduções. A componente latão apresentou maior intensidade medida com relação a amostra deformada a frio com 18% pelo fato da análise ser tido feita por EBSD de alta resolução. A componente Cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ desaparece após 50% de deformação a frio.

❖ **Bobina laminada a frio (LF6) após 62% de redução**

A figura 5.39 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica EBSD de alta resolução do AID S32304 após 62% de deformação a frio.

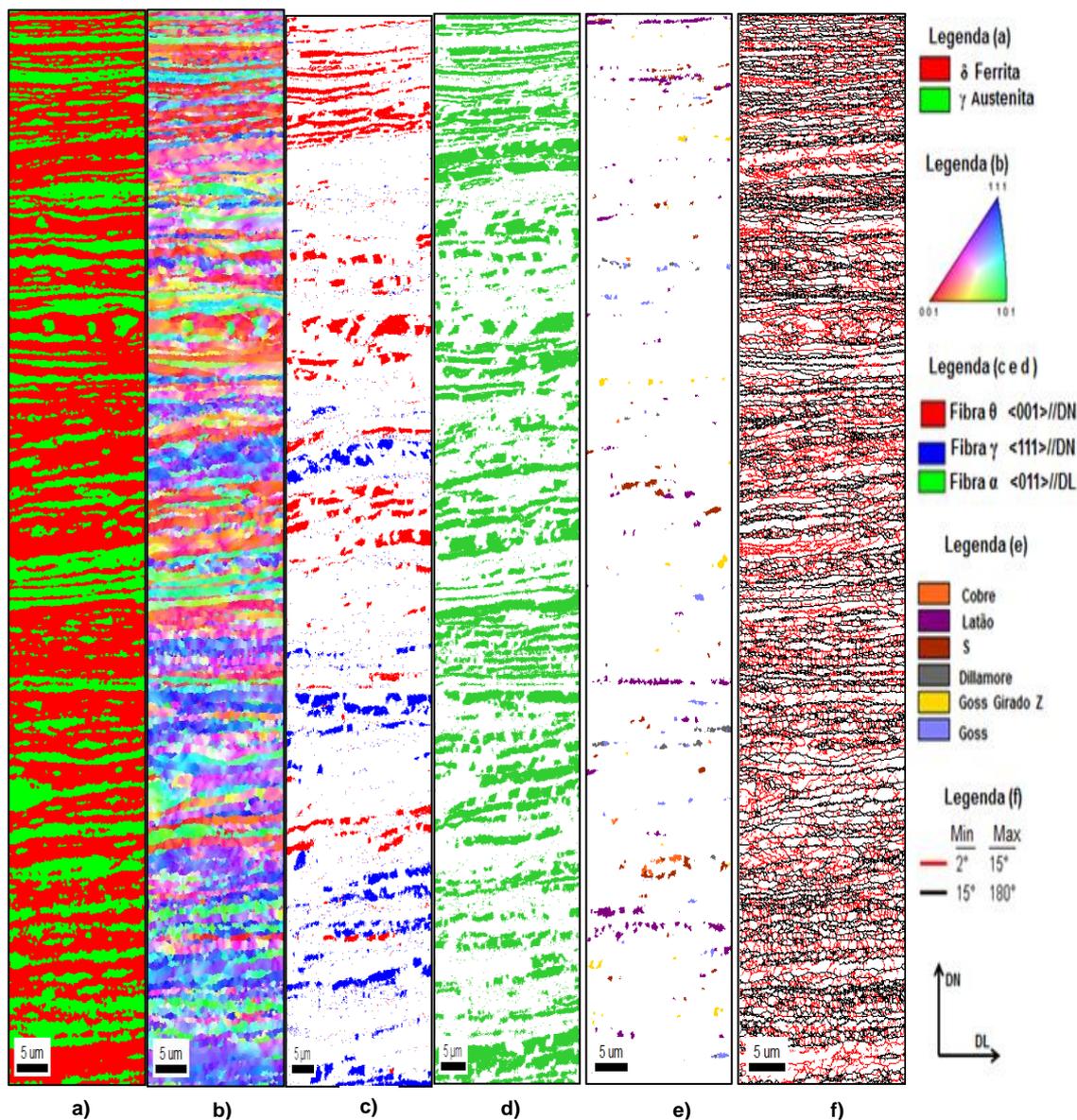


Figura 5.39: Mapeamento da região central da amostra laminada a frio após 62% de redução do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 70%.

Nota-se na figura 5.39 uma matriz de microestrutura ferrítica e austenítica bandeada com grãos deformados, achatados e alongados na direção de laminação. Observa-se na figura 5.39 (c) e (d) que a fibra α foi a de maior intensidade.

Observa-se na figura 5.40 que a fração de contorno de baixo e alto ângulo foi de 0,726 e 0,274 respectivamente. Pode ser observado um aumento no contorno de baixo ângulo com o aumento da deformação a frio. A austenita apresenta maior concentração de contorno de baixo ângulo em relação à ferrita.

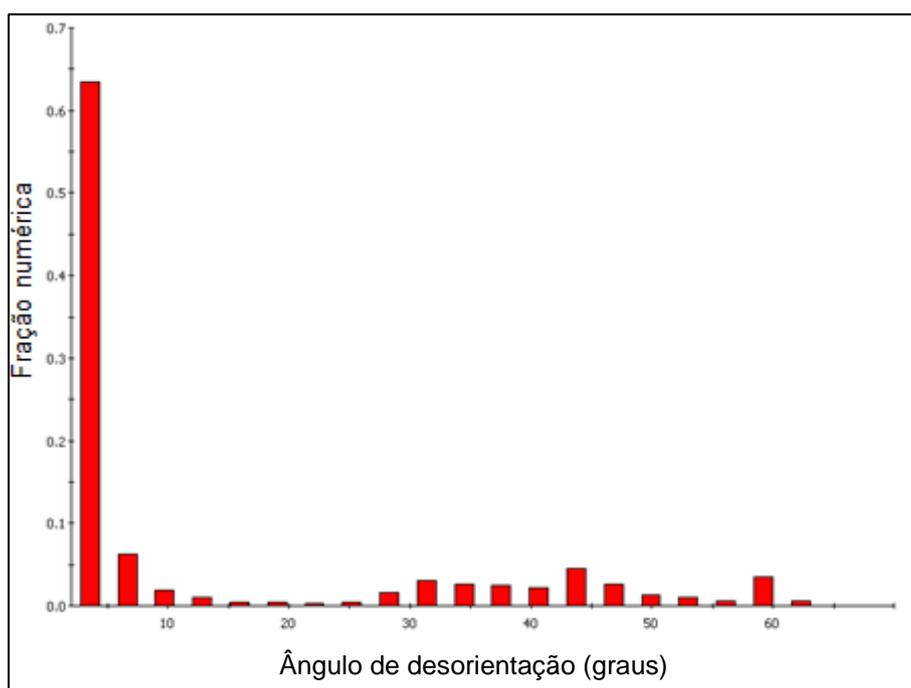
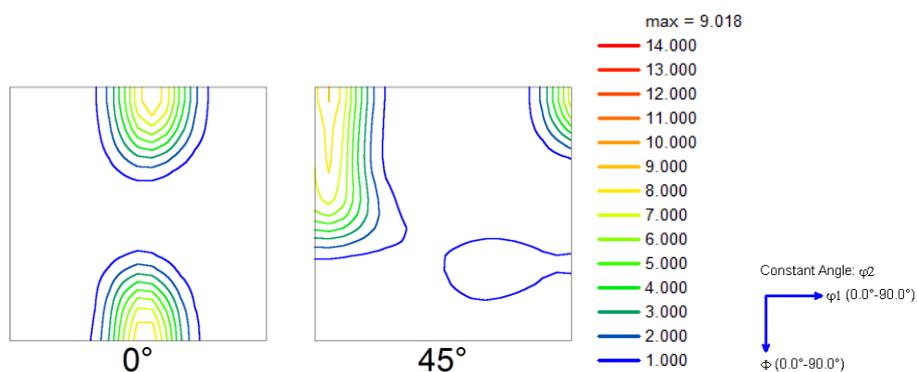


Figura 5.40: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após 62% de redução a frio do AID S32304.

A figura 5.41 mostra a ODF das fases austenítica e ferrítica.

a) Ferrita (δ)



b) Austenita (γ)

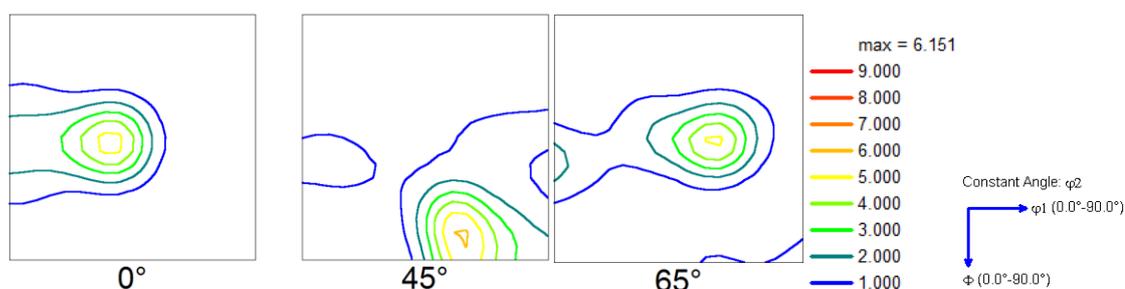


Figura 5.41: ODF da amostra laminada a frio do AID S32304 (62% de redução); a) ferrita; b) austenita.

Nota-se na ODF figura 5.41 (a) que as componentes desenvolvidas com maior intensidade foram $(001)[1-10]$, $(114)[1-10]$, $(113)[1-10]$ e $(4\ 4\ 11)[1-10]$ pertencentes a fibra α . A fibra γ foi fracamente desenvolvida.

Na figura 5.41 (b), observa-se a ODF para a fase austenítica, a componente $\{011\}\langle 211\rangle$ apresentou maior intensidade. Esta componente apresentou intensidade mais elevada em todos os estágios de deformação a frio. A componente S $\{123\}\langle 364\rangle$ apresentou pouca variação com o aumento da deformação a frio. A orientação cobre se mostrou de baixa intensidade.

Segundo Kumar e Gosh ^[53] as intensidades das orientações nos materiais CFC estão relacionadas com a energia de falha de empilhamento (EFE) dos metais. Sabe-se que as componentes de orientação Latão e Cobre se desenvolvem em materiais com baixa energia de falha de empilhamento como nos aços inoxidáveis austeníticos.

Zaid e Bhattacharjee ^[39] estudaram o comportamento individual das fases presentes na textura cristalográfica de um aço inoxidável duplex por laminação cruzada. Para a fase ferrítica foi apresentada a ODF de seção $\varphi_2=45^\circ$ e mostrou uma forte componente de orientação $\{001\}\langle 1-10 \rangle$. Observou também para a fase austenítica as ODF de seção $\varphi_2 = 0, 45$ e 65° o desenvolvimento de uma componente com maior intensidade de orientação Latão.

Os resultados parecem evidenciar que as fases ferrítica e austenítica no aço inoxidável duplex tendem a evoluir a textura de forma similar aos aços monofásicos austeníticos e ferríticos. Não parece haver, portanto uma influência do pequeno tamanho de grão na evolução da textura de deformação.

❖ Bobina laminada a frio e recozida

A figura 5.42 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica EBSD convencional do AID S32304 após tratamento térmico de recozimento.

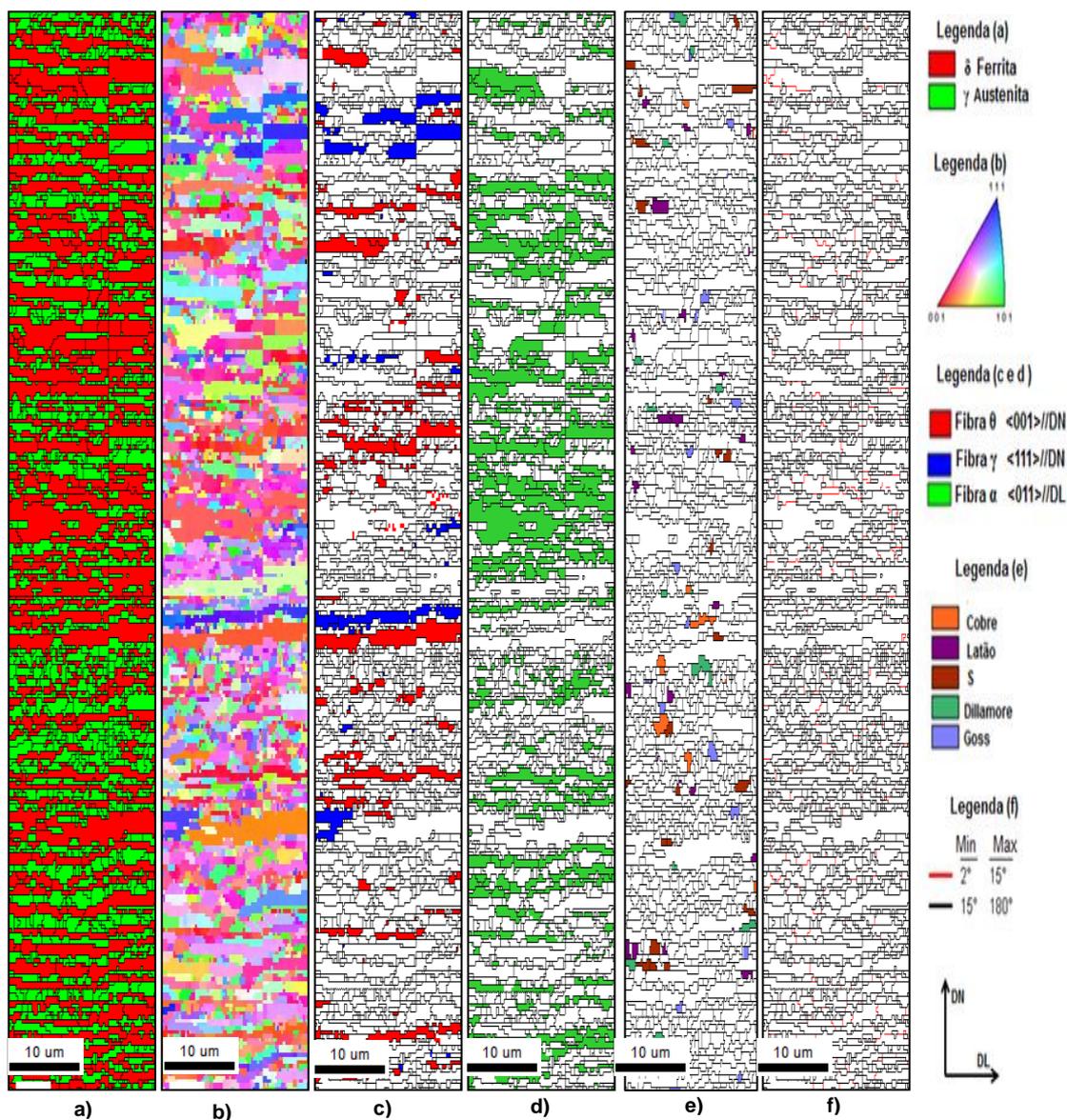


Figura 5.42: Mapeamento da região central da amostra recozida (BFR) do AID S32304: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 97%.

Após tratamento térmico de recozimento pode ser observado na figura 5.42 uma microestrutura com grãos recristalizados. Na ferrita a fração volumétrica da fibra α diminui porém em relação à amostra deformada a frio com 62% passando de 0,411 para 0,273, o que é típico em tratamento térmico em aços inoxidáveis monofásicos. Nos aços monofásicos a fibra gama após o recozimento aumenta sua fração volumétrica, mas este comportamento não foi observado no aço inoxidável duplex S32304.

Na figura 5.43 observa-se que o contorno de baixo ângulo quase desaparece ficando na ordem de 0,069 e para o contorno de alto ângulo a fração volumétrica foi de 0,931. Isto mostra que o tratamento térmico foi bastante eficiente na geração de novos grãos. Observou-se maior fração volumétrica do contorno de alto ângulo na fase austenítica.

A recristalização pode ser definida como a eliminação de defeitos cristalinos através da migração de contornos de alto ângulo. O principal potencial termodinâmico para que a recristalização ocorra é a energia armazenada na deformação. ^[29]

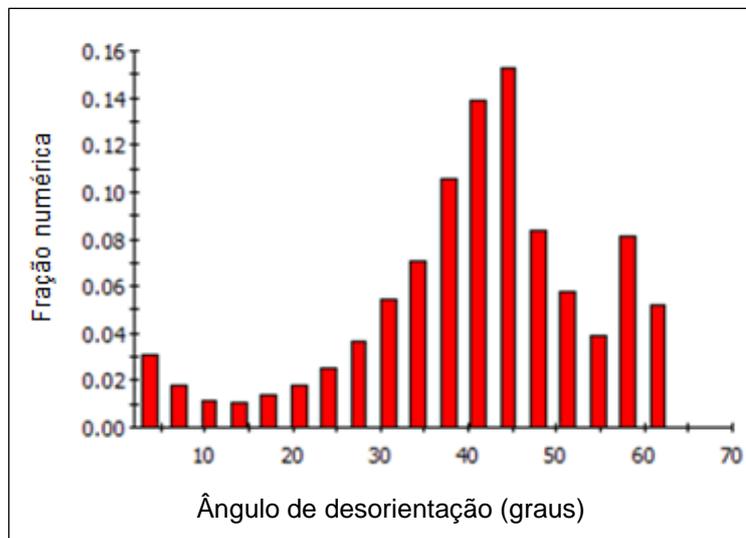
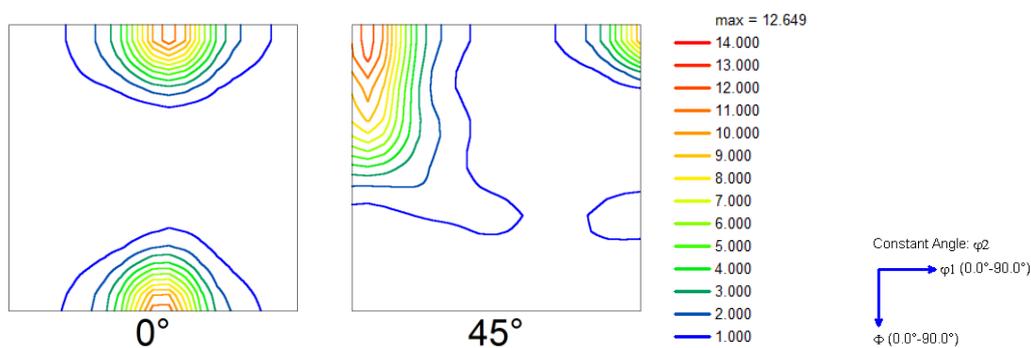


Figura 5.43: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo após recozimento (BFR) do AID S32304.

A figura 5.44 mostra a ODF das fases austenítica e ferrita.

a) Ferrita (δ)



b) Austenita (γ)

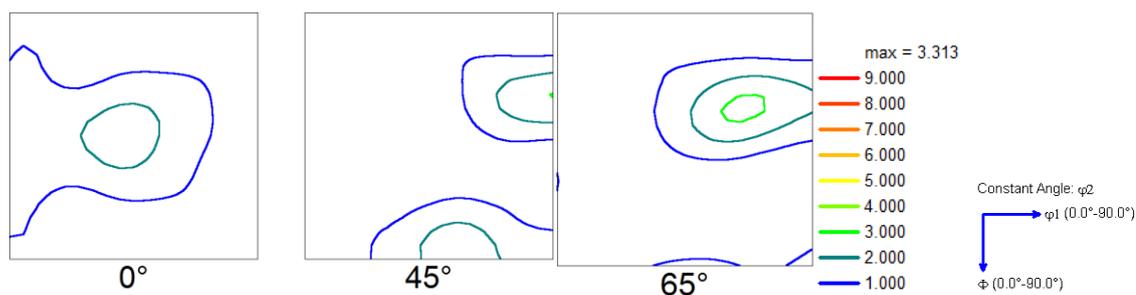


Figura 5.44: ODF da amostra recozida (BFR) do AID S32304: a) ferrita; b) austenita.

Após tratamento térmico de recozimento, a componente presente na textura de deformação da fase ferrítica com maior intensidade apresentou-se de forma mais intensa também na textura de recristalização. Evidencia-se, assim, uma dependência da textura de recristalização da ferrita do AID S32304 em relação à textura de deformação. Na análise da fase austenítica após recozimento há um decréscimo no valor da intensidade da componente latão. No entanto, há um aumento nas intensidades de cobre e Dillamore que são texturas características de recristalização.

5.4.2 – Aço inoxidável duplex S31803

❖ Bobina laminada a quente e recozida (BQ)

A figura 5.45 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica EBSD convencional do AID S31803.

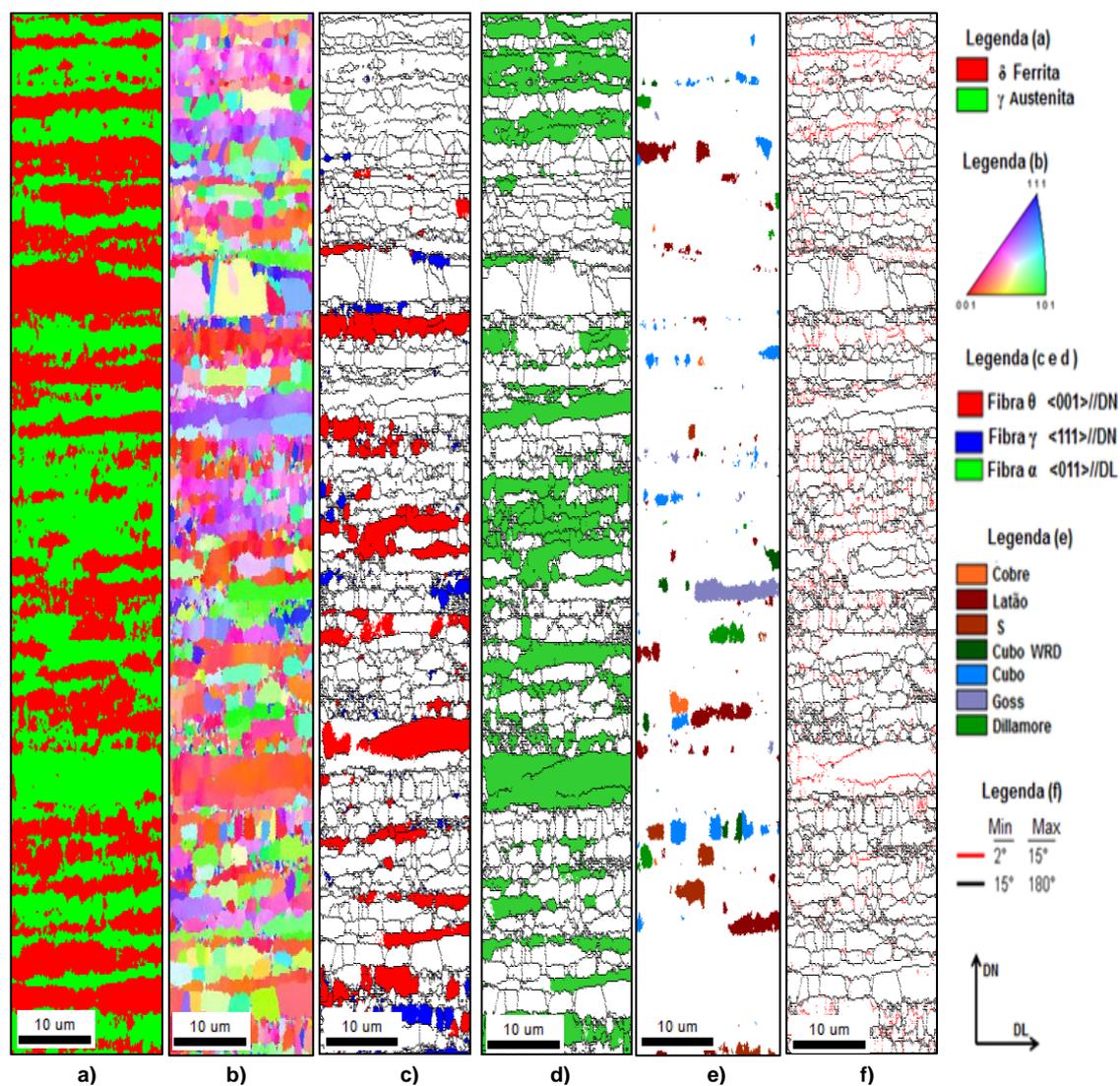


Figura 5.45: Mapeamento da região central da amostra BQ - S31803: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra γ (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 92%.

A figura 5.45 (a) mostra uma microestrutura de aço inoxidável duplex formada pela mistura de 51% de austenita e 49% de ferrita. Nota-se nas figuras 5.45 (c e d) os grãos com orientação $\langle 011 \rangle // DL$ pertencentes à fibra α possui maior fração volumétrica.

Observa-se na figura 5.46 a distribuição de contornos de baixo e alto ângulo na amostra laminada a quente e recozida uma fração volumétrica de 0,389 para contorno com variação de 2 a 15° e 0,611 para contorno de alto ângulo.

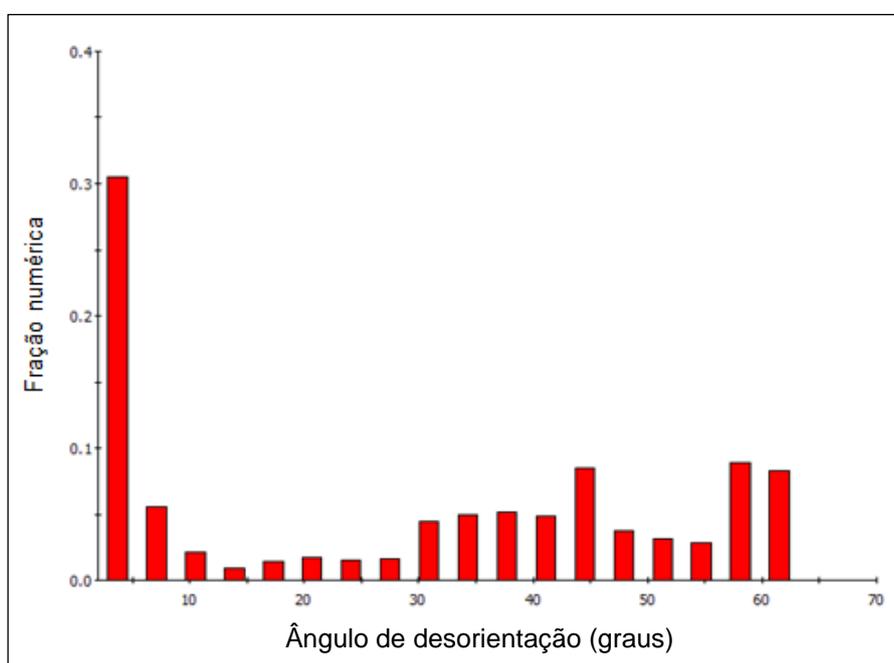


Figura 5.46: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S31803.

A distribuição de contornos de baixo e alto ângulo nas fases ferrítica e austenítica se mostrou similares não havendo divergência de contornos presentes com maior fração volumétrica em ambas as fases.

A figura 5.47 apresenta as ODF da fase austenítica e ferrítica da região central da amostra laminada a quente e recozida (BQ).

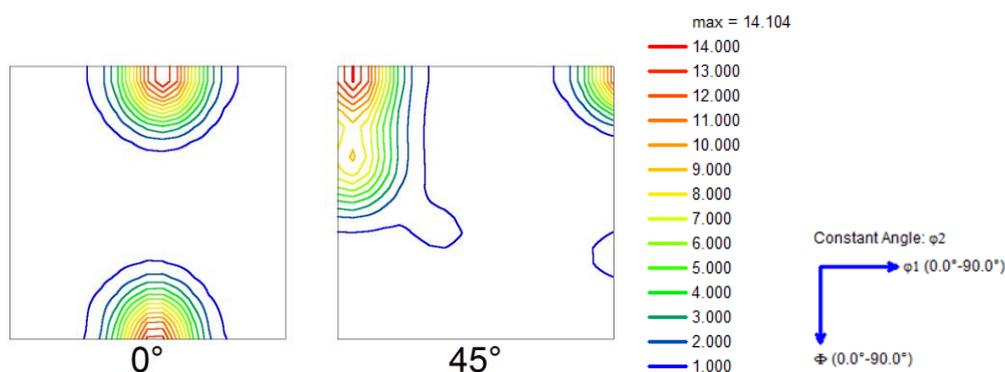
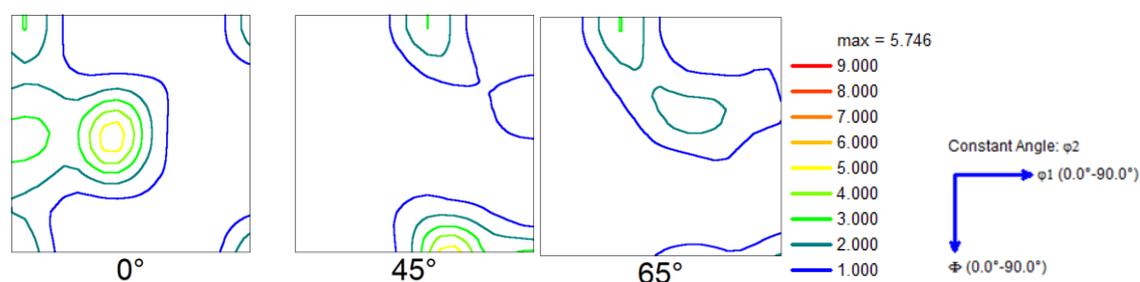
a) Ferrita (δ)b) Austenita (γ)

Figura 5.47: ODF da amostra laminada a quente e recozida (BQ) do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.

As principais componentes de textura na fase ferrítica, figura 5.47 (a) são: (001)[1-10], (114)[1-10], (113)[1-10], (4 4 11)[1-10], a componente (112)[1-10] apresenta intensidade intermediária. Todas as componentes pertencem à fibra α ao longo de φ . Com o aumento do ângulo de φ as intensidades foram diminuindo.

A fibra γ foi fracamente desenvolvida com a componente (111)[1-10]. Notou-se que a textura apresentada na amostra laminada a quente e recozida (BQ) do aço inoxidável duplex UNS S32304 (*lean*) apresentou componentes e intensidades similares a esta condição.

Na ODF, figura 5.47 (b), a austenita apresenta a componente latão com maior intensidade, e as componentes Goss, cobre, S e cubo com intensidade intermediárias, sendo similar a textura encontrada na amostra como recebida do AID S32304.

Souza ^[41] observou em seus experimentos no material laminado a quente como recebido as principais componentes de textura do AID S31803. Para a fase ferrítica a componente de textura (001)[1-10] apresentou maior intensidade e as componentes (113)[1-10], (112)[1-10] intensidades intermediárias. Já para a fase austenítica as principais componentes foram: latão e S.

Badji e seus colaboradores ^[55] estudaram o aço inoxidável duplex UNS S31803 laminada a quente e caracterizaram uma amostra como recebida na seção transversal via técnica EBSD e observaram que a textura cristalográfica da fase CFC é composta principalmente da componente latão e as componentes cobre, cubo, S e Goss aparecem com menor intensidade. Assim esta textura pode ser descrita como uma mistura de textura de deformação e de recristalização. Já a textura da fase CCC é constituída principalmente da fibra α <110>//DL com a componente (001)[1-10] presente de forma mais intensa e a fibra <111>//DN menos intensa.

❖ **Bobina laminada a frio com redução de 21% redução**

A figura 5.48 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica EBSD convencional do AID S31803 após 21% de deformação a frio.

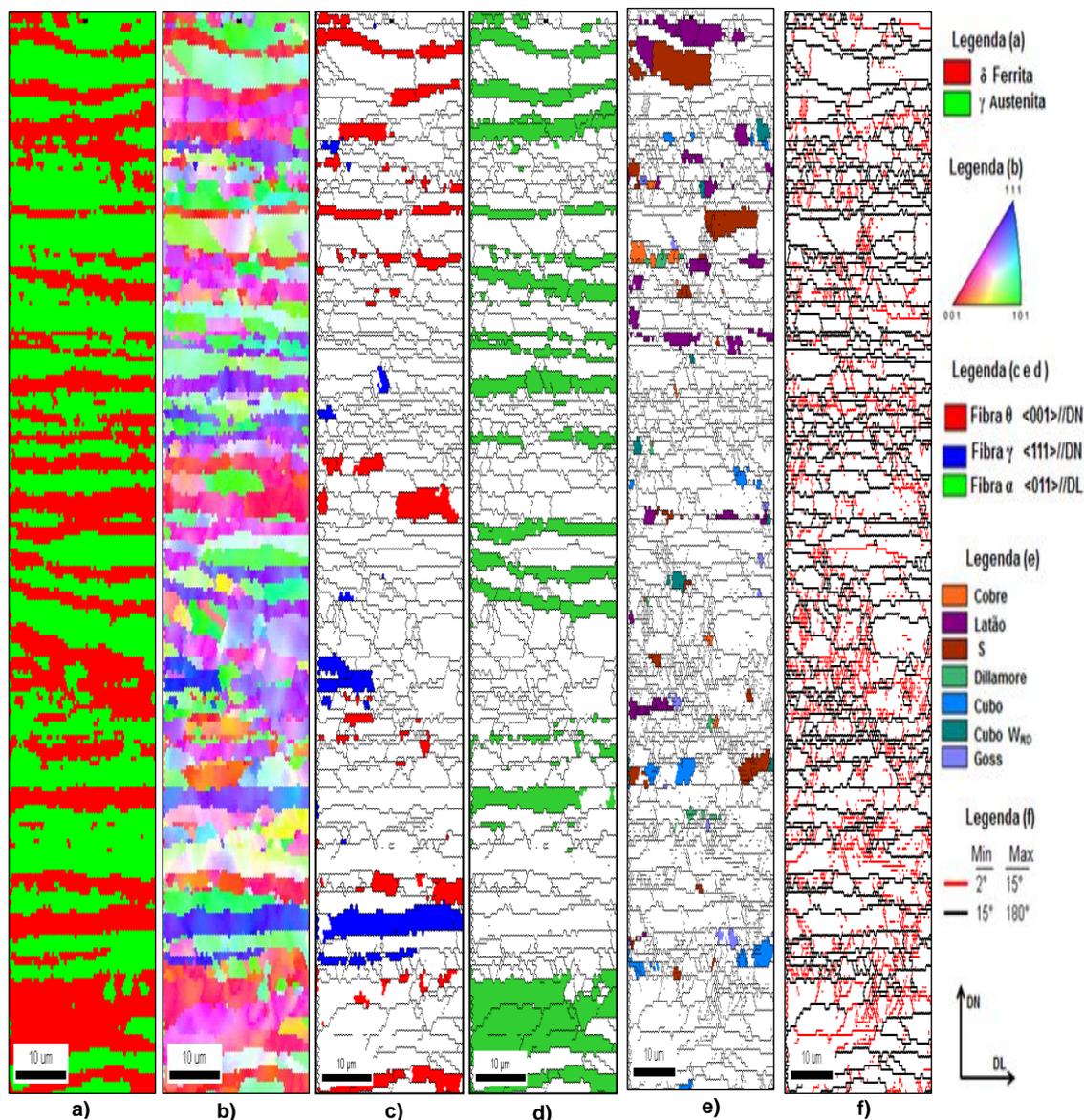


Figura 5.48: Mapeamento da região central da amostra S31803 com 21% de deformação: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra e α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 88%.

O mapa de fases da figura 5.48 (a) apresenta a distribuição das fases ferrita e austenita com suas camadas mais alongadas na direção de laminação. Nos mapas 5.48 (c) e (d) há uma distribuição das fibras características da ferrita. Observa-se que a fibra α foi de maior intensidade.

Através do mapa de contorno de grão figura 5.48 (f) pode ser observado no gráfico de desorientação da figura 5.49 que após 21% de deformação a frio o contorno de baixo ângulo aumentou mais no valor da sua fração volumétrica característica de material encruado.

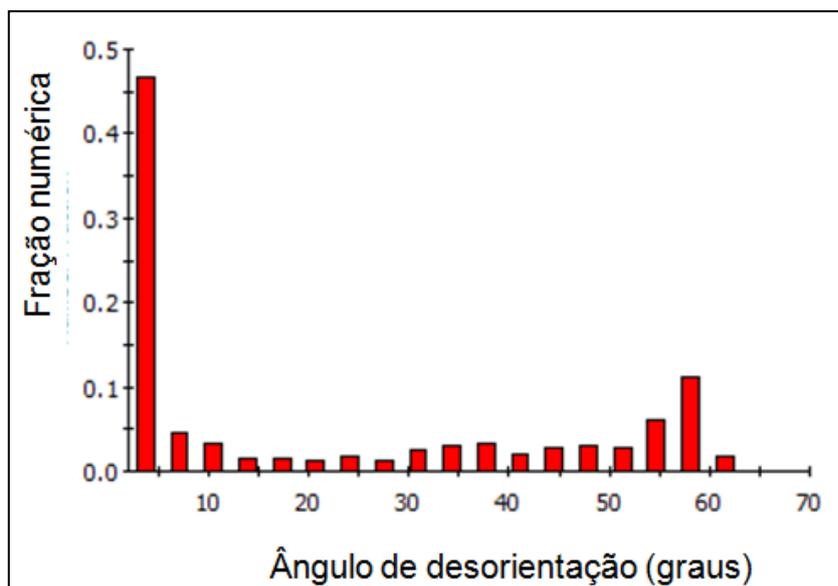


Figura 5.49: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio após 21% de redução do AID S31803.

Durante as análises foi observado que os contornos de baixo ângulo estavam mais presentes na fase austenítica com relação à ferrita.

A figura 5.50 mostra a ODF das fases austenítica e ferrítica.

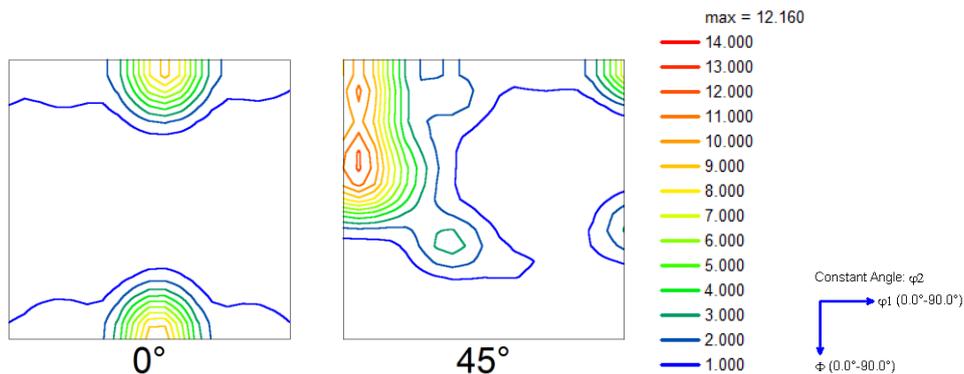
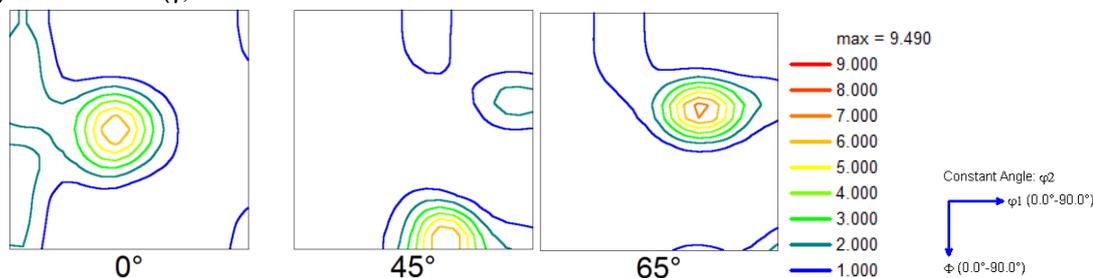
a) Ferrita (δ)b) Austenita (γ)

Figura 5. 50: ODF da amostra laminada a frio após 21% de redução do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.

Na ODF, figura 5.50 (a) após deformação a frio as componentes $(112)[1-10]$, $(4\ 4\ 11)[1-10]$ apresentaram intensidades mais elevadas. Observa-se que a componente $(112)[1-10]$ aumentou 50% no valor da sua intensidade passando de 4,2 para 8,4. As componentes mais desenvolvidas estão presentes na fibra α . Na figura 5.48 (c) nota-se que a fibra γ foi fracamente desenvolvida.

Na austenita figura 5.50 (b) nota-se que a componente latão manteve-se estável e a componente cubo presente na textura da bobina laminada a quente e recozida aparece com intensidade menor.

Com relação ao AID S32304, o comportamento é similar com a amostra deformada a frio (18%). Souza^[41] observou comportamento semelhante com relação a componente

(112)[1-10] na fase ferrítica e a componente latão na fase austenítica após 20% de deformação a frio.

❖ Bobina laminada a frio com 52% de redução

A figura 5.51 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica de EBSD de alta resolução do AID S31803 após 52% de deformação a frio.

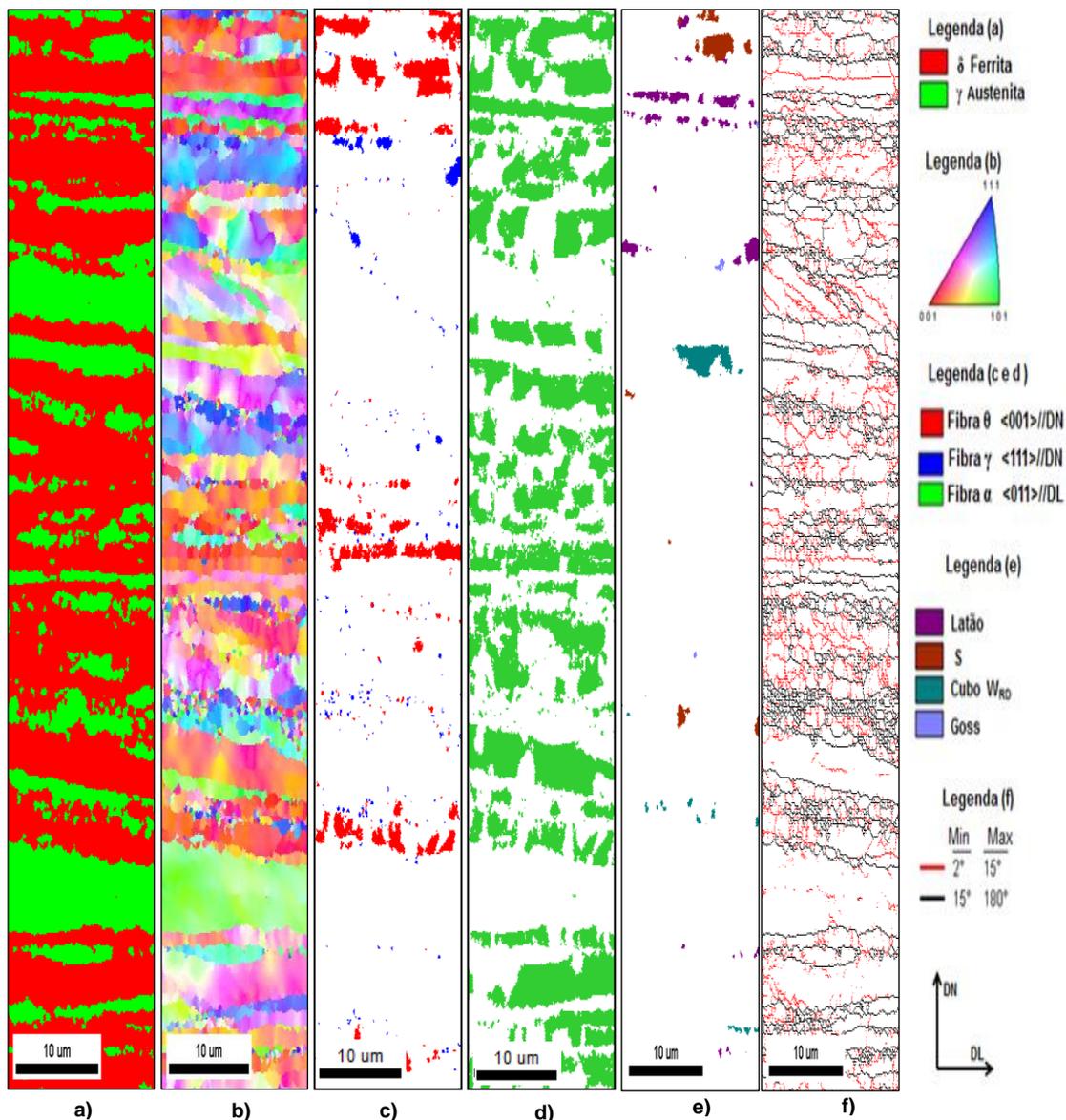


Figura 5.51: Mapeamento da região central da amostra S31803 com 52% de deformação: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ

(ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 70%.

Observa-se nos mapas de fibras da fase ferrítica figura 5.53 (c e d) que a fibra α e θ apresentam maior fração volumétrica e a fibra γ quase não aparece na amostra deformada.

Na figura 5.52 está ilustrado o mapa de contornos de grãos. Comparando os resultados obtidos na laminação a frio após 21% de redução observa-se maior fração volumétrica do contorno de baixo ângulo.

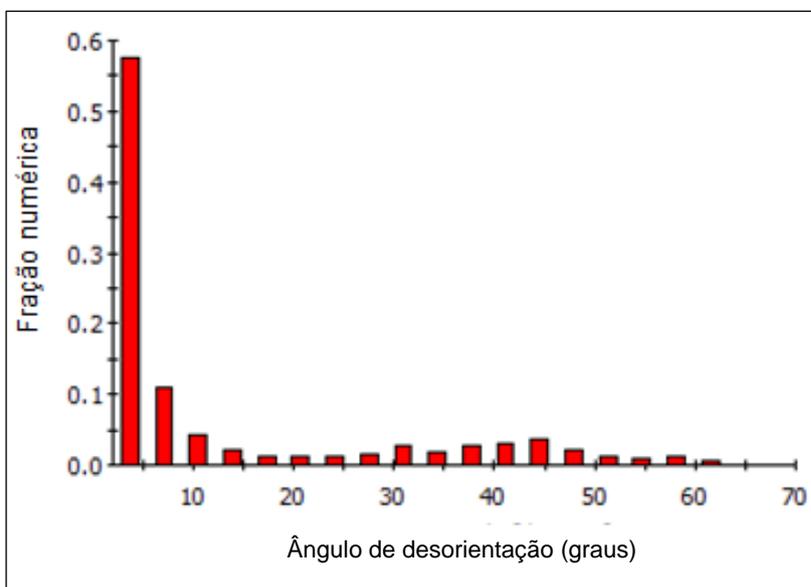


Figura 5.52: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio após 52% de redução do AID S31803.

Os contornos de baixo ângulo estiveram mais presentes na fase austenítica e os contornos de alto ângulo apresentam maior fração volumétrica na fase ferrítica.

A figura 5.53 mostra a ODF das fases austenítica e ferrítica.

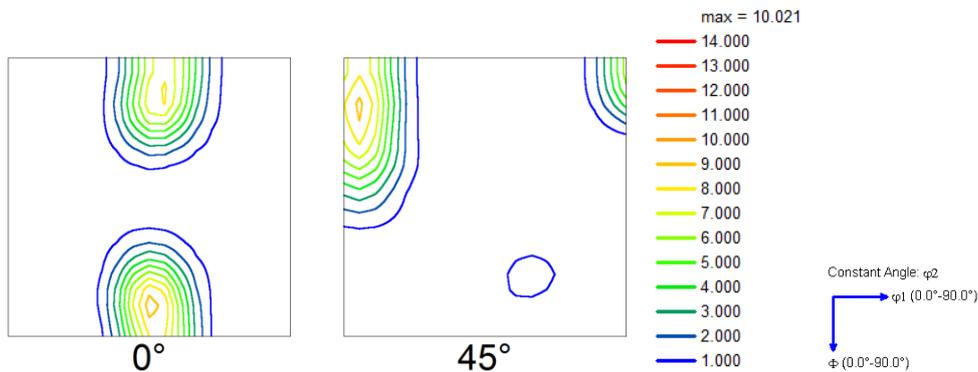
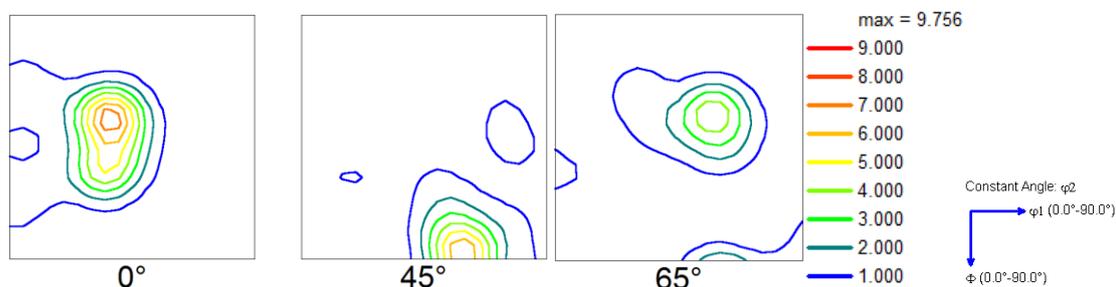
a) Ferrita (δ)b) Austenita (γ)

Figura 5.53: ODF da amostra laminada a frio após 52% de redução do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.

Na figura 5.53 (a) observa-se que as duas componentes mais intensas $(114)[1-10]$ e $(113)[1-10]$ estão presentes na fibra α e com o aumento do ângulo de φ as intensidades nas componentes é reduzida.

Na ODF 5.53 (b) e no mapa da figura 5.51 (e) nota-se que a componente latão está presente com maior intensidade com relação às outras componentes.

Segundo Souza ^[41] a componente $(112)[1-10]$ presente na fase ferrítica apresentou intensidades máximas na deformação e a componente latão apresentou-se estável sem aumento no valor da sua intensidade porém sendo a principal componente presente na deformação a frio.

❖ **Bobina laminada a frio (LF6) com 64% de redução**

A figura 5.54 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica de EBSD de alta resolução do AID S31803 após 64% de deformação a frio.

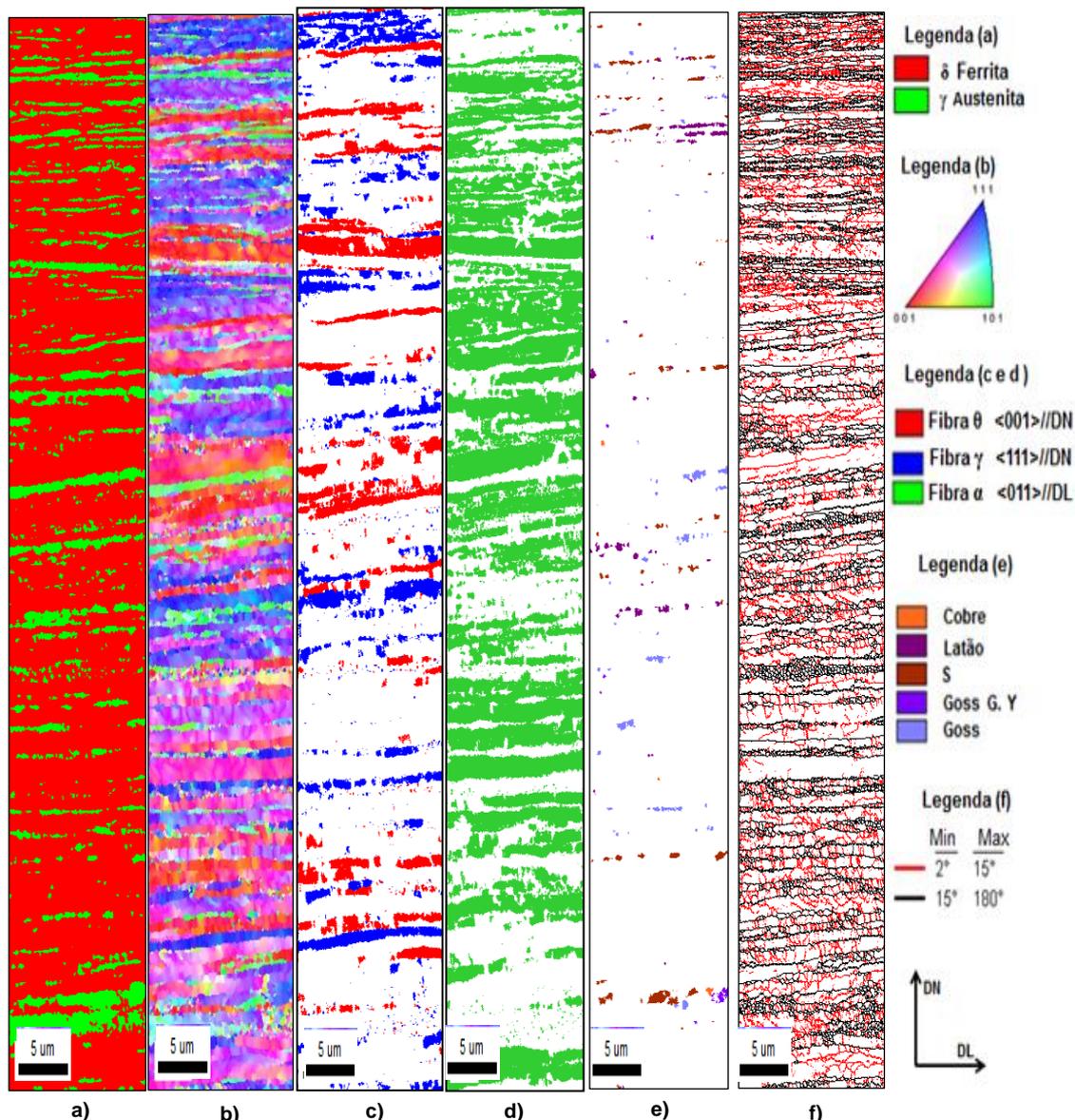


Figura 5.54: Mapeamento da região central da amostra S31803 com 64% de deformação: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 70%.

Segundo Sandim ^[34], durante a deformação plástica os grãos se tornam mais alongados aumentando assim a área total de contornos de grão. Simultaneamente as discordâncias são geradas durante a deformação e passam a interagir entre si formando uma subestrutura mais complexa.

Observa-se uma microestrutura de grãos alongados na direção de laminação. Na figura 5.54 (d) e (e) nota-se uma fração volumétrica maior da fibra α .

Na figura 5.55 está ilustrado o mapa de contornos de grãos. Após 64% de deformação a amostra apresentou o valor de 0,745 para contorno de baixo ângulo e 0,255 para contorno de alto ângulo. Os contornos de baixo ângulo estão presentes em maior fração volumétrica na fase austenítica.

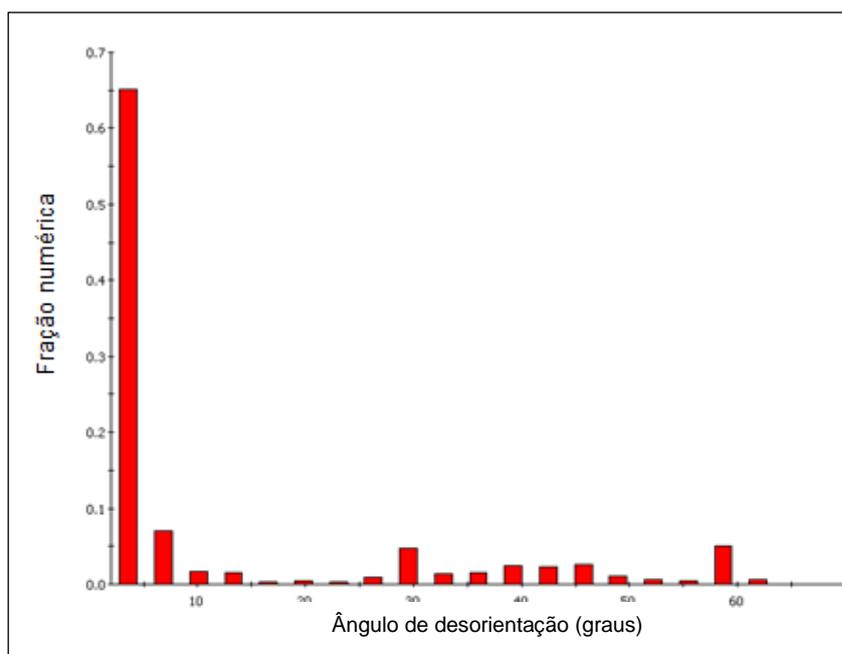


Figura 5.55: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio após 64% de redução do AID S31803.

A figura 5.56 ilustra a ODF da amostra deformada a frio com 64% de redução na sua espessura.

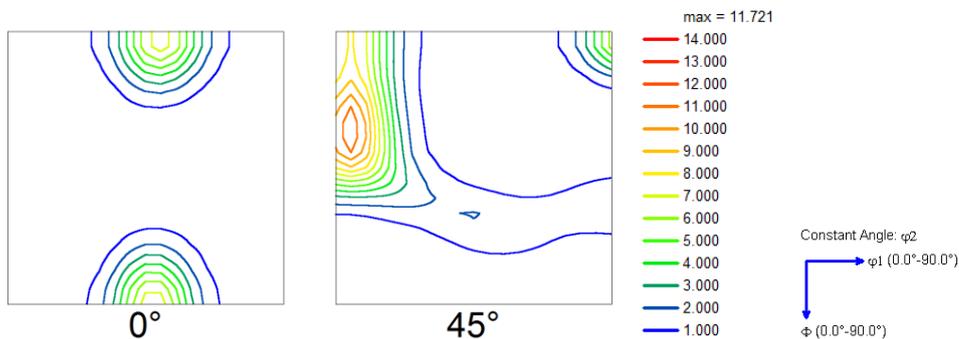
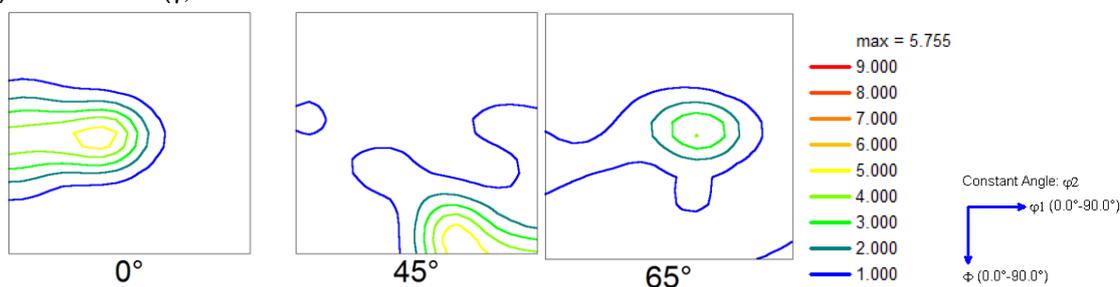
a) Ferrita (δ)b) Austenita (γ)

Figura 5.56: ODF da amostra laminada a frio após 64% de redução do AID S31803: a) ferrita; b) austenita.

As componentes presentes na fase ferrítica, figura 5.56 (a) são similares as componentes presentes na amostra deformada a frio com o percentual de 52%, ou seja, pertencentes a fibra α . A fibra γ desenvolveu-se levemente. Este comportamento foi observado no AID S32304.

Na fase austenítica figura 5.56 (b) a principal componente latão apresentou intensidade estável em todas as condições das amostras analisadas desde a bobina laminada a quente até 64% de redução a frio. Observou-se durante as análises que a componente obteve um maior desenvolvimento na sua intensidade foi a componente Goss. A componente S manteve intensidade intermediária durante todas as amostras analisadas. A componente cobre aumentou sua intensidade após 21% de deformação, no entanto após maiores percentuais de deformação sua intensidade diminui.

❖ **Bobina laminada a frio e recozida**

A figura 5.57 apresenta o mapeamento da região central obtido via técnica EBSD convencional do AID S31803 após tratamento térmico de recozimento.

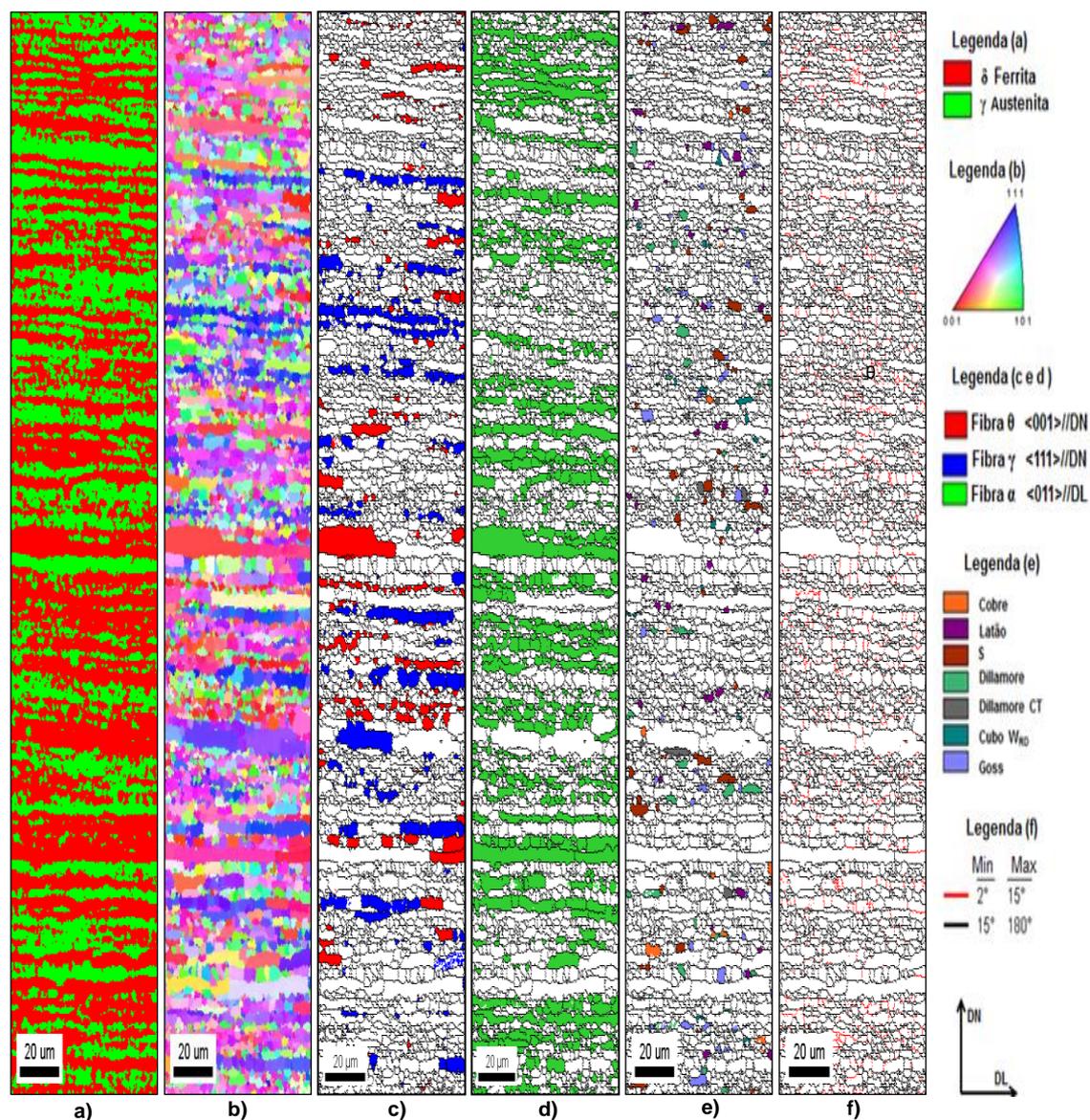


Figura 5.57: Mapeamento da região central da amostra BFR - S31803: a) mapa de fases; b) mapa de orientação; c) mapa das fibras θ e γ (ferrita); d) mapa de fibra α (ferrita); e) mapa das componentes presentes na austenita segundo o ângulo de Euler; f) mapa de contornos de grão. Indexação 97%.

Após tratamento térmico de recozimento pode ser observado na figura 5.57 uma microestrutura com grãos recristalizados. A fração volumétrica da fibra α diminui aproximadamente 46% passando de 0,631 para 0,337. Nos aços monofásicos a fibra gama após o recozimento aumenta sua fração volumétrica, porém este comportamento não foi observado no aço inoxidável duplex S31803.

Na figura 5.58 está ilustrado o mapa de contornos de grãos. Após tratamento térmico de recozimento a amostra apresentou o valor de 0,189 para contorno de baixo ângulo e 0,816 para contorno de alto ângulo. Os contornos de alto ângulo estão distribuídos nas fases ferrítica e austenítica, porém com fração volumétrica maior na austenita.

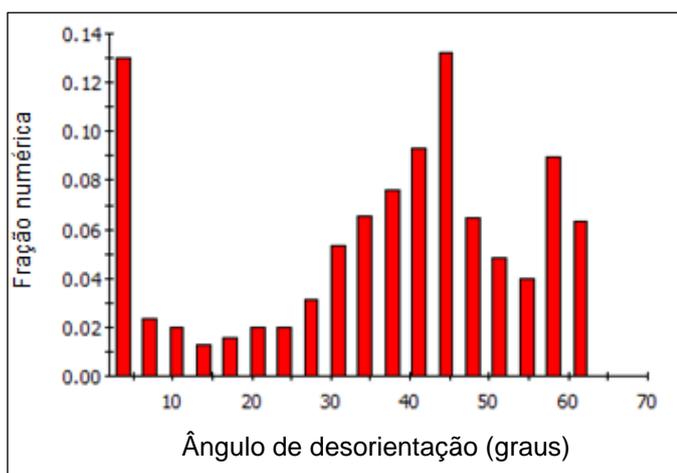
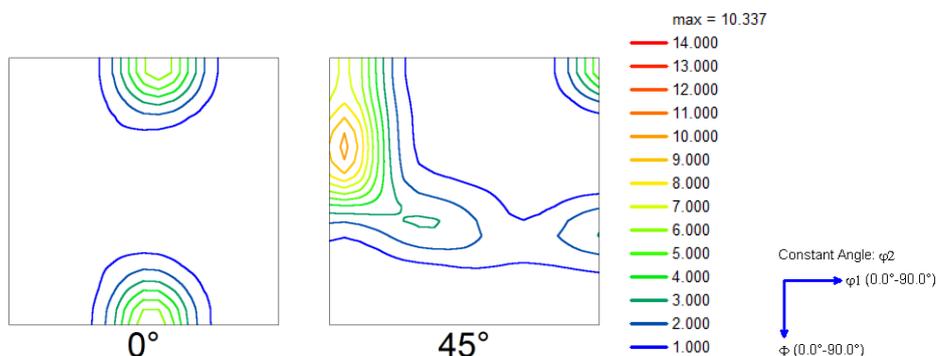


Figura 5.58: Frequência de contornos de baixo e alto ângulo da amostra laminada a frio e recozida (BFR) do AID S31803.

Este maior percentual de contornos de baixo ângulo no aço S31803 em relação ao S32304 é provavelmente devido ao maior percentual de Mo, que interfere no processo de migração de contornos.

A figura 5.59 mostra a ODF das fases austenítica e ferrítica.

a) Ferrita (δ)



b) Austenita (γ)

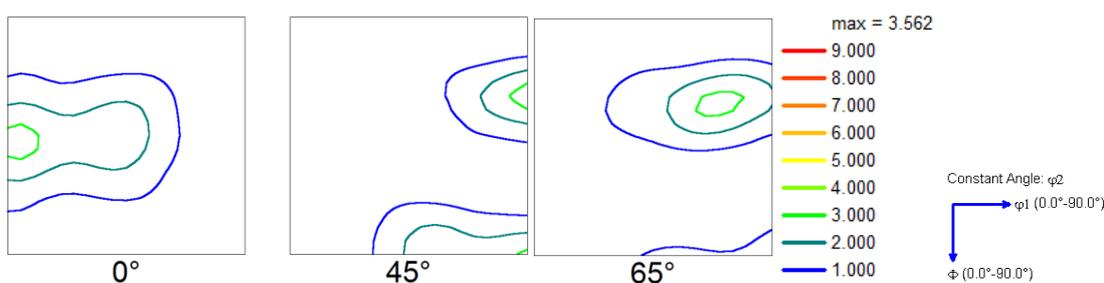


Figura 5.59: ODF da amostra laminada a frio e recozida (BFR) do AID S31803 : a) ferrita; b) austenita.

A figura 5.59 (a) mostra as principais componentes de textura da fase ferrítica. Nota-se na ODF que as componentes de alta intensidade $(4\ 4\ 11)[1-10]$, $(112)[1-10]$, $(113)[1-10]$ e $(114)[1-10]$ pertencem a fibra α . A fibra γ , foi fracamente desenvolvida, mas com maior intensidade que o observado no AID S32304. Na figura 5.59 (b) observa-se a ODF para a fase austenítica, que após recozimento houve um decréscimo na componente latão. No entanto, há um aumento nas intensidades de cobre e Dillamore que são texturas características de recristalização. O mesmo comportamento foi observado no AID S32304 após recozimento.

Souza ^[41] estudou o AID S31803 deformada a frio com percentual de 60% após tratamento térmico na temperatura de 1000°C com diferentes tempos observou que a tendência da componente (001)[1-10] com o tempo é aumentar, sendo a máxima intensidade 5,0. Na fase austenítica a componente Goss e latão aparecem como as principais componentes, porém com intensidades menores e as componentes cobre e cubo mostram-se mais presentes.

5.4.3 - Comportamento das fibras α , θ e γ presentes na fase ferrítica das amostras encruadas e recozidas dos AID S32304 e S31803.

As figuras 5.60 e 5.61 apresentam a relação das fibras com as diferentes condições analisadas e descritas no gráfico. Observa-se que a fibra α tanto para o AID S32304 e S31803 apresentou fração volumétrica maior para as amostras deformadas a frio em diferentes níveis de redução e para a amostra recozida. Nota-se que a fibra α teve fração volumétrica maior para o AID S31803.

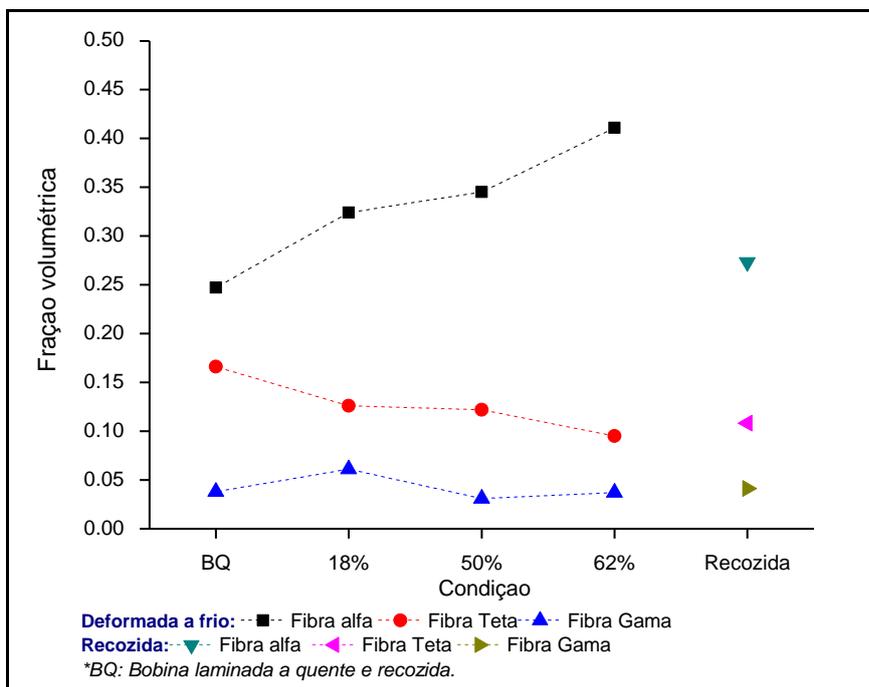


Figura 5.60: Fração volumétrica das fibras presentes na fase ferrítica do AID S32304 das amostras na condição de bobina laminada a quente, BFE e BFR.

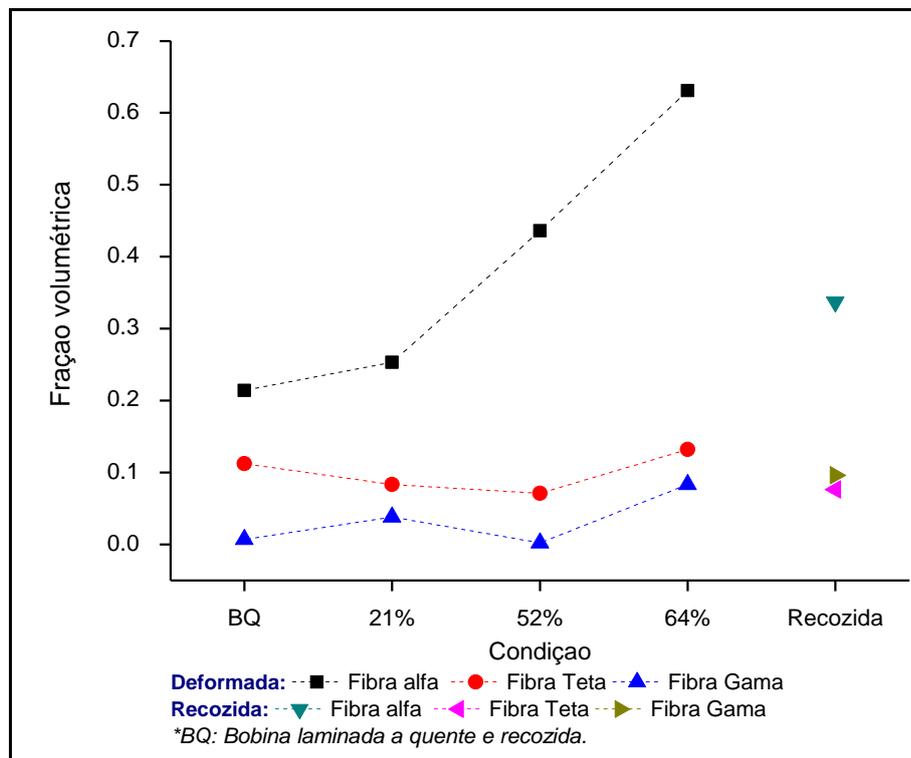


Figura 5.61: Fração volumétrica das fibras presentes na fase ferrítica do AID S31803 das amostras na condição de bobina laminada a quente e recozida, BFE e BFR.

Nas amostras dos AID S32304 e S31803 a textura da ferrita na condição de laminada a quente e recozida (BQ) a componente $\{001\}\langle 110 \rangle$ pertencente a fibra α apresentou maior intensidade com relação as outras componentes presentes nesta fibra. Nota-se que, com o aumento da deformação a frio não houve modificação na textura, continuando com fortes orientações de fibra α . Este comportamento já era esperado por ser esta fibra de maior estabilidade na laminação da ferrita. As flutuações de intensidade para outras componentes devem ser devido à pequena área utilizada.

Estes resultados estão de acordo com o resultado apresentado por Badji e seus colaboradores^[55] em experimentos realizados em um aço inoxidável duplex tipo 2205 laminado a quente que a ferrita é constituída principalmente da fibra α com uma forte componente de orientação $\{001\}\langle 110 \rangle$. Além disso, a fibra γ aparece de maneira não muito proeminente.

Souza ^[41] relatou em seus estudos para o AID S31803 que as amostras deformadas com 60 e 90% apresentaram a fibra α .

A fibra γ foi fracamente desenvolvida em todas as análises realizadas, apresentando frações volumétricas próximas em relação às amostras deformadas e recozidas. Segundo KEICHEL et al ^[52], caso ocorra recristalização primária, um desenvolvimento da fibra γ é observada com um forte desenvolvimento da componente $\{111\}\langle 112 \rangle$. As componentes $\{111\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 112 \rangle$ armazenam maior energia durante a laminação, desta forma, possuem condições mais favoráveis para nucleação e movimento de contorno de grão. Porém nos experimentos realizados nos aços inoxidáveis duplex esse comportamento não foi observado devido a baixa intensidade de fibra γ a partir da bobina laminada a quente e recozida.

Rodrigues ^[52] observou em um aço inoxidável ferrítico 430 estabilizado ao nióbio após recozimento interrompido nas temperaturas de 780, 830 e 880°C o aumento da fibra γ até a temperatura de 880°C e as fibras α e θ foram fracamente desenvolvidas. Estes experimentos não foram realizados neste trabalho.

Zaid e Bhattacharjee ^[39] observaram em seus experimentos que a componente $\{001\}\langle 110 \rangle$ pertencente a fibra α teve um desenvolvimento forte devido a sua estabilidade durante o procedimento de laminação cruzada. Esta mesma componente é retida durante o recozimento o que é consistente ao comportamento de recuperação na fase ferrítica.

Texturas de deformação e texturas de recristalização foram estudadas e comparadas aos aços monofásicos ferríticos. Para os aços ferríticos, as principais componentes da textura de deformação são $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$, sendo essas mantidas caso ocorra apenas recuperação. As componentes $\{111\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 112 \rangle$ aparecem durante a recristalização, principalmente devido a energia armazenada durante a laminação e o movimento preferencial dos contornos de grão. Caso ocorra recristalização primária, as componentes $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{112\}\langle 110 \rangle$ na fibra α desaparecem e a fibra γ com forte componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ ^{[51],[54]}

A partir dos resultados obtidos via técnica de EBSD convencional e de alta resolução observou-se que os grãos com orientações pertencentes à fibra α apresentaram pouco ou nenhum contorno de baixo ângulo no estado deformado a frio. Nota-se que os grãos com orientações pertencentes à fibra γ apresentaram uma maior densidade de contornos de baixo ângulo tanto para o AID S32304 e S31803, portanto alta energia armazenada. Após o recozimento os contornos de alto ângulo na fase ferrítica apresentaram-se com maior volume na fibra α em relação às outras fibras presentes, apresentando maior volume no AID S31803.

Na fase ferrítica, embora apresente textura típica de deformação o baixo percentual de contornos de baixo ângulo e a baixa desorientação no interior dos grãos sugere que o material após recozimento está recristalizado.

5.4.4 - Componentes presentes na fase austenítica em função da fração volumétrica nas amostras encruadas e recozidas dos AID S32304 e S31803.

Pode-se analisar quais as componentes são mais características em relação ao percentual de deformação e recozimento através da fração volumétrica obtida via *software* OIM que foram representadas nos mapas para cada condição analisada.

Durante a deformação plástica as componentes latão $\{011\}\langle 211\rangle$, cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ e Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ estão sempre presentes mas com intensidade baixa. Keitchel et al. ^[51] estudou a textura de recristalização em aços inoxidáveis duplex e observou a dependência desta textura em relação a textura de deformação especialmente Goss e Dillamore. A textura de deformação remanescente pode ser atribuída à ausência de crescimento orientado ocasionando baixa mobilidade dos contornos de grão. A baixa energia de falha de empilhamento favorece a formação de maclas durante a recristalização e o aparecimento da componente Dillamore $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8\rangle$.

As componentes D $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8\rangle$, S $\{123\}\langle 364\rangle$ e Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ aparecem com intensidade maior nas amostras recozidas, enquanto que a componente Cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ tem sua fração volumétrica reduzida nas amostras deformadas.

Foi observado também que as componentes S e cobre apresentaram menor fração volumétrica nas amostras laminadas a quente e recozida (BQ) nos AID S32304 e S31803. Badji e seus colaboradores ^[55] observaram em um aço inoxidável duplex na amostra como recebida uma textura composta principalmente de Latão e componentes com menor intensidade como Cobre, Cubo, Goss e S. Assim, a textura pode ser descrita como uma combinação de textura de deformação e recristalização. As componentes Cobre, S, Latão e Goss são componentes encontradas usualmente na textura de deformação, e as componentes Cubo, Goss e Latão estão presentes na textura de recristalização.

Souza ^[41] observou uma textura composta de S, Latão, Cubo e Goss para amostras como recebida, porém de intensidades fracas. Para deformações de até 30% a componente Latão manteve-se estável. Com o aumento do percentual de deformação para 40% a intensidade da componente Latão passou de 3,5 para 7. Em todas as amostras analisadas a componente Latão esteve presente de forma mais intensa. Na amostra como recebida e nas deformações de 10, 20 e 30% a intensidade da componente Goss manteve-se entre 1.4 e 2.3. Já para 40% de deformação a intensidade teve um considerável aumento, ficando em torno de 6.7. A componente S apresentou pouca variação de sua intensidade com o aumento da deformação, mantendo-se entre 2 e 2.8. Observou-se também que a componente Cobre desenvolve-se a partir de pequenas deformações, mas sua intensidade se mantém entre 2.8 e 1.6, onde o máximo encontra-se na deformação de 10%.

Segundo Kumar e Gosh ^[53] as variações das intensidades das orientações ou até mesmo as transições de textura para metais CFC, estão relacionadas com a energia de falha de empilhamento dos metais. Sabe-se que componentes do tipo Cobre e Latão se desenvolvem em materiais com baixa energia de falha de empilhamento e isso ocorre devido a influencia da EFE nos mecanismos de deformação plástica dos metais. No entanto, para os experimentos realizados, a componente Cobre se apresenta com intensidade fraca na textura de deformação e recristalização. Já a componente Latão se destaca como uma das principais componentes das texturas de deformação e recristalização.

CAPÍTULO 6. CONCLUSÕES

- O AID S31803 apresentou maiores valores de propriedades mecânicas (LE, LR , dureza) em relação ao S32304 devido a maior quantidade de Mo e N presentes que atuam como endurecedores por solução sólida.
- O aumento do percentual de deformação a frio, proporcionou um aumento do limite de escoamento, do limite de resistência e uma tendência de redução da ductilidade, devido à redução do tamanho de grão.
- A quantidade de austenítica e ferrítica para as amostras no estado de fornecimento e após tratamento térmico de recozimento permaneceu com valores próximos sem alterações significativas em seus valores.
- Tanto para a fase ferrítica, quanto para a fase austenítica a textura de recristalização comportou-se de forma dependente da textura de deformação.
- A textura de fibra α prevalece na fase ferrítica em todas as condições dos aços estudados (laminadas a quente e recozida, laminadas a frio e recozidas).
- Na fase ferrítica, embora esta apresente textura típica de deformação a frio, o baixo percentual de contornos de baixo ângulo e a baixa desorientação no interior dos grãos sugere que o material após recozimento está recristalizado.
- A austenita dos AID S32304 e S31803 evolui de forma similar à de um aço inoxidável austenítico monofásico ao ser submetido ao processo de laminação a frio. A componente latão mantém com intensidade elevada, a componente cubo não é estável com a laminação a frio desaparecendo com maiores reduções, a componente S é estável com a deformação. A componente cobre apresenta intensidade baixa na ordem de 1,5 para as amostras deformadas a frio. A componente Dillamore apresenta comportamento similar ao do cobre com diferencial nas amostras com percentual de deformação a frio de 62 e 64% onde a componente não aparece. Após tratamento térmico de recozimento, as componentes cobre e Dillamore apresentam intensidades de aproximadamente 3,0.

- Após o recozimento foi observado um decréscimo nas intensidades das principais componentes pertencentes a fase austenítica. O processo de recristalização está gerando orientações mais aleatórias que no estado deformado. Deve haver, portanto muita nucleação de grãos.

CAPÍTULO 7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar a transformação da martensita induzida por deformação plástica via MET (microscopia eletrônica de transmissão) no AID S32304.
- Relacionar as mudanças de algumas componentes em relação ao percentual de deformação, temperaturas e tempo de recozimento, buscando a explicação física para as suas origens.
- Fazer análise de textura por difração de raios-x das amostras deformadas.
- Analisar a região próxima às bordas para verificar se há componentes de cisalhamento.
- Fazer estudo via EBSD de alta resolução de regiões maiores para se ter maior relevância estatística dos resultados.
- Fazer lingotes com composição química das fases γ e δ destes aços e laminar em laboratório, a fim de comparar o comportamento com este estudo.

CAPÍTULO 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. DAVIS JR. Stainless steels, ASM Specialty Handbook: ASM International, 1996. 576 p.
2. SEDRIKS, A.J. Corrosion of stainless steels. In: SEDRIKS, A. J. Corrosion of stainless steels. [S.l.]: John Wiley & Sons, Inc, v. 2, 1996.
3. LIU, Y.; YAN, H.; WANG, X.; YAN, M. Effect of hot deformation mode on the microstructure evolution of lean duplex stainless steel 2101. *Materials Science & Engineering*, v. A 575, p. 41-47, March 2013.
4. BADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. *Steels Microstructure and Properties*. 3th.ed. Butterwoth-Heinemann. ed. Elsevier; Cap. 12, 2006.
5. JIMENEZ, J.A.; CARSI, M.; RUANO, A.; AVDA, C.S.I.C.; PENÁLBA, F. Characterization of a duplex stainless steel. *Journal of materials science*, v.35, p. 907-915, 2000.
6. MICHALSKA, J.; SOZANSKA, M. Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*. ed. Elsevier. v.56, p.355-362, 2006.
7. International Molybdenum Association (IMOA), I. M. A. Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis., 2012. ISSN ISBN 987-1-907470-07-3. Disponível em: http://www.imoa.info/download_files/stainless-steel/Duplex_Stainless_Steel_Portuguese.pdf>. Acesso em: 11 maio de 2014.
8. AMERICA, A. S. Soluções Sustentáveis em Aço Inoxidável para toda cadeia de Óleo e Gás. SÃO PAULO: [s.n.], 2012.

9. KRAUSS, G. Steels - Processing, Structure and Performance. Ohio: 1st ed. Ohio, ASM International, 2005, p.23.
10. JORGE, A.M.; Jr. REIS, G.S.; BALANCIN, O. Influence of the Microstructure on the plastic behaviour of duplex stainless steels. Materials Science and Engineering. v. A-528, p. 2259-2264, 2010.
11. GUNN, R.N. Duplex stainless steel Microstructure, properties and applications. England: Abington Publishing; 2000.
12. NILSSON, J.O.; CHAI, G. The physical metallurgy of duplex stainless steel. Relatório técnico, Sandvick Materials Technology. R&D Centre. 1997
13. SOUZA, S.A. Composição química dos aços 2.ed., E.Blucher, 2001.
14. FARGAS, G.; ARKUT, N.; ANGLADA, M.; MATEO, A. Microstructural evolution during industrial rolling of a duplex stainless steel. v 11(48), p.1596-1602, 2008.
15. PADILHA, A. F.; Guedes, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos**. BRASIL: Hemus, Butterworth & Co. Ltda, 2004.
16. CHARLES, J.; CHEMELLE, P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends In CHARLES, J. Duplex stainless steel. EDP sciences, Beaune: p. 29-82, 2010.
17. CHARLES J. Duplex stainless steels, a review. In: International Duplex stainless steel conference DSS'07; 2007 June 18-20; Italy. Revue de Metallurgie: La Revue de Metallurgie. p. 155-171, 2008.
18. CHARLES, J.; FARIA, R.A. Aços inoxidáveis duplex e aplicações em óleo e gás: Uma revisão incluindo a nova oferta da Arcelor Mittal. G.M. Global research

- stainless. Ano [acesso em 23 abril de 2015]. Disponível em http://www.nucleoinox.org.br/upfiles/arquivos/downloads/inox08/pg_247-254.pdf.
19. ASTM International . HANDBOOK A. I. A. S. Stainless Steels. [S.l.]: [s.n.], 1995.
 20. FARIA, R.A; NASCIMENTO, F.M.P.; SILVA, J.M.F.; ALVARENGA, V.P.; ARTHUSO, E.C.M.; COURA, G.J. The experience of Arcelor Mittal / Aperam Inox Brazil in the production of DSS. International conference & exhibition 13-15 October 2010. Beaune, France. p. 145-150.
 21. Overview. Super duplex stainless steel. Material Science and technology. v(8):1992.
 22. KOUSSY, M.R.E.I.; MAHALLAWI, I.S.E.I.; KHALIFA, W.; DAWOOD, M.M.A.L. BUECKINS. Effects of thermal aging on microstructure and mechanical properties of duplex stainless steel weldments. Material Science and technology. V. 20, p. 375 a 341,2004.
 23. INTERNATIONAL, A. A240/A240M-13c - Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. [S.l.]: [s.n.], 2013.
 24. BALDO, S.; BRUNELI, K.; CALLIARI, I.; DABALA, M.; NODARI, L.; ZANELLATO, M. Characterization of a lean duplex stainless steel. v 40(5), p. 923-937, 2013.
 25. ASTM INTERNATIONAL. E-562 . Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. [S.l.] 2011.
 26. APERAM STAINLESS EUROPE. www.aperam.com. Disponível em <http://www.aperam.com/brazil/port/arquivos/TT-0012-11-EspecificacoesTecnicas.pdf>. Acessado em: 20 maio de 2015.

27. MEYERS, M.A.; CHAWLAK, K. Princípios de Metalurgia Mecânica. São Paulo: Edgar Blücher LTDA, 1982.
28. ENGLER O, RANDLE V. Introduction to texture analysis. Macrptexture, microtexture, and orietation mapping. 2^{sd}. New York: ed. Taylor & Francis Group;2010 .
29. VIANA, C.S.C.; PAULA, A. S.Textura de Deformação. In: *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão*, p. 23-37, São Paulo,2001.
30. VIANA, C.C.S. Texturas cristalográficas. RIO DE JANEIRO: IME, p. 35,2002.
31. PADILHA, A.F.; SICILIANO, Jr.F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3th.São Paulo: ed.ABM(Associação Brasileira Metalúrgica);2005.
32. KAY, R. K.; JONAS, J. J. Transformation Textures in Steels. **International Materials Reviews** , v. 35, n. 1, p. 1-36, (Jan-Feb), 1990.
33. BRESCIANI FILHO, E. ; ZAVAGLIA, C. A. C.; BUTTON, S. T.; NERY, F. A.. C. Conformação Plástica dos Metais, Campinas. 5.ed. ed. Unicamp, 1997. 383p.
34. SANDIM, H.R.Z. Textura e relações de orientação. Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica recristalização, crescimento de grão. ed. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo: São Paulo; p.11-22,2001.
35. HUMPREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2.ed.ed. Kidlington:Elsevier,2004.574p.
36. VIANA, C. S. C. . P. A. S. . Textura de Deformação, São Paulo, p. 23-37, 2001.
37. AKDUT, N.; FOCT, J. Phase Bounderies and Deformation in High Nitrogen Duplex

- Stainless Steels, I. – Rolling Texture Development”, Scripta Metallurgica et Materialia, v. 3, p. 103-108,1995.
38. ULHAQ, A.; WEILAND, H.; BUNGE, H. J. Influence of Ageing on the Texture Development of Tensile-Deformed Duplex Steel, Journal of Materials Science, v. 29, p. 2168-2176,1994.
39. ZAID, M.D.; BHATTACHARJEE, P.P. Electron backscatter diffraction study of deformation and recrystallization textures of individual phases in a cross-rolled duplex steel. Materials Characterization, v (96), p. 263-272,2014.
40. MATHEUS, J. R. G. Textura de Laminação a Morno em Aços Livres de Interciais (LI). Rio de Janeiro:Instituto Militar de Engenharia IME,1999.139p. Dissertação de Mestrado.
41. SOUZA, Jr C.M. Influência da deformação e do tratamento térmico na textura cristalográfica de um aço inoxidável duplex.RIO DE JANEIRO: Universidade Federal do Rio de Janeiro COPPE, 2008. p.143 .Tese de doutorado.
42. REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, AF. Recrystallization- transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. ISIJ International, v.11(38), p. 567-571.1998.
43. LIMA, N.B.; LIMA, L.M.G.; PADILHA, A.F. Textura e relações de orientação. Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica recristalização, crescimento de grão. ed. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo: São Paulo, p.59-75, 2001.
44. HUTCHINSON, W.B.; SCHILIPPENBACH, U.V.; JONSON ,J. Texture and Anisotropy in Duplex Stainless Steel SS 2377. Proceedings of Duplex Stainless Steel, v. 1-2. 1986.

45. FALLEIROS, I.G.S.; CAMPOS, M.F. Nucleação da recristalização. Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica recristalização, crescimento de grão. ed. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo: São Paulo , p.39-48, 2001.
46. NILSON, J. O. Overview: Super duplex stainless steels. **Materials Science of Technology**, v. 8, n. 8, p. 685-700, 1992.
47. DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy, London, p. 751p, 1986.
48. VIANA, A.K.N. Infuência do Molibdênio nas propriedades mecânicas e de corrosão dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e UNS S32304. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro COPPE, 2014. p.130. Dissertação de Mestrado.
49. TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; SILVA, M.R.; OLIVEIRA, C.A.S. Martensite transformation induced by cold deformation of lean duplex stainless steel UNS S32304. *Materials research*, v.17 (2), p. 381-385, 2014.
50. SUDIPTA, P.; SUPRIYA, B.; SWARUP, K.G. Influence of cold rolling on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel. **Steel Research International** . v. 85(5), p. 776-783, 2014.
51. KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G. 2003a, Deformation and Annealing Behavior of Nitrogen Alloyed Duplex Stainless Steels. Part I: Rolling, *ISIJ International*, v. 43, n. 11, p. 1781-1787,2003.
52. RODRIGUES, D. A. Influência da taxa de aquecimento do tratamento térmico final na microestrutura e textura do aço inoxidável ferrítico aisi 430 estabilizado ao nióbio”. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 2013.p. 156. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas).

53. KUMAR, B. R.; GOSH, M. Surface and Mid-Plane Texture Evolution in Austenite Phase of Cold Rolled Austenitic Stainless Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 457, p. 236-245,2007.
54. RAABE, D. Overview on Basic Types of Rolling Textures of Steels. *Materials Technology, Steel Research*, v. 74, n 5, p. 327-337,2003.
55. BADJI,R.; BACROIX, B.; BOUABDALLAH, M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Characterizatio*, v. 62, p. 833-843,2011.