

CLARA INÉS HERRERA PULGARÍN

**Estudo dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento dos
aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L deformados em várias
temperaturas.**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do Título
de Doutor em Engenharia.

SÃO PAULO

2006

CLARA INÉS HERRERA PULGARÍN

**Estudo dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento dos
aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L deformados em várias
temperaturas.**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do Título
de Doutor em Engenharia.

Área de concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha

SÃO PAULO

2006

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

FICHA CATALOGRÁFICA

Herrera Pulgarín, Clara Inés

Estudo dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L deformados em várias temperaturas. São Paulo, 2006

122p.

Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Aços Inoxidáveis Austeníticos. 2.Laminação. 3.Recristalização. 4.Textura. 5.Propriedades mecânicas. I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. II.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha, pela oportunidade de desenvolver este trabalho. Agradeço pela orientação, o aprendizado, a constante dedicação e a sua amizade.

À FAPESP, pelo imprescindível apoio financeiro dado aos projetos 03/02429-2 (bolsa de doutoramento) e 99/10796-8 (projeto temático).

Ao Prof. Dr. Nelson Batista de Lima (IPEN/CNEN-SP), pela disponibilidade do laboratório de difração de raios X do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP), pelas valiosas sugestões e discussões no decorrer do trabalho, e a René Ramos de Oliveira, pelo auxílio prestado durante a realização das análises.

À Dra. Andréa Madeira Kliuga (DEMa/UFSCar), pela realização das análises por microscopia eletrônica de transmissão.

Ao Doutor Marcelo Gonçalves, a mestre em engenharia Gisele Szilagyi e a Sandra da Silva Munarim do Laboratório de Processamento Termomecânico (LPT) do Instituto de Pesquisas Tecnológicas, IPT/SP, pela ajuda no processo de laminação.

Ao Prof. Doutor Fernando J.G. Landgraf, e a doutora em engenharia Suzilene Real Janasi do Laboratório de Metalurgia do Pó e Materiais Magnéticos, no Instituto de Pesquisas Tecnológicas, IPT/SP, pela sua colaboração.

Ao Prof. Doutor Dirceu Spinelli e ao mestre em engenharia Cassius Olivio F. Terra Ruckert do Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística da Escola de Engenharia de São Carlos – USP, pela a ajuda nos ensaios de tração e pelas proveitosas discussões.

Ao Doutor Antenor Ferreira Filho e a Francisco Clayton de Oliveira da Brasmetal Waelzholz Indústria e Comércio S.A., pelas facilidades oferecidas.

Ao pessoal da biblioteca Clélia de Lourdes Lara Meguerditchian e Gilberto Martins pela ajuda na procura de informação.

Aos funcionários do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais António Livio da Silva Nunes, Cláudio Roberto dos Santos, Danilo A. de Almeida Fº, José Rubens Beserra de Carvalho, Ivo de Macedo Gomes, Maria Cristina Biasoli e Marcel Renan Reyes.

Aos amigos Carlos Mario, Marcio, Osvaldo, Maysa, Juliana, Adriana, Marilene, Eguiberto, Lola, Renata e Ricardo pela amizade, pelo apoio e pelo companheirismo.

A todos meus colegas da pós-graduação pela colaboração e amizade.

Aos Professores Juan Manuel Vélez, César Chaves e Edgard Woodcock, da Universidade Nacional da Colômbia, sede Medellín, pela confiança, pelo apoio e pela amizade incondicional.

A todas as pessoas que de uma ou outra forma, estão sempre perto de mim. Muito obrigada.

A minha família e a Ximena, por estar em todos os momentos de minha vida, meus sinceros agradecimentos.

HERRERA, C.I.P. **Estudo dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304L e 316L deformados em várias temperaturas.** 2006. 122p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006

Chapas laminadas a quente com 6 mm de espessura dos aços AISI 304L e 316L apresentaram na condição inicial uma microestrutura composta por grãos recristalizados equiaxiais de austenita e ilhas de ferrita δ , em maior quantidade no centro da chapa. A austenita apresentou textura cristalográfica fraca, com um gradiente de textura ao longo da espessura. Os tratamentos térmicos de solubilização causaram a eliminação da ferrita, mas não causaram modificação substancial na textura. Os fenômenos de encruamento, recuperação e recristalização foram então estudados após solubilização, seguida de deformação por laminação em diferentes temperaturas e posterior recozimento das amostras deformadas. O endurecimento por deformação e a porcentagem de martensita α' formada mostraram forte dependência com a composição química da austenita e com a temperatura de deformação. A textura de deformação encontrada nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L é característica dos materiais CFC com baixa e média energia de empilhamento laminados a frio. A temperatura de reversão da martensita α' foi próxima de 550°C, praticamente não depende da quantidade presente e é praticamente idêntica nos dois aços. O aço 316L apresentou maior resistência à recristalização, pois tem maior EDE e apresenta menor endurecimento por deformação em relação ao 304L. A temperatura de recristalização situou-se aproximadamente 150°C acima da temperatura de reversão da martensita α' . A temperatura de laminação não influenciou significativamente a temperatura de recristalização. A textura de recristalização nos dois aços continuou sendo semelhante à textura de deformação. As propriedades mecânicas de tração dos dois aços mostraram-se muito sensíveis à temperatura do ensaio. Tratamentos mecânicos e térmicos adequados produziram combinações interessantes de propriedades mecânicas nos dois aços, tais como limite de escoamento por volta de 1000 MPa com alongamento da ordem de 10%. Os resultados do presente trabalho sugerem que para se obter nos aços inoxidáveis austeníticos combinações atrativas de alta resistência mecânica com ductilidade razoável, por meio de tratamentos mecanotérmicos ou termomecânicos, duas diretrizes devem ser observadas: i) durante a deformação grandes quantidades de martensita devem ser produzidas e as principais variáveis neste aspecto são a EDE do aço e a quantidade e a temperatura de deformação; ii) durante o recozimento do material encruado deve ocorrer reversão da martensita, mas a recristalização

completa deve ser evitada, por meio do controle rigoroso da temperatura e do tempo de recozimento, obtendo-se uma microestrutura muito fina de grãos e sub-grãos. A possibilidade de tratamentos sucessivos de deformação/recozimento é promissora e deve ser explorada em trabalhos futuros. A caracterização microestrutural foi realizada com auxílio de várias técnicas complementares de análise microestrutural, tais como microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), medidas magnéticas, difração de raios X (análise de fases e determinação de textura) e microdureza Vickers. A caracterização mecânica envolveu a realização de ensaio de tração em várias temperaturas, com a determinação de limite de escoamento, limite de resistência, alongamento total e coeficiente de encruamento n .

Palavras chaves: Aços Inoxidáveis Austeníticos. Laminação. Recristalização. Textura. Propriedades Mecânicas.

HERRERA, C.I.P. Study of the phenomena that occur during the annealing of worked AISI 304L and 316L austenitic stainless steels deformed at various temperatures. 2006. 122p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006

Hot rolled AISI 304L and 316L austenitic stainless steel sheets, 6mm thick, presented recrystallized equiaxial grains with austenite and islands of delta ferrite, in larger quantities mainly in the center of both steel sheets. The austenite had a weak texture, with a gradient through the thickness. The solution annealing eliminated delta ferrite, however it did not change the texture. Phenomena such as work hardening and strain induced α' martensite formation showed strong dependency on the chemistry composition and rolling temperature. The rolling texture observed in AISI 304L and 316L austenitic stainless steels is characteristic of FCC materials with low and medium stacking fault energy (SFE), after cold rolling. The α' reversion temperature was around 550°C for both steels and was independent of the volume fraction of α' martensite. The AISI 316L showed a strong recrystallization resistance as it has higher SFE and smaller work hardening than the AISI 304L. The recrystallization start temperature is approximately 150°C higher than the α' reversion temperature. The rolling temperature did not influence the recrystallization temperature. Recrystallization texture for both steels remained similar to the rolling texture. Proper thermal and mechanical treatments provided interesting combinations of mechanical properties for both steels, such as yield strength around 1000 MPa with 10% elongation. These results suggest that the obtained austenitic stainless steels provide attractive combinations not only with high mechanical resistance but also with reasonable toughness and ductility. Through thermo-mechanical treatments, two points must be stressed: i) during the deformation great quantities of α' martensite are being produced due to the SFE of the steel and the degree and the temperature of deformation; ii) during the annealing treatment of the work hardened material the α' martensite reverts to austenite, but complete recrystallization must be avoided, thus strict control of temperature and annealing time must be ensured to obtain a refined microstructure (of grains and subgrains). The possibilities of employing successive deformation / annealing treatments is promising and should be explored in future research. Several microstructural characterization techniques have been employed: optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), magnetic measurements, X-ray diffraction to analyze phases and textures, and Vickers microhardness tests. Mechanical

characterization involved tensile testing at different temperatures, with determination of yield strength, tensile strength, total elongation and strain hardening coefficient n .

Key words: Austenitic stainless steels. Rolling. Recrystallization. Texture. Mechanical properties.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA	2
2.1 O estado encruado	4
2.2 Reversão da martensita induzida por deformação	10
2.3 Recuperação e recristalização.	12
2.3.1 Recuperação	13
2.3.2 Recristalização	13
2.4 Refinamento de grão por meio de processamento termomecânico	15
2.5 Textura cristalográfica	18
2.5.1 Representação da textura de laminação em aços	18
2.5.2 Textura em aços inoxidáveis austeníticos (AIA)	23
2.5.2.1 Textura de laminação a quente dos AIAs	23
2.5.2.2 Textura de laminação a frio dos AIAs	26
2.5.2.3 Textura de recristalização	27
3. MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1 Materiais	33
3.2 Tratamentos térmicos	33
3.3 Laminação	34
3.4 Técnicas de caracterização microestrutural	35
3.4.1. Microscopia óptica (MO).	35
3.4.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	35
3.4.3. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	35
3.4.4. Difração de raios X (DRX)	36
3.4.5. Medidas magnéticas (Ferritoscopia)	36
3.4.6. Medição da textura cristalográfica	36
3.4.7. Análise térmica diferencial (DTA)	37
3.4.8. Análise termomagnética (ATM)	37
3.5 Ensaio Mecânicos	37
3.5.1. Dureza Vickers	37

3.5.2. Ensaio de tração	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1 Caracterização microestrutural dos aços no estado “como recebido”	41
4.1.1 Microestrutura	41
4.1.2 Composição e microanálise química	45
4.1.3 Macrotextura no estado “como recebido”	50
4.2 Caracterização microestrutural dos aços após tratamento de solubilização	54
4.2.1 Microestrutura	54
4.2.2 Macrotextura no estado solubilizado	55
4.3 Deformação por laminação	59
4.3.1 Martensita induzida por resfriamento, MIR	59
4.3.2 Endurecimento por deformação	60
4.3.3 Martensita induzida por deformação	64
4.3.4 Macrotextura de deformação	67
4.4 Estudo da reversão da martensita α' e da recristalização	75
4.4.1 Reversão da martensita α'	76
4.4.2 Amolecimento ou amaciamento	81
4.4.3 Macrotextura de recristalização	90
4.5 Propriedades mecânicas	103
4.5.1 Propriedades mecânicas no estado solubilizado a 1100°C	103
4.5.2 Propriedades mecânicas depois da laminação a 25°C	105
5. CONCLUSÕES	107
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	110
ANEXO 1	122

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Diagrama de Schaeffler.....	3
Figura 2.2 - Principais tratamentos térmicos e transformações de fase que ocorrem nos AIAs entre a temperatura ambiente e o estado sólido.....	5
Figura 2.3 - Variação do (a) limite de resistência e da (b) taxa de encruamento para uma aço AISI 304 deformado por compressão até 40% de redução.....	9
Figura 2.4 - (a) Magnetização e fração volumétrica de α' em função da temperatura e (b) detalhe de (a) em temperaturas abaixo de 473K para uma aço AISI 304 deformado por compressão.....	9
Figura 2.5 - Variação da % de martensita α' com a temperatura de recozimento para os aços inoxidáveis austeníticos dos tipos: (a) 18%Cr-8%Ni resfriado a -196°C e (b) 18%Cr-12%Ni deformado 20% a -196°C . Variação da dureza com a temperatura de recozimento para os aços inoxidáveis austeníticos dos tipos: (c) 18%Cr-8%Ni resfriado a -196°C e (d) 18%Cr-12%Ni deformado 20% a -196°C	11
Figura 2.6 - Efeito da deformação (log plot) no tamanho de grão médio (log plot) de um aço AISI 316L a 900°C	16
Figura 2.7 - Tamanho de grão médio (log plot) para diferentes temperaturas de recozimento e reduções por laminação, em função do tempo (log plot) para um aço AISI 316L.....	17
Figura 2.8 - Esquema do tratamento termomecânico repetitivo para obter nanocristais em um aço inoxidável austenítico metaestável.....	17
Figura 2.9 - Diagrama esquemático ilustrando as relações entre microtextura, microtextura e mesotextura.....	19
Figura 2.10 - Ábaco de indexação para interpretar as FDOs.....	21
Figura 2.11 - Fibras e orientações mais importantes no espaço reduzido de Euler dos metais CCC.....	22
Figura 2.12 - Fibras e orientações mais importantes no espaço reduzido de Euler dos metais CFC.....	23
Figura 2.13 - FDO de um AIA 18%Cr-8,5%Ni laminado a quente para diferentes camadas a través da espessura (a) $s = 0$, (b) $s = 0,3$ e (c) $s = 0,6$	24

Figura 2.14 - Textura de um AIA laminado a quente, para várias camadas ao longo da espessura para diferentes fibras de um AIA 18%Cr-8,5%Ni.....	25
Figura 2.15 - Perfil das componentes de cisalhamento longo da espessura de um AIA 18%Cr-8,5%Ni.....	25
Figura 2.16 - Textura de laminação a frio de um AIA (18%Cr-8,5%Ni) no centro da chapa.....	28
Figura 2.17 - Textura de laminação a frio da martensita induzida por deformação de um AIA (18%Cr-8,5%Ni).....	28
Figura 2.18 - Evolução da textura de recozimento para diferentes tratamentos térmicos de um aço AISI 316L.....	29
Figura 3.1 - Máquina universal de tração EMIC utilizada nos ensaios a 25°C.....	38
Figura 3.2 - Máquina universal de tração EMIC utilizada nos ensaios a 200°C.....	39
Figura 3.3 - Corpo de prova utilizado no ensaio de tração a 25 e 200°C.....	39
Figura 3.4 - Máquina universal de ensaios mecânicos INSTRON utilizada nos ensaios a -196°C.....	39
Figura 3.5 - Máquina universal de tração ZWICK, modelo 1475.....	40
Figura 3.6 - Corpo de prova utilizado no ensaio de tração.....	40
Figura 4.1 - Microestrutura do aço 304L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura.....	41
Figura 4.2 - Microestrutura do aço 316L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura.....	42
Figura 4.3 - Difratogramas do aço (a) 304L e (b) 316L, radiação $\text{CuK}\alpha_1$	43
Figura 4.4 - Microestrutura do aço 304L a (a) $\frac{1}{2}$ e (b) $\frac{1}{4}$ da espessura.....	44
Figura 4.5 - Microestrutura do aço 316L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura.....	44
Figura 4.6 - Microanálise química da austenita e da ferrita δ no aço 304L ao longo da espessura.....	47
Figura 4.7 - Microanálise química da austenita e da ferrita δ no aço 316L ao longo da espessura.....	48
Figura 4.8 - Coeficiente de partição (X_δ/X_γ) dos elementos de liga para o aço (a) 304L e (b) 316L.....	49
Figura 4.9 - FDOs do aço 304L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura com φ_2 constante.....	51

Figura 4.10 - FDOs do aço 316L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura com φ_2 constante.....	52
Figura 4.11 - Texturas da fibra α_{CFC} no aço (a) 304L e (b) 316L ao longo da espessura.....	53
Figura 4.12 - Texturas da fibra τ no aço 304L ao longo da espessura.....	54
Figura 4.13 - Microestrutura após solubilização a 1100°C por 1 hora nos aços (a) 304L e (b) 316L.....	55
Figura 4.14 - FDO do aço 304L solubilizado a 1100°C por 1 hora.....	56
Figura 4.15 - Textura de fibra (a) α_{CFC} e (b) $\langle 010 \rangle // \text{DT}$ no estado inicial e após solubilização a 1100°C por 1 hora do aço 304L.....	57
Figura 4.16 - FDO do aço 316L solubilizado a 1100°C por 1 hora.....	58
Figura 4.17 - Seção $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDO (a) no estado inicial e (b) no estado solubilizado do aço 316L.....	58
Figura 4.18 - Curvas de endurecimento por deformação do aço 304L nas quatro temperaturas, curvas de (a) redução na espessura versus dureza e (b) deformação real versus dureza.....	61
Figura 4.19 - Curvas de endurecimento por deformação do aço 316L nas quatro temperaturas, curvas de (a) redução na espessura versus dureza e (b) deformação real versus dureza.....	62
Figura 4.20 - Curvas de endurecimento por deformação dos aços 304L e 316L a (a) -196°C, (b) 25°C, (c) 100°C e (d) 200°C.....	63
Figura 4.21 - Microestrutura do aço 304L deformado a temperatura ambiente, 25°C, (a) 14%, (b) 53% e (c) 90% de redução na espessura, na direção normal à direção de laminação.....	64
Figura 4.22 - Microestrutura do aço 316L deformado a 200°C (a) 7%, (b) 50% e (c) 86% de redução na espessura, na direção normal à direção de laminação.....	64
Figura 4.23 - Curva de formação de martensita no aço 304L nas quatro temperaturas, -196, 25, 100 e 200°C.....	65
Figura 4.24 - Curva de formação de martensita α' no aço 316L nas quatro temperaturas, -196, 25, 100 e 200°C.....	66

Figura 4.25 - Curvas de formação de martensita α' dos aços 304L e 316L a (a) -196°C, (b) 25°C, (c) 100°C e (d) 200°C.....	67
Figura 4.26 - FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a -196°C.....	68
Figura 4.27 - FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a 25°C.....	69
Figura 4.28 - FDO da austenita do aço 304L com uma redução de 88% na espessura a 200°C.....	69
Figura 4.29 - FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a -196°C.....	70
Figura 4.30 - FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a 25°C.....	70
Figura 4.31 - FDO da austenita do aço 316L com uma redução de 86% na espessura a 200°C.....	71
Figura 4.32 - Textura de fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // DN$, nos estados solubilizado e deformado a -196, 25 e 200°C dos aços 304L e 316L.....	72
Figura 4.33 - Textura de fibra $\langle 100 \rangle // DL$ nos estados solubilizado e deformado a -196, 25 e 200°C dos aços 304L e 316L.....	72
Figura 4.34 - Textura da fibra $\langle 010 \rangle // DT$ nos estados solubilizado e deformado a -196, 25 e 200°C dos aços 304L e 316L.....	73
Figura 4.35 - Textura de fibra τ , $\langle 011 \rangle // DT$ nos estados solubilizado e deformado a -196, 25 e 200°C dos aços 304L e 316L.....	73
Figura 4.36 - Textura de fibra α_{CCC} , $\langle 011 \rangle // DL$ nos estados deformado a -196, 25°C dos aços 304L e 316L.....	74
Figura 4.37 - Textura de fibra γ , $\langle 111 \rangle // DN$ nos estados deformado a -196, 25°C dos aços 304L e 316L.....	75
Figura 4.38 - Curvas de reversão da martensita α' do aço 304L para uma redução de espessura de aproximadamente 90% a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora.....	76
Figura 4.39 - Curvas de reversão da martensita α' do aço 316L com uma redução da espessura de aproximadamente 90% a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora.....	77

Figura 4.40 - Curvas de reversão da martensita α' dos aços 304L e 316L deformados 90% a (a) -196°C, (b) 25°C, (c) 200°C, , para o tempo de recozimento de 1 hora.....	78
Figura 4.41 - Curvas de análise termomagnética para os aços (a) 304L e (b) 316L deformados 90% na espessura a -196°C.....	79
Figura 4.42 - Curvas de análise termomagnética para os aços (a) 304L e (b) 316L deformados 90% na espessura a 25°C.....	80
Figura 4.43 - Taxa de variação da martensita α' ($d\alpha'/dT$) versus a temperatura de recozimento para os dois aços nos diferentes estados de deformação.....	81
Figura 4.44 - Curvas de amolecimento do aço 304L com 90% de redução na espessura a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora...	82
Figura 4.45 - Curvas de amolecimento do aço 316L com 90% de redução na espessura a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora...	82
Figura 4.46 - Curvas de amolecimento dos aços 304L e 316L deformados 90% a (a) -196°C, (b) 25°C, (c) 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora....	84
Figura 4.47 - Microestrutura do aço 304L deformado 90% a 25°C e recozido a (a) 500°C, (b) 700°C e (c) 900°C por 1 hora, na direção normal à direção de laminação.....	84
Figura 4.48 - Microestrutura do aço 316L deformado 90% a -196°C e recozido a (a) 500°C, (b) 700°C e (c) 900°C por 1 hora, na direção normal à direção de laminação.....	85
Figura 4.49 - Microestrutura do aço 304L deformado 90% a 25°C e recozido 600°C por 1 hora, obtidas por microscopia eletrônica de transmissão. A figura (d) é o padrão de difração de elétrons da austenita da figura (c).....	86
Figura 4.50 - Microestrutura do aço 316L deformado 90% a 25°C e recozido 600°C por 1 hora, obtidas por microscopia eletrônica de transmissão A figura (d) é o padrão de difração de elétrons da austenita da figura (c).....	87
Figura 4.51 - Taxa de variação da dureza versus a temperatura de recozimento para os dois aços nos diferentes estados de deformação.....	88
Figura 4.52 - Curvas da variação da dureza e da martensita α' deformados 90% a -196, 25 e 200°C, com a temperatura de recozimento, para o tempo de recozimento de 1 hora, para o aço (a) 304L e o aço (b)316L.....	89

Figura 4.53 - FDO do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a -196°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.....	91
Figura 4.54 - FDO do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a 25°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.....	92
Figura 4.55 - FDO da austenita do aço 304L com uma redução de 88% na espessura a 200°C e tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: (a) 500°C e (b) 900°C.....	93
Figura 4.56 - FDO do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a -196°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.....	94
Figura 4.57 - FDO do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a 25°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.....	95
Figura 4.58 - FDO da austenita do aço 316L com uma redução de 86% na espessura a 200°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: (a) 500°C e (b) 900°C.....	96
Figura 4.59 - Evolução de fibra α_{CFC} dos aços 304L e 316L deformados a (a) -196°C, (b) 25 e (c) 200°C para as diferentes temperaturas de recozimento.....	97
Figura 4.60 - Evolução de fibra $\langle 100 \rangle // \text{DL}$ dos aços 304L e 316L deformados a (a) -196, (b) 25 e (c) 200°C para as diferentes temperaturas de recozimento.....	99
Figura 4.61 - Evolução de fibra $\langle 010 \rangle // \text{DT}$ dos aços 304L e 316L deformados a (a) -196, (b) 25 e (c) 200°C para as diferentes temperaturas de recozimento.....	100
Figura 4.62 - Evolução de fibra τ , $\langle 011 \rangle // \text{DT}$ dos aços 304L e 316L deformados a -196°C para as diferentes temperaturas de recozimento.....	101
Figura 4.63 - Evolução de fibra α_{CCC} , $\langle 011 \rangle // \text{DL}$ dos aços 304L e 316L deformados a -196 e 25°C e recozidos a 500°C por 1 hora.....	102
Figura 4.64 - Evolução de fibra γ , $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ dos aços 304L e 316L deformados a -196 e 25°C e recozidos a 500°C por 1 hora.....	102

Figura 4.65 - Efeito da temperatura na curva tensão - deformação verdadeira nos aços 304L e 316L.....	103
Figura 4.66 - Taxa de transformação da martensita α' em relação à curva de tensão - deformação verdadeira nos aços 304L e 316L.....	105
Figura A.1 - Análise térmica diferencial (DTA) dos aços (a) 304L e (b) 316L.....	122

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Composições químicas nominais (% em peso) e propriedades mecânicas de algumas classes aços inoxidáveis austeníticos.....	4
Tabela 2.2 - Composição química (% massa) e EDE (mJ/m^2) para alguns AIAs.....	8
Tabela 2.3 - Fibras características em metais e ligas CCC e CFC com suas principais componentes e os ângulos de Euler característicos.....	20
Tabela 2.4 - Texturas de aços inoxidáveis austenítico em diferentes estados reportados pela literatura.....	30
Tabela 3.1 - Composições químicas dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L (% em peso).....	33
Tabela 4.1 - Diâmetro de grão, tamanho ASTM e dureza da austenita.....	42
Tabela 4.2 - Fração volumétrica de ferrita delta (%) dos aços inoxidáveis austeníticos ao longo da espessura.....	43
Tabela 4.3 - Parâmetro de rede da austenita, Å	45
Tabela 4.4 - Parâmetro de rede da ferrita, Å	45
Tabela 4.5 - Composição química analisada do aço 304L (% em peso).....	46
Tabela 4.6 - Composição química analisada do aço 316L (% em peso).....	46
Tabela 4.7 - Diâmetro de grão, tamanho ASTM e dureza da austenita após a solubilização a 1100°C por 1 hora.....	55
Tabela 4.8 - $(\text{Cr})_{\text{eq}}$, $(\text{Ni})_{\text{eq}}$, $(\text{Cr/Ni})_{\text{eq}}$, EDE, $M_s(\alpha')$ e $M_f(\alpha')$ para os aços 304L e 316L.....	59
Tabela 4.9 - Fração volumétrica de martensita α' e de dureza, após resfriamento em nitrogênio líquido.....	60
Tabela 4.10 - Tamanho de grão recristalizado (μm) dos aços inoxidáveis 304L e 316L com deformação, de aproximadamente 90%, a -196 , 25 e 200°C e recozimento a 900°C	85
Tabela 4.11 - Propriedades mecânicas dos aços 304L e 316L solubilizados a 1100°C .	104
Tabela 4.12 - Propriedades mecânicas dos aços 304L e 316L depois da laminação a 25°C nos diferentes estados.....	106

LISTA DE ABREVIATURAS

AIA	Aços Inoxidáveis Austeníticos
AIF	Aços Inoxidáveis Ferríticos
CCC	Estrutura Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Estrutura Cúbica de Faces Centradas
DL	Direção de laminação
DN	Direção normal
DT	Direção transversal
DRX	Difração de Raios X
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
HCP	Hexagonal compacta
ODF	Função de Distribuição de Orientação – <i>Orientation Distribution Function</i>
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MO	Microscopia óptica
TR	Times Random

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Ferrita
δ	Ferrita delta
γ	Austenita
α'	Martensita alfa linha
ϵ	Martensita epsilon
$a_{\alpha'}$	Parâmetro de rede da martensita
a_{γ}	Parâmetro de rede da austenita
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIAs) são os materiais metálicos mais importantes para aplicações que demandam elevada resistência à corrosão e representam 2/3 de toda a produção mundial de aços inoxidáveis.

Os AIAs são monofásicos, com estrutura cristalina cúbica de faces centradas, a qual é estável em uma ampla faixa de temperaturas. A estrutura monofásica resulta da adição de elementos de liga que estabilizam a fase austenítica, desde temperaturas elevadas até criogênicas. Quase todos os AIAs têm sua composição química baseada no diagrama Fe-Cr-Ni, com a adição de alguns elementos de liga, tais como Mn, Si, Mo, Ti, Nb e N.

As propriedades mecânicas dos AIAs são muito sensíveis à composição química e à microestrutura. Em geral, apresentam boa resistência à corrosão e conformabilidade, mas apresentam baixo limite de escoamento no estado recozido. Diferentes procedimentos têm sido desenvolvidos para aumentar o limite de escoamento, tais como adições de nitrogênio ou refinamento de grão. A recristalização após a deformação a frio é um método para o refinamento de grão, mas tem efeito limitado.

Os AIAs apresentam acentuado encruamento após a deformação a frio, devido à sua baixa energia de defeito de empilhamento e à formação de martensita induzida por deformação, α' . Quando eles são aquecidos, a martensita α' pode sofrer reversão para austenita e, em temperaturas mais altas, recristalização.

Os AIAs não são endurecidos por meio de martensita obtida por têmpera, pois são austeníticos à temperatura ambiente, independente da taxa de resfriamento. Mas, durante a deformação a frio, pode ocorrer a transformação de austenita em martensita induzida por deformação. Esta transformação aumenta consideravelmente a resistência mecânica destes aços. Por outro lado, em muitas aplicações a presença de martensita é indesejável, devido ao fato de ser ferromagnética.

Este trabalho de doutorado tem como objetivo geral estudar os efeitos da deformação e da reversão da martensita no refinamento de grão e nas propriedades mecânicas dos AIAs das classes 304L e 316L. Os principais objetivos específicos são: i) estudar o efeito da temperatura de deformação na formação de martensita; ii) estudar a relação entre a reversão da martensita, a recristalização e o refinamento de grão; iii) obter materiais com limite de escoamento acima de 700 MPa e teor controlado de martensita; iv) acompanhar a evolução da textura nas diferentes etapas do processamento termomecânico, tais como, textura inicial, após solubilização, de deformação, após a reversão da martensita e de recristalização.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIAs) foram desenvolvidos para uso em condições médias e severas de corrosão e oxidação e têm boas conformabilidade, soldabilidade e tenacidade, mas apresentam baixo limite de escoamento. Embora os AIAs apresentem, à temperatura ambiente e no estado recozido, baixos valores de limite de escoamento, as suas ductilidade e tenacidade são boas, o que facilita o processo de conformação a frio [1-12].

Os AIAs são monofásicos, com estrutura cristalina cúbica de faces centradas, a qual é estável em uma ampla faixa de temperaturas. A estrutura monofásica resulta da adição de elementos de liga que estabilizam a fase austenítica. Os AIAs são baseados no sistema Fe-Cr-Ni e Fe-Cr-Ni-Mo [13-16]. Estes aços são ligas com aproximadamente 70% de Fe, com teores de cromo entre 15 e 26%, níquel entre 5 e 37%, Mn até 15% e N. O Cr melhora a resistência à corrosão, o Ni estabiliza a austenita e o N, em alguns casos, substitui o Ni como estabilizador da austenita. Em alguns aços pode-se encontrar de 2 a 4% de Mo, introduzido para melhorar a resistência à corrosão por pites e promover o endurecimento por solução sólida [6, 8].

Para avaliar o efeito dos elementos de liga nos AIAs foram desenvolvidas diferentes expressões que agrupam os elementos de liga segundo seu efeito ferritizante ou austenitizante, denominadas, respectivamente, por cromo equivalente (Cr_{eq}) e níquel equivalente (Ni_{eq}) [17-19]. O diagrama de Schaeffler (figura 2.1) é construído a partir destas equações e fornece uma primeira aproximação da microestrutura de solidificação a ser obtida para uma determinada composição química. Dentre as várias fórmulas de Cr_{eq} e Ni_{eq} existentes, pode-se mencionar as seguintes:

$$Cr_{eq} = Cr + 1,37Mo + 1,5Si + 2Nb + 3Ti \quad (2.1)$$

$$Ni_{eq} = Ni + 0,3Mn + 22C + 14,2N + Cu \quad (2.2)$$

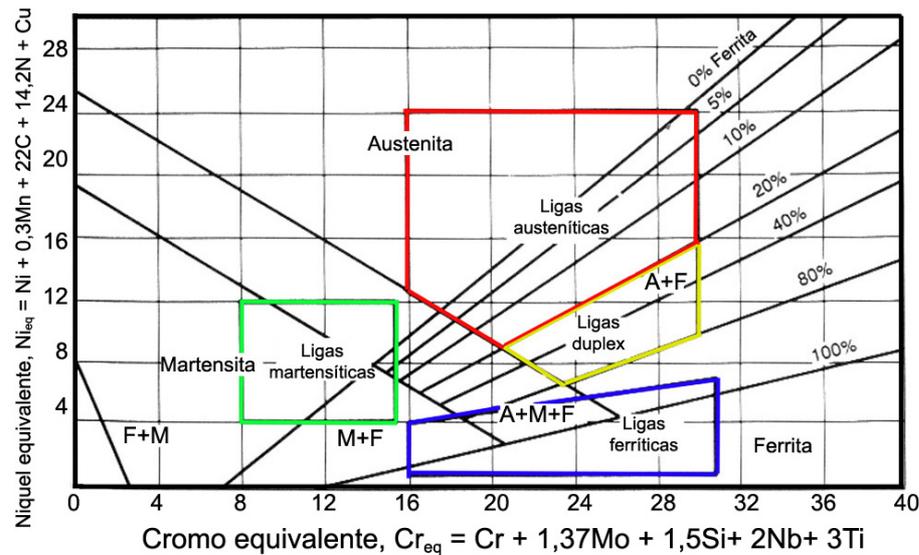


Figura 2.1 – Diagrama de Schaeffler [4].

As propriedades mecânicas dos AIAs são muito sensíveis à composição química e aos tratamentos termomecânicos. Uma grande variedade de combinações de propriedades pode ser obtida por diferentes composições dentro de um grupo, produzindo materiais apropriados para um grande número de aplicações [8, 9, 18]. A tabela 2.1 apresenta as principais propriedades mecânicas de alguns AIAs em diferentes estados.

Os AIAs apresentam, no estado recozido, limites de escoamento na faixa de 200 a 250 N/mm^2 , limites de resistência na faixa de 450 a 750 N/mm^2 e alongamentos entre 35 e 45%. Em comparação com outros tipos de aços inoxidáveis, os AIAs não apresentam, à temperatura ambiente, propriedades mecânicas muito atrativas. Em temperaturas altas, as propriedades mecânicas são comparativamente melhores. Por exemplo, a resistência à fluência a 550°C para 100000 horas pode atingir valores acima de 100 N/mm^2 e a resistência à corrosão é excepcional [3].

Elementos denominados estabilizadores, como o Ti (AISI 321) e o Nb (AISI 347), são adicionados para fixar o carbono e dificultar a formação de carboneto de cromo e conseqüente corrosão intergranular. Outra maneira de diminuir a susceptibilidade à corrosão intergranular é diminuindo o carbono abaixo de 0,03%, o que leva aos aços do tipo L, tais como 304L e 316L.

Os AIAs têm altas resistências à corrosão e à oxidação e possuem alta tenacidade e excelente ductilidade, desde temperaturas criogênicas até temperaturas elevadas. Estas boas propriedades permitem que eles sejam usados em aplicações nucleares e em uma ampla

variedade de aplicações não nucleares, como na indústria química, petroleira, turbinas a gás, etc. [1, 20].

TABELA 2.1 - Composições químicas nominais (% em peso) e propriedades mecânicas de algumas classes de aços inoxidáveis austeníticos [1].

Classe	Composição nominal, %	Estado	Limite de escoamento, MPa	Limite de resistência, MPa	Alongamento em 50mm, %	Energia absorvida, J
AISI 201	16-18Cr 3,5-5,5Ni 0,15C 1Si 5,5-7,5Mn 0,06P 0,03S 0,25N	R	380	760	50	135
		TTM	Até 965	Até 1275	50-8	-
AISI 301	16-18Cr 6-8Ni 0,15C 1Si 2Mn 0,045P 0,03S	R	275	760	60	135
		TTM	Até 965	Até 1275	60-8	-
AISI 304	18-20Cr 8-12Ni 0,08C 1Si 2Mn 0,045P 0,03S	R	240	585	55	135
		TTM	Até 1035	Até 1240	55-10	-
AISI 316	16-18Cr 10-14Ni 0,08C 1Si 2Mn 0,045P 0,03S 2-3Mo	R	240	585	55	120
		TTM	Até 860	Até 1035	55-10	-

R – Recozido; TTM – Tratamento termomecânico.

2.1 O estado encruado

O conhecimento dos fenômenos que ocorrem durante a deformação a frio dos materiais metálicos é muito importante para entender os mecanismos de recuperação e recristalização, durante o posterior recozimento.

A deformação permanente de um cristal pode ocorrer de quatro maneiras diferentes: deslizamento de planos cristalinos causado por movimentação de discordâncias, maclação mecânica, difusão (“creep”; fluência) e transformações de fases acompanhadas de grande variação de volume [21].

A principal característica do processo de deformação a frio é que nem toda a energia empregada é liberada como calor. Parte dela, entre 2 a 10%, é retida como energia armazenada no interior do metal [22]. Esta energia é armazenada na forma de defeitos cristalinos, tais como defeitos puntiformes, discordâncias e defeitos de empilhamento. A densidade e distribuição destes defeitos dependem de vários fatores:

- da composição química e do tamanho, quantidade e distribuição das fases presentes no metal;
- da quantidade, temperatura, velocidade e modo de deformação; e
- da energia de defeito de empilhamento, EDE.

Durante a deformação plástica em baixas temperaturas das ligas Fe-Cr-Ni pode ocorrer, adicionalmente à formação dos defeitos cristalinos, a formação de duas fases, martensita α' (CCC, ferromagnética) e ϵ (HCP, paramagnética) [6, 7, 23-34], conhecidas como martensita induzida por deformação.

A transformação de austenita em martensita ocorre por um processo de cisalhamento à baixa temperatura, enquanto a precipitação de carbonetos e fases intermetálicas ocorre predominantemente por processos controlados por difusão, durante os tratamentos térmicos de envelhecimento ou em uso. Na figura 2.2 pode-se observar os diferentes tratamentos térmicos e transformações de fase que ocorrem nos AIAs [7].

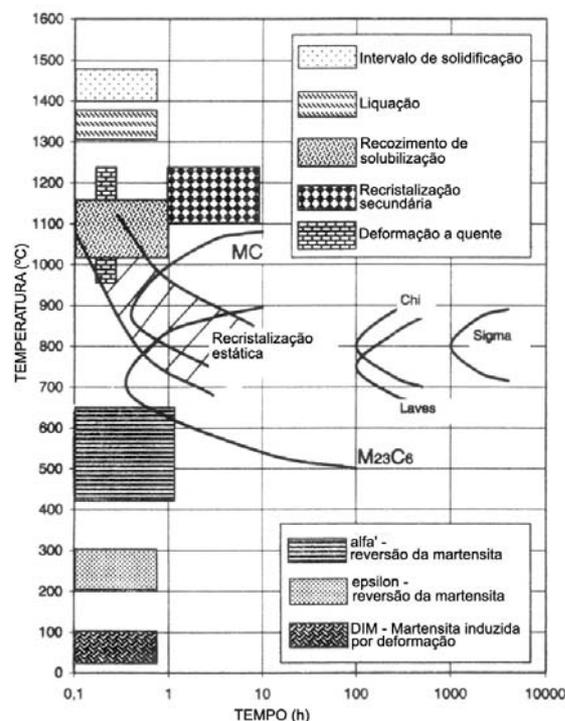


Figura 2.2 – Principais tratamentos térmicos e transformações de fase que ocorrem nos AIAs entre a temperatura ambiente e o estado sólido [7].

A austenita pode transformar-se em martensita α' (CCC, ferromagnética) e ϵ (HC, paramagnética) por deformação plástica, resfriamento subzero ou deformação subzero. Os parâmetros de rede mais comumente encontrados na literatura [7] para as três fases são:

$$\begin{aligned}
 a_\gamma &= 0,3585\text{nm} \\
 a_{\alpha'} &= 0,2872\text{nm} \\
 a_\varepsilon &= 0,2532\text{nm} \qquad a_\varepsilon = 0,4114\text{nm}
 \end{aligned}$$

As relações de orientação entre a austenita e a martensita α' e ε reportadas para os aços inoxidáveis austeníticos são:

$$\begin{aligned}
 (111)\gamma \parallel (011)\alpha' & \qquad [\bar{1}\bar{1}0]\gamma \parallel [\bar{1}\bar{1}1]\alpha \\
 (111)\gamma \parallel (0001)\varepsilon' & \qquad [\bar{1}\bar{1}0]\gamma \parallel [\bar{1}\bar{2}10]\varepsilon
 \end{aligned}$$

A martensita ε é uma fase formada como resultado de baixas deformações, transformando-se posteriormente em martensita α' . A seqüência de transformação proposta é $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, em aços inoxidáveis austeníticos com baixa γ_{EDE} ; enquanto a seqüência de transformação para alguns aços inoxidáveis austeníticos com γ_{EDE} mais alta é, provavelmente, $\gamma \rightarrow \varepsilon + \alpha'$ [24, 25, 28]. A martensita α' forma-se preferencialmente nas interseções das bandas da martensita ε ou onde a banda de martensita ε encontra-se com um contorno de grão ou de macla [25, 24, 30]. Entretanto, Suzuki e co-autores [28] concluíram que, no início da deformação, a martensita α' forma-se nas interseções das bandas de deslizamento, mais freqüentemente do que nas bandas de martensita ε .

A formação e a quantidade de α' e ε dependem da composição do aço, da energia de defeito de empilhamento e da temperatura, quantidade e velocidade de deformação [6].

A energia de defeito de empilhamento é muito importante na forma de distribuição e na densidade dos defeitos cristalinos, na ocorrência de escorregamento com desvio (*cross-slip*) e de escalagem (*climb*) das discordâncias, mecanismos que exercem grande influência no encruamento. A EDE das ligas Fe-Cr-Ni depende da composição química e seu valor situa-se entre 10 e 100mJ/m². A EDE aumenta com as adições de Ni e C, enquanto Cr, Si, Mn e N diminuem. A relação entre a EDE e a composição química pode ser expressa com auxílio da equação 2.3 [30, 35, 36]. A tabela 2.2 apresenta valores de EDE para diferentes AIAs, determinados usando a equação 2.3 e experimentalmente.

$$EDE(\text{mJ}/\text{m}^2) = -53 + 6,2\%Ni + 0,7\%Cr + 3,2\%Mn + 9,3\%Mo \qquad (2.3)$$

A EDE tem um efeito no aumento da densidade das discordâncias e no endurecimento por deformação em metais e ligas com estrutura cúbica de faces centradas [37]. Uma EDE alta produz uma distribuição celular das discordâncias, em uma microestrutura isenta de

martensita induzida por deformação, enquanto para uma EDE baixa as discordâncias têm uma distribuição planar, com a presença de martensita induzida por deformação [24].

As transformações sem difusão de martensita ε ou α' podem ser induzidas nos AIAs por resfriamento abaixo da temperatura de início da transformação (M_s) ou por deformação abaixo da temperatura de início da transformação (M_d) [2]. Nos AIAs, M_s é geralmente menor que 0°C e pode ser estimada por meio da equação empírica de Eichelmann e Hull [23]:

$$M_s(\alpha') = 1305 - [61,1\%Ni + 41,7\%Cr + 33,3\%Mn + 27,8\%Si + 1667(\%C + \%N)] \quad (2.4)$$

M_d situa-se usualmente acima da temperatura ambiente e é mais alta em comparação com M_s . A temperatura na qual 50% de martensita α' é produzida depois de 30% de deformação verdadeira em tração pode ser determinada a partir da equação proposta por Angel [24]:

$$M_d(\alpha') = 413 - [9,5\%Ni + 13,7\%Cr + 8,1\%Mn + 9,2\%Si + 18,5\%Mo + 462(\%C + \%N)] \quad (2.5)$$

Mangonon e co-autores [25, 26] propuseram para o aço AISI 304 uma seqüência de transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, com $M_s(\alpha') < -269^\circ\text{C}$ e $M_d(\alpha') \sim 20^\circ\text{C}$. A fase ε forma-se por deformação plástica à temperatura ambiente, abaixo dela, ou após um tratamento isotérmico a baixas temperaturas, por exemplo, a -78°C por três dias.

Nos últimos anos, o estudo da transformação martensítica nos aços inoxidáveis austeníticos foi retomado, usando em muitos casos técnicas de medidas magnéticas que são não destrutivas, e que também podem ajudar na avaliação da degradação das estruturas de aços inoxidáveis durante operação [38-41].

Mumtaz e co-autores [38] pesquisaram o aço AISI 304 depois de deformações entre 10 e 55% de redução em espessura à temperatura ambiente. Com o aumento da deformação a quantidade de martensita α' aumenta e a morfologia muda desde ripas (“lath”) estreitas e longas até blocos de forma irregular, para altas reduções. A dureza aumenta com o incremento da quantidade de martensita α' e as propriedades magnéticas mostraram-se sensíveis à porcentagem de redução em espessura e à microestrutura. O limite de resistência, o encruamento e a magnetização decrescem com o aumento da temperatura de deformação (figuras 2.3 e 2.4), que está associada à porcentagem de martensita α' formada.

TABELA 2.2 - Composição química (% massa) e EDE (mJ/m²) para alguns AIAs [7, 35, 36].

Tipo	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Outros	EDE (mJ/m ²)
<i>Calculada [7]</i>								
301	<0,15	<2,0	<1,0	16,0-18,0	6,0-8,0	-	-	<16
304	<0,08	<2,0	<1,0	18,0-20,0	8,0-10,5	-	-	9,2-32,5
304L	<0,03	<2,0	<1,0	18,0-20,0	8,0-12,0	-	-	9,2-41,8
316	<0,08	<2,0	<1,0	16,0-18,0	10,0-14,0	2,0-3,0	-	34,6-80,7
316L	<0,03	<2,0	<1,0	16,0-18,0	10,0-14,0	2,0-3,0	-	34,6-80,7
321	<0,08	<2,0	<1,0	17,0-19,0	9,0-12,0	-	Ti>5	14,7-41,1
<i>Experimental</i>								
304 [36]	0,040	1,36	0,32	18,2	8,75	-	0,013P-0,0049N	8
304L [37]	0,025	0,82	0,3	18,31	8,28	0,02	0,01P-0,007S-Al<0,001-0,03Co-0,01Cu-Nb<0,005-Pb<0,004-Sn<0,005-Ti<0,002-0,015V	18
305 [37]	0,074	1,64	0,32	18,02	11,85	0,10	0,013P-0,002S-0,001Al-0,01Co-0,09Cu-Nb<0,001-Pb<0,001-0,002Sn-0,066Ti-0,04V-Zn<0,005	34
310S [37]	0,047	1,73	0,56	24,7	18,8	0,44	0,022P-0,005S-0,005Al-0,15Co-0,015Cu-0,015Nb-Pb<0,004-Sn<0,005-0,003Ti-0,05V-Zn<0,01	
316 [37]	0,055	1,40	0,53	17,15	13,01	2,09	0,027P-0,008S	78
316 [36]	0,060	0,40	-	17,3	13,3	-	-	68

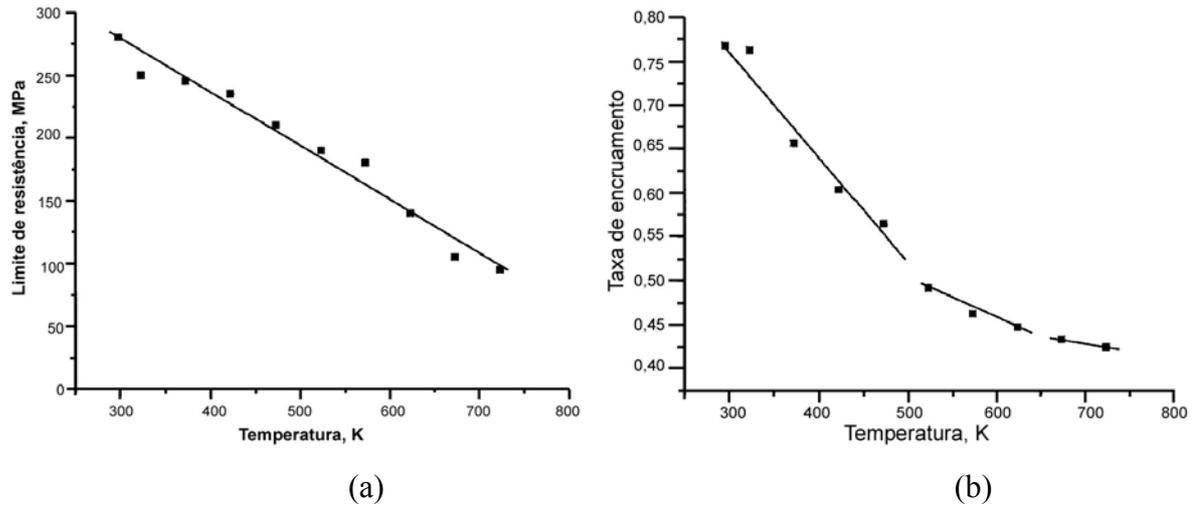


Figura 2.3 – Variação do (a) limite de resistência e da (b) taxa de encruamento para um aço AISI 304 deformado por compressão até 40% de redução [38].

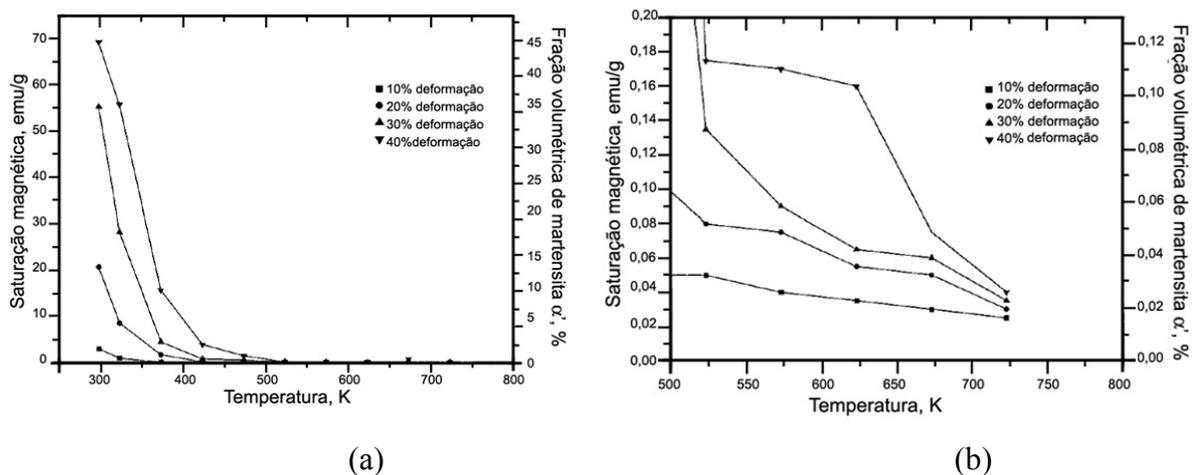


Figura 2.4 – (a) Magnetização e fração volumétrica de α' em função da temperatura e (b) detalhe de (a) em temperaturas acima de 473K para um aço AISI 304 deformado por compressão [38].

Byun e co-autores [41] concluíram que, para diferentes aços da serie 300 recozidos e trabalhados a frio na faixa de temperatura de -150 até 450°C , a resistência mecânica decresce com o aumento da temperatura, enquanto a ductilidade não diminui sistematicamente com a mesma, tendo um pico entre -100°C e a temperatura ambiente, 20°C .

Spencer e co-autores [42] estudaram o aumento da resistência mecânica resultante da formação da martensita induzida por deformação, em baixas temperaturas, nos aços AISI 304L e 316L. Eles concluíram que à temperatura ambiente a taxa de encruamento decresce monotonicamente com a tensão aplicada; enquanto a -196°C (77K) a taxa de encruamento

aumenta significativamente com a tensão, como resultado da transformação martensítica. A taxa de formação e a distribuição da martensita induzida por deformação são influenciadas pela sub-estrutura de discordâncias. Sua formação pode ser acelerada se a densidade de discordâncias for alta. A martensita α' atua como um reforço da fase austenítica, tornando-a mais resistente aos esforços mecânicos.

De um modo geral, pode-se afirmar que a sub-estrutura de deformação a frio dos aços inoxidáveis austeníticos é composta por uma distribuição planar de discordâncias e martensita induzida por deformação, α' e ε . A quantidade de martensita tende a aumentar para maiores graus de redução, menores temperaturas de deformação e maiores velocidades de deformação.

2.2 Reversão da martensita induzida por deformação

As martensitas α' e ε são fases metaestáveis e reverterem para γ em altas temperaturas, este efeito é chamado *reversão da martensita*. A reversão da martensita ε ocorre na faixa de temperatura entre 150 e 400°C, enquanto a da martensita α' se situa entre 400 e 850°C [30, 40, 43-49]. Martins e co-autores [44, 47] estudaram a reversão da martensita α' nos aços AISI 304 e 304L, com o carbono totalmente em solução sólida e precipitado na forma de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$. Eles concluíram que a temperatura de reversão é pouco sensível ao teor de carbono, deformação e efeito do tratamento de precipitação realizado antes da laminação a frio.

Guy e co-autores [43] estudaram reversão da martensita α' nos AIAs Fe-18Cr-8Ni e Fe-18Cr-12Ni, utilizando uma balança magnética para determinar a porcentagem da fase magnética, ou seja, da martensita α' . Eles concluíram que as temperaturas A_s e A_f decresceram com o incremento do teor de Ni. Eles afirmaram que a reversão da martensita α' ocorreu por um mecanismo de cisalhamento atérmico, seguido por um mecanismo difusional isotérmico. O aumento da quantidade de martensita α' em torno de 400°C nos dois aços foi ocasionado possivelmente pelo relaxamento das interfaces α'/γ . Não foi encontrada nenhuma evidência de uma nova martensita α' nucleada nesta temperatura, como proposto por Mangonon e Thomas [26]. Guy e co-autores também reportaram um aumento na dureza nesta temperatura, enquanto Mangonon e Thomas observaram um aumento do limite de escoamento nesta temperatura (vide figura 2.5).

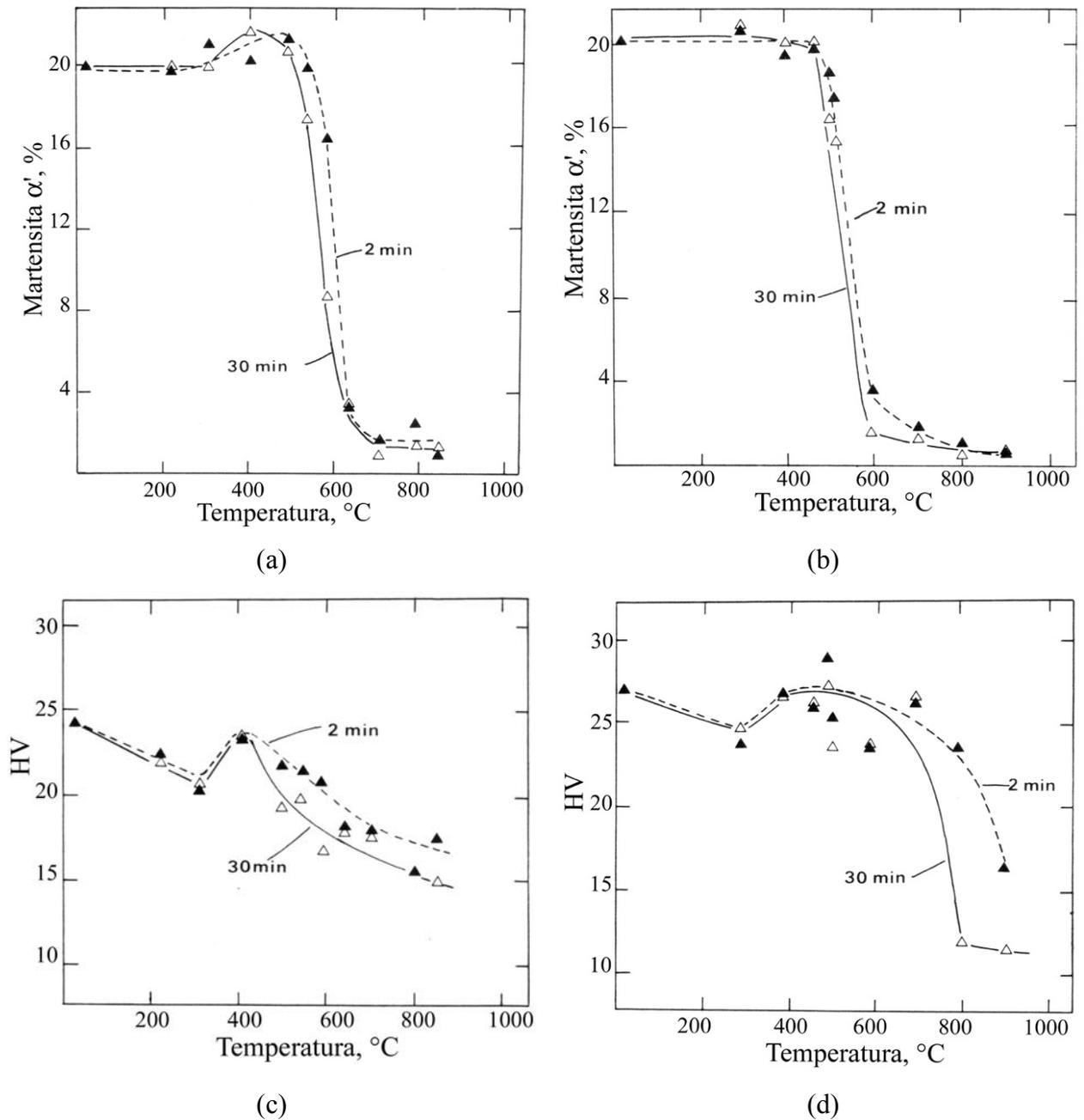


Figura 2.5 – Variação da % de martensita α' com a temperatura de recozimento para os aços inoxidáveis austeníticos dos tipos: (a) 18%Cr-8%Ni resfriado a -196°C e (b) 18%Cr-12%Ni deformado 20% a -196°C [43]. Variação da dureza com a temperatura de recozimento para os aços inoxidáveis austeníticos dos tipos: (c) 18%Cr-8%Ni resfriado a -196°C e (d) 18%Cr-12%Ni deformado 20% a -196°C [43].

Em pesquisas mais recentes, Mumtaz e co-autores [48] pesquisaram a reversão da martensita com auxílio de medidas magnéticas em um aço AISI 304. Eles concluíram que as temperaturas de início e término da reversão da martensita α' , A_s e A_f , para austenita estão

entre 625-650°C e 900-950°C, respectivamente. Os valores de dureza apresentaram uma queda para temperaturas acima de 600°C. Por outro lado, Tavares e co-autores [45] reportaram que as temperaturas de reversão da martensita α' para γ , A_s e A_f , estão entre 430-440°C e 610-616°C, respectivamente, para um aço AISI 304L.

As temperaturas de início da reversão da martensita para um aço AISI 304 após reduções de 18, 29 e 41% por laminação foram de 445, 400 e 433°C, enquanto as temperaturas de término foram de 724, 705 e 694°C, respectivamente. Tavares e co-autores [46] concluíram que as temperaturas de início e de fim da reversão da martensita são maiores para menores deformações.

Andrade e co-autores [49] estudaram a reversão de martensita α' e ε no aço ABNT 304 usando ensaios de dilatométrica. Eles concluíram entre 50 e 200°C observou-se a reversão da martensita ε para γ e entre 500 e 600°C aconteceu reversão da martensita α' a γ , mais precipitação de carbonetos $M_{23}C_6$, nesta transformação o mecanismo de reversão aconteceu principalmente por cisalhamento.

2.3 Recuperação e recristalização

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal deformado a frio acontecem no sentido diminuir a energia armazenada na deformação [21]. Um aumento na temperatura do material propicia a ocorrência de mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos. Em geral, durante o recozimento de metais deformados a frio podem ocorrer os seguintes processos microestruturais [21, 50]:

- (1) reação entre os defeitos puntiformes (auto-intersticiais e lacunas) e aglomerados destes, especialmente aniquilação;
- (2) aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias;
- (3) rearranjo de discordâncias para formar configurações energeticamente mais favoráveis, formação de subgrãos ou poligonalização;
- (4) formação de contornos de alto ângulo;
- (5) absorção de defeitos puntiformes e discordâncias pela migração dos contornos de grão de alto ângulo através do metal;
- (6) redução da área total de contornos de grão.

As modificações microestruturais (1), (2), (3) e (4) são classificadas como recuperação e as (5) e (6) como recristalização e crescimento de grão, respectivamente. A recuperação, em comparação com a recristalização, desempenha um papel secundário no processo global de restauração das propriedades dos materiais encruados.

2.3.1 Recuperação

As mudanças microestruturais ocorridas na recuperação levam a uma restauração parcial das propriedades mecânicas, da resistividade elétrica, da densidade e das tensões residuais. A migração de defeitos puntiformes para os contornos de grão e discordâncias e a aniquilação dos mesmos ocorre em temperaturas menores que $0,2T_f$ (T_f = temperatura absoluta de fusão). A aniquilação de discordâncias de sinais opostos e seu rearranjo, formando subcontornos de grão ou contornos de pequeno ângulo, ocorrem em temperaturas entre $0,2$ e $0,3T_f$. A formação de subgrãos acontece em temperaturas maiores que $0,4T_f$, pois requer maior ativação térmica para a ocorrência de escorregamento com desvio (“cross-slip”) e escalada (“climb”) das discordâncias [51].

Em metais de alta EDE a recuperação é muito importante, pois a mobilidade das discordâncias causa uma considerável diminuição na energia interna. Nos metais e ligas de baixa e média EDE, como os aços inoxidáveis austeníticos, as discordâncias possuem baixa mobilidade, apresentando grande resistência à poligonalização e, conseqüentemente, amolecendo pouco por recuperação. Dependendo da temperatura de recozimento a recristalização pode ocorrer antes da recuperação e da formação de subgrãos.

Durante o recozimento de aços inoxidáveis austeníticos previamente deformados a frio, pode ocorrer o fenômeno de envelhecimento estático [52-54]. O envelhecimento causa o aparecimento de limite de escoamento descontínuo nas curvas de tensão versus deformação e também causa aumento do limite de escoamento. Talone e co-autores [52] estudaram este fenômeno nos aços AISI 304 e 304LN, após recozimentos na faixa de 80 a 200°C. O mecanismo proposto está relacionando com o revenimento da martensita induzida por deformação α' e envolve a redistribuição de átomos de carbono e nitrogênio. Na ausência de martensita α' o fenômeno parece não ser significativo.

2.3.2 Recristalização

A recristalização ocorre pela movimentação de contornos de alto ângulo na microestrutura do material. Este processo envolve a nucleação de grãos com baixa densidade de defeitos cristalinos, os quais crescem até que as frentes de reação se encontrem [54].

Na nucleação da recristalização são ativados mecanismos de rearranjo de discordâncias para formar uma região livre de defeitos associada a um contorno de alto ângulo com alta mobilidade, capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada ou recuperada. A nucleação é um fenômeno altamente heterogêneo que ocorre principalmente nos contornos de grão iniciais, nas bandas de deformação e ao redor das inclusões [22].

Os possíveis mecanismos da nucleação da recristalização mencionados na literatura [21, 55-60] são:

- ❖ *Migração de contornos de grão induzida por deformação.* Os contornos de grão pré-existent migram para o interior de um grão mais deformado. Os núcleos da recristalização se formam em regiões com um alto gradiente de deformação. Este modelo predomina para baixos graus de deformação [58];
- ❖ *Nucleação por migração de contornos de baixo ângulo (subcontornos).* Este modelo é baseado no fenômeno de poligonalização, quando são formadas regiões com baixa densidade de discordâncias circundadas por contornos de baixo ângulo [21]. Os subcontornos continuam migrando, absorvendo as discordâncias, aumentando suas desorientações até se transformarem em contornos de alto ângulo, de alta mobilidade;
- ❖ *Nucleação por coalescimento de subgrãos.* Este mecanismo consiste em coalescimento de dois subgrãos vizinhos, o que equivale a uma rotação, tornando seus reticulados cristalinos coincidentes. O coalescimento promove o crescimento de subgrãos, eliminação de subcontornos e alteração das diferenças de orientação entre o grupo que sofreu coalescimento e os subgrãos vizinhos. O aumento dessas diferenças de orientação leva ao aparecimento de um contorno de alto ângulo capaz de migrar com alta velocidade, constituindo um núcleo de recristalização [21].

Segundo resultados da literatura [43, 48], a recristalização dos AIAs ocorre em temperaturas em torno de 100°C acima das temperaturas para início da reversão da martensita. A recristalização inicia-se em áreas mais deformadas, regiões de austenita retida e não de austenita revertida [43]. Os locais preferenciais para o início da recristalização são as bandas de deformação e as vizinhanças dos contornos de grão [48].

A temperatura de recristalização dos AIAs depende de diversos fatores, tais como, tipo de aço, tratamentos térmicos que antecedem o trabalho a frio, quantidade, modo, temperatura e velocidade de deformação, velocidade de aquecimento e tempo de permanência na temperatura de recozimento, entre outros. Todas estas variáveis dificultam a definição precisa desta temperatura. R.A. Lula [1] propõe uma temperatura de início da recristalização em torno de 750°C, enquanto outros autores [61, 62] reportam temperaturas de recristalização na faixa

de 950 a 1000°C e intervalos de tempo entre 5 a 10min. Martins e co-autores [44] reportam que as temperaturas para que ocorra um amolecimento de 50%, em aços AISI 304 e 304L, para diferentes graus de redução, estão entre 700 e 800°C para tempos de recozimento de 1 hora. Deve-se ressaltar que o amolecimento é devido predominantemente à recristalização, pois a reversão da martensita e a recuperação causam pequena diminuição de dureza nesta classe de materiais.

Donadille e co-autores [63] reportaram, para um aço 316L, uma recristalização completa para 40% de redução apenas em temperaturas altas, 900°C e 2 horas de recozimento. Já para reduções mais altas ($\geq 70\%$), onde a deformação foi heterogênea, estes autores relataram a ocorrência de uma recristalização heterogênea. Por exemplo, a 850°C a recristalização só se completou após 30 minutos de recozimento, enquanto à 900°C apenas 3 minutos foram necessários. Para tempos mais longos, nesta temperatura, foi evidenciada a precipitação de partículas de segunda fase.

Em geral, todas as variáveis que causam aumento da energia armazenada durante a deformação, tais como diminuição da energia de defeito de empilhamento e da temperatura de deformação, causam um decréscimo na temperatura de recristalização.

2.4 Refinamento de grão por meio de processamento termomecânico

Em aços ferríticos, o refinamento de grão tem sido muito estudado, enquanto nos AIs não existem muitas pesquisas. O refinamento de grão nos aços ferríticos pode ser induzido por um refino da austenita antes da transformação, bem como pelo controle da transformação de austenita para ferrita [64].

Nas ligas austeníticas, o processo de refinamento de grão é, usualmente, a recristalização após a deformação a frio, devido à ausência de transformações de fase. O processo de refinamento de grão é afetado, dentre outros fatores, pela temperatura de trabalho, pela quantidade de deformação e pela temperatura de recristalização. Martins e co-autores [44] reportaram um tamanho de grão de aproximadamente de 30 μm para os aços AISI 304 e 304L, obtido após uma redução de 60% e um recozimento a 950°C por uma hora. Para um aço AISI 321, estabilizado com titânio, com uma redução de 10% e recozido entre 900 e 1190°C, o tamanho de grão final aumenta de 15 para 230 μm [2].

Nos AIAs, os defeitos produzidos na microestrutura durante a deformação plástica da austenita atuam como embriões para a martensita α' e a sucessiva reversão de α' , possibilitando um refinamento de grão [57, 65]. Di Schino e co-autores [66, 67] reportaram que, para temperaturas menores que 800°C e diferentes reduções, a martensita é totalmente consumida pela formação de novos grãos austeníticos, com um tamanho de grão médio de $2\mu\text{m}$, nos aços AISI 304 e 301. A variação do tamanho de grão mostrou uma relação do tipo Hall-Petch em relação à dureza e ao limite de escoamento dos aços estudados.

Donadille e co-autores [63] determinaram o tamanho de grão de um aço AISI 316L, para diferentes graus de deformação, após o recozimento a 900°C (figura 2.6) e concluíram que para maiores deformações o tamanho de grão é menor. Além disto, determinaram a evolução do tamanho de grão em função do tempo de recozimento para diferentes reduções e temperaturas de recozimento (figura 2.7). Conforme esperado, observa-se que o tamanho de grão depende do grau de deformação, da temperatura e do tempo de recozimento. O tamanho de grão diminui com o aumento do grau de deformação e a diminuição da temperatura e do tempo de recozimento.

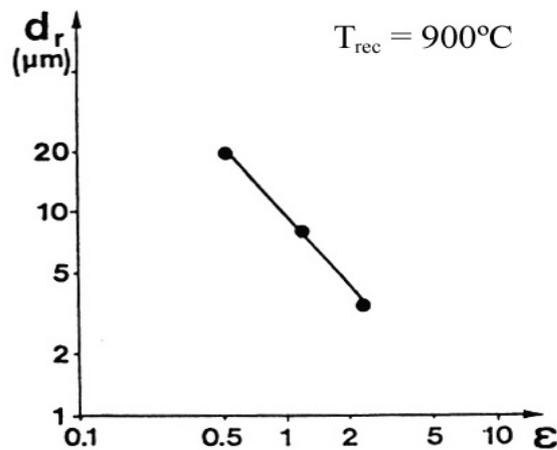


Figura 2.6 – Efeito da deformação (*log plot*) no tamanho de grão médio (*log plot*) de um aço AISI 316L recozido a 900°C [63].

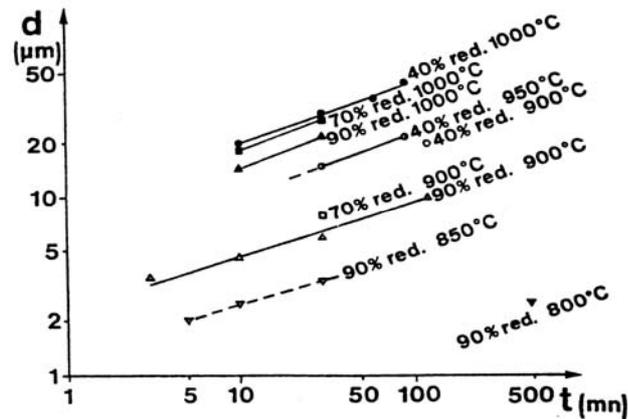


Figura 2.7 – Tamanho de grão médio (*log plot*) para diferentes temperaturas de recozimento e reduções por laminação, em função do tempo (*log plot*), para um aço AISI 316L [63].

Em pesquisas mais recentes se têm desenvolvido tecnologias para produzir materiais de grãos ultrafinos (UFG) ou nanocristalinos. Estas tecnologias são conhecidas como processos de deformação plástica severa (“Several Plastic Deformation – SPD”) [68-71].

Ma e co-autores [72] propuseram, para um aço inoxidável austenítico (Fe-0,1%C-10%Cr-5%Ni-8%Mn), um tratamento termomecânico (figura 2.8) para produzir um material nanocristalino com elevadas propriedades mecânicas. O tratamento termomecânico repetitivo produz uma austenita de grãos nanocristalinos, com diâmetro médio de 100nm, com uma excelente combinação de resistência (limite de resistência de 1102MPa) e alongamento (alongamento uniforme de 28%).

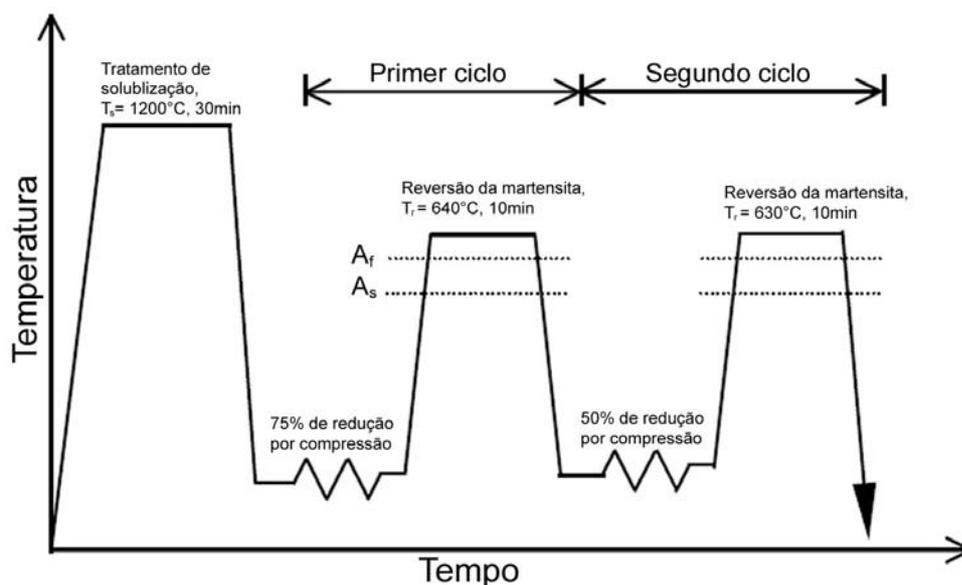


Figura 2.8 – Esquema do tratamento termomecânico repetitivo para obter nanocristais em um aço inoxidável austenítico metaestável [72].

Wang e co-autores [73] estudaram um aço inoxidável austenítico 1Cr18Ni9Ti submetido a uma redução de 60% por compressão à temperatura ambiente e em nitrogênio líquido e em seguida recozido a 580°C por 30 minutos. A amostra deformada em nitrogênio líquido apresentou maior quantidade de martensita induzida por deformação. Após o tratamento de recozimento o tamanho de grão da austenita, nos dois estados, situou-se entre 20 e 120nm.

Das pesquisas mencionadas neste item, pode-se concluir que um tamanho de grão fino da austenita, antes da deformação por laminação, produz martensita com morfologia de ripas (“lath”) mais estreitas, que na reversão da martensita contribuem para a diminuição do tamanho de grão da austenita recozida. A temperatura de recozimento deve ser menor que a temperatura de recristalização e estar próxima da temperatura de término da reversão da martensita, ou seja, $A_f + 10^\circ\text{C}$.

2.5 Textura cristalográfica

2.5.1 Representação da textura de laminação em aços.

A textura denota uma orientação preferencial, ou seja, uma tendência estatística de que os cristais ou grãos de um material policristalino estejam orientados em uma (ou mais) orientação particular [74-76]. A textura é importante porque muitas propriedades dos materiais são dependentes dela, tais como: módulo de Young, resistência mecânica, tenacidade, ductilidade, permeabilidade magnética, condutividade elétrica, expansão térmica, entre outras [77]. A textura é gerada em um metal por processos como deformação plástica, recozimento, solidificação ou durante deposição de filmes finos.

No estudo de textura deve-se diferenciar entre macrotextura (textura), microtextura e mesotextura. A macrotextura considera os grãos num policristal como uma população estatística simples, sem levar em conta a localização espacial de qualquer grão ou a relação com seus vizinhos. A microtextura considera a orientação de cada grão individual da população, que está relacionada com uma ou mais características da microestrutura. A mesotextura é a textura entre grãos, onde a orientação entre grãos vizinhos é utilizada para caracterizar a desorientação entre eles, ou geometria de contorno de grão [76, 78]. Na figura 2.9 pode-se observar a relação esquemática entre macrotextura, microtextura e mesotextura.

A figura de pólo é a forma mais tradicional e direta para se determinar a textura do material, mas ela se refere exclusivamente a um plano particular $\{hkl\}$, fornecendo

informações incompletas e semi-quantitativas. Uma informação completa da natureza da textura pode ser obtida por meio da Função de Distribuição de Orientação (FDO).

Antes de avaliar as figuras de pólo ou calcular a FDO, algumas correções devem ser aplicadas. Os dados de textura corrigidos são normalizados em uma unidade padrão (“Times Random, TR”), ou seja, múltiplos de uma distribuição ao acaso. A densidade de orientação ou probabilidade de orientação de uma amostra completamente isotrópica, com grãos orientados ao acaso será igual a um (TR=1), quando $TR > 1$ a amostra apresenta orientação preferencial, ou seja, muitos planos da rede são orientados em uma determinada direção [77].

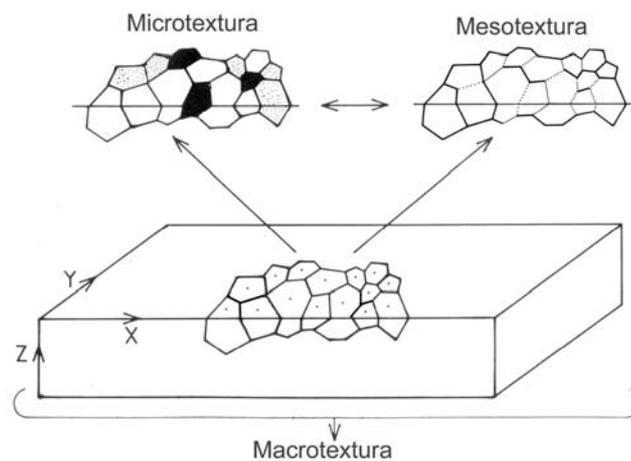


Figura 2.9 – Diagrama esquemático ilustrando as relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura [77].

A *Função de Distribuição de Orientação (FDO)* é uma análise quantitativa da textura em três dimensões, descrevendo a distribuição das orientações dos cristais, representada por um plano e uma direção: $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ e a fração volumétrica de cada orientação presente. A FDO não pode ser medida diretamente por difração de raios X e é calculada a partir dos dados das figuras de pólo.

A FDO é definida pelos ângulos de Euler que relacionam os eixos da amostra com os eixos do cristal. Os ângulos de Euler referem-se a três rotações, quando executadas na seqüência correta, transformam o sistema coordenado da amostra coincidente com o sistema coordenado do cristal. Existem três sistemas de notação dos ângulos de Euler. A notação mais comum foi proposta por Bunge [79] utilizando os ângulos, φ_1 , ϕ , φ_2 . Qualquer orientação expressa em termos dos ângulos de Euler pode ser representada como um ponto em um sistema coordenado de três dimensões, onde os eixos são dados pelos três ângulos de Euler. O

espaço resultante é conhecido como espaço de Euler, onde os parâmetros φ_1 , ϕ , φ_2 são coordenadas cartesianas.

A FDO é raramente representada em um espaço tridimensional. Geralmente é representada em secções de igual espaçamento angular (5°), ao longo de um dos ângulos de Euler. Para a interpretação das secções são usados ábacos de indexação que contêm as diversas orientações preferenciais ideais, onde os planos são representados por linhas retas e as direções por pontos sobre as linhas (figura 2.10).

Os aços ferríticos (CCC) e austeníticos (CFC) desenvolvem texturas de fibra na laminação, que são representadas no espaço de Euler. As FDOs de materiais CFC são usualmente representadas em secções de φ_2 e as de materiais CCC são apresentadas em secções de φ_1 [78]. Na tabela 2.3 e nas figuras 2.11 e 2.12 são fornecidas e ilustradas as fibras e orientações mais importantes nos aços.

TABELA 2.3 – Fibras características em metais e ligas CCC e CFC com suas principais componentes e os ângulos de Euler característicos [76, 80].

MATERIAL	FIBRA	EIXO DA FIBRA	PRINCIPAIS COMPONENTES	ÂNGULOS DE EULER
CCC	α	$\langle 011 \rangle // DL$	$\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{1\bar{1}2\}\langle 110 \rangle$, $\{1\bar{1}1\}\langle 110 \rangle$	$\varphi_1=0^\circ$, $0^\circ < \phi < 90^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$
	γ	$\langle 111 \rangle // DN$	$\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{11\bar{1}\}\langle 112 \rangle$	$0^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$, $\phi=54,7^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$
	η	$\langle 001 \rangle // DL$	$\{001\}\langle 100 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$	$\varphi_1=0^\circ$, $0^\circ < \phi < 45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$
	ζ	$\langle 011 \rangle // DN$	$\{011\}\langle 100 \rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 211 \rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 111 \rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 011 \rangle$	$0^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$, $\phi=45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$
	ε	$\langle 110 \rangle // DT$	$\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$, $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$, $\{11\ 11\ 8\}\langle 4\ 4\ 11 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$	$\varphi_1=90^\circ$, $0^\circ < \phi < 90^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$
	θ	$\langle 011 \rangle // DN$	$\{001\}\langle 100 \rangle$, $\{001\}\langle 110 \rangle$	
	β	**	$\{001\}\langle 100 \rangle$, $\{557\}\langle 583 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$	$0 < \varphi_1 < 90^\circ$, $35^\circ < \phi < 54,7^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$
CFC	α	$\langle 011 \rangle // DN$	$\{011\}\langle 100 \rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 211 \rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 111 \rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 011 \rangle$	$0^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$, $\phi=45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$
	γ	$\langle 111 \rangle // DN$		$60^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$, $\phi=54,7^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$
	τ	$\langle 011 \rangle // DT$		$\varphi_1=90^\circ$, $0^\circ < \phi < 90^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$
	β	**	$\{211\}\langle 111 \rangle$, $\{123\}\langle 634 \rangle$, $\{011\}\langle 211 \rangle$	$35^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$, $35^\circ < \phi < 45^\circ$, $45^\circ < \varphi_2 < 90^\circ$

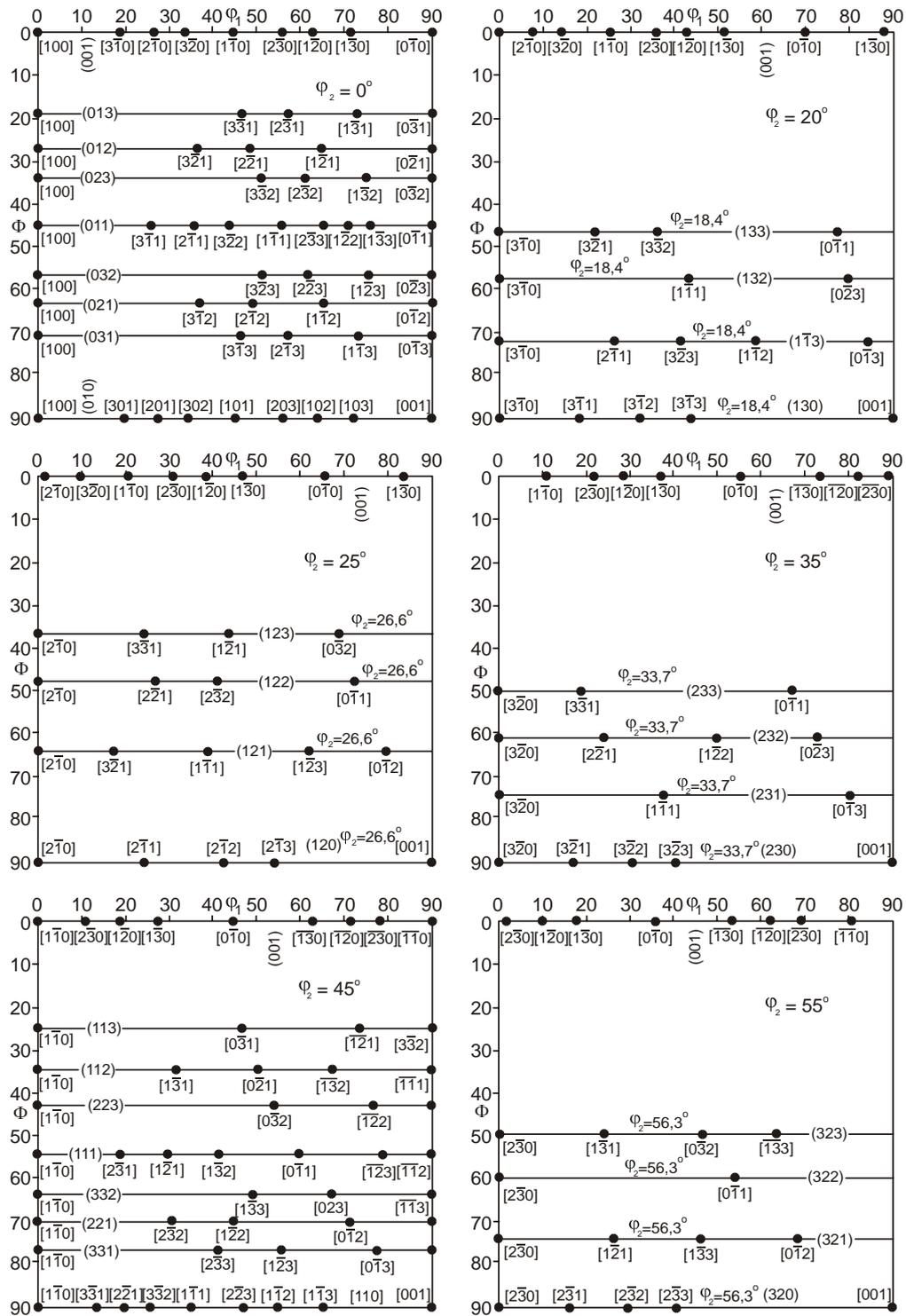


Figura 2.10 – Ábaco de indexação para interpretação das FDOs [80].

Os aços ferríticos apresentam uma textura de fibra α_{cc} (o eixo $\langle 110 \rangle$ paralelo à direção de laminação com as componentes $\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{1\bar{1}2\}\langle 110 \rangle$, $\{1\bar{1}1\}\langle 110 \rangle$), fibra γ (o eixo $\langle 111 \rangle$ paralelo à direção normal com as componentes $\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{11\bar{1}\}\langle 112 \rangle$), fibra η (o eixo $\langle 001 \rangle$ paralelo à direção de laminação com as componentes $\{001\}\langle 100 \rangle$,

$\{011\}\langle 100\rangle$), fibra ζ (o eixo $\langle 011\rangle$ paralelo à direção normal com as componentes $\{011\}\langle 100\rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 211\rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 111\rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 011\rangle$), fibra ε (o eixo $\langle 011\rangle$ paralelo à direção transversal com as componentes $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{11\ 11\ 8\}\langle 4\ 4\ 11\rangle$, $\{011\}\langle 100\rangle$), fibra θ (o eixo $\langle 001\rangle$ paralelo à direção normal com as componentes $\{001\}\langle 100\rangle$, $\{001\}\langle 110\rangle$) e a fibra β (componentes principais $\{001\}\langle 100\rangle$, $\{557\}\langle 583\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$).

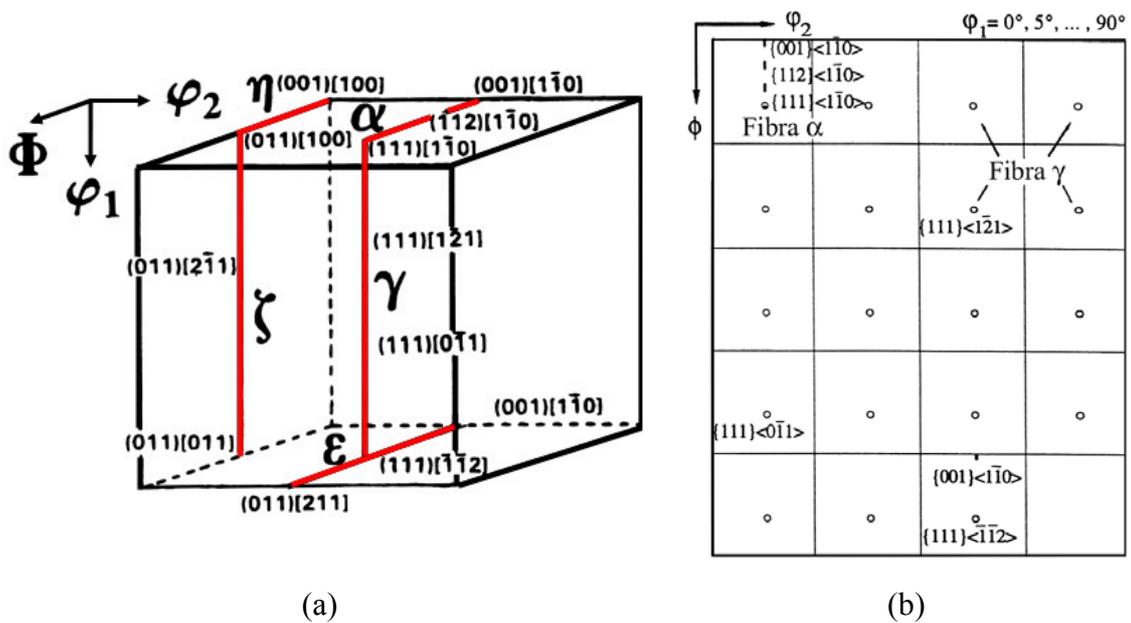


Figura 2.11 – Fibras e orientações mais importantes no espaço reduzido de Euler para os metais CCC [81, 82].

As fibras mais importantes nos aços austeníticos são a fibra α_{CFC} (o eixo $\langle 011\rangle$ paralelo à direção normal com as componentes Goss, G- $\{011\}\langle 100\rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 211\rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 111\rangle$, $\{0\bar{1}1\}\langle 011\rangle$), fibra τ (o eixo $\langle 011\rangle$ paralelo à direção transversal), fibra γ (o eixo $\langle 111\rangle$ paralelo à direção normal) e fibra β (uma fibra menos simétrica que tem as componentes Cobre, C- $\{211\}\langle 111\rangle$, S- $\{123\}\langle 634\rangle$, latão, B- $\{011\}\langle 211\rangle$ e cubo- $\{001\}\langle 100\rangle$ girando ao redor de DL, DT e DN).

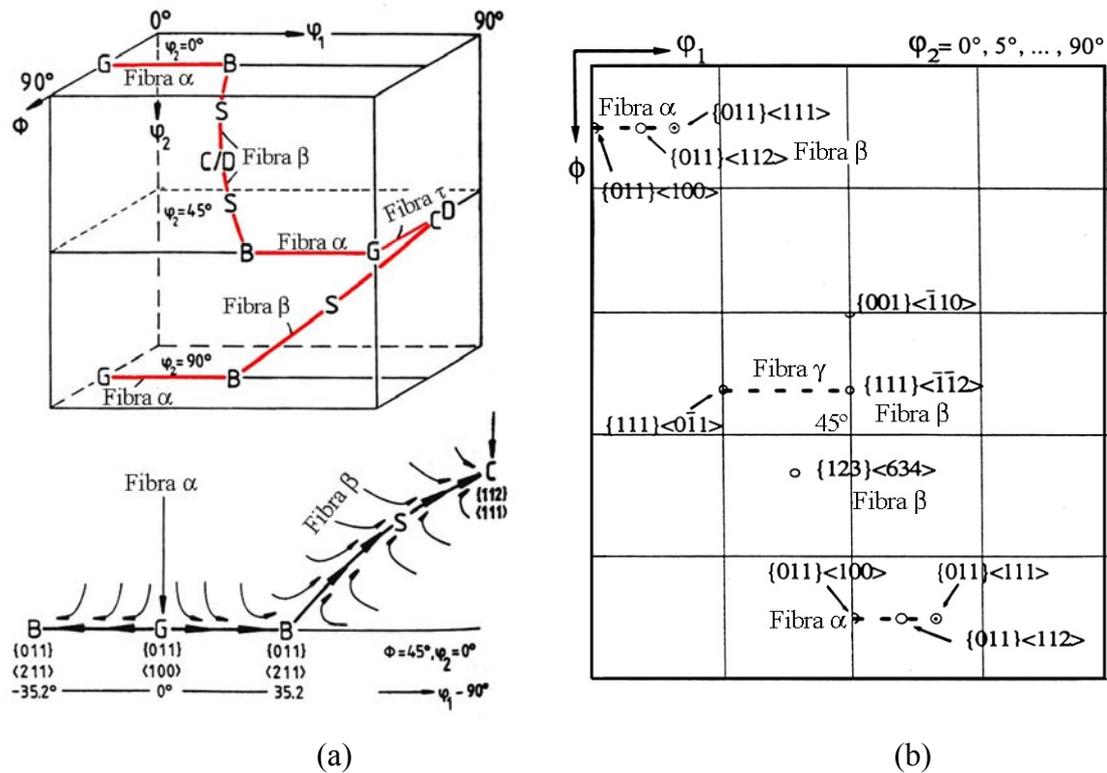


Figura 2.12 – Fibras e orientações mais importantes no espaço reduzido de Euler para os metais CFC [81, 83]

2.5.2 Textura em aços inoxidáveis austeníticos (AIA)

A seguir serão apresentadas as texturas dos aços inoxidáveis austeníticos em diferentes estados, laminados a quente, laminados a frio e recozidos.

2.5.2.1 Textura de laminação a quente dos AIAs

Os AIAs tipicamente deformam-se como os materiais CFC, sem transformações de fases durante o resfriamento, após a laminação a quente. A energia de defeito de empilhamento dos AIAs é muito similar à do latão 70/30, por isso estes materiais apresentam pouca tendência à recuperação e amolecem predominantemente por recristalização, principalmente quando comparados aos aços inoxidáveis ferríticos, AIFs [81]. A textura de laminação a quente dos AIAs é semelhante à do latão, caracterizada por $\{110\}\langle 112\rangle$ [84].

Chapas de AIAs laminadas a quente apresentam uma distribuição de orientação fraca, com um gradiente de textura entre o centro e a superfície. A figura 2.13 apresenta as FDOs para diferentes espessuras da chapa de um aço inoxidável austenítico com 18%Cr e 8,5%Ni

[85]. No centro da chapa, $s = 0^*$ e $s = 0,1$, a textura é caracterizada por uma fibra α_{CFC} incompleta com as componentes B- $\{011\}\langle 211\rangle$, C- $\{211\}\langle 111\rangle$ e $\{001\}\langle 100\rangle$ mais fortes e uma fibra β fraca; em $s = 0,2$ estas texturas decrescem e uma distribuição ao acaso é detectada. No centro da chapa, $0,5 \leq s \leq 0,6$, surge uma textura de transição, caracterizada pelas componentes $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 211\rangle$, $\{211\}\langle 110\rangle$ e a fibra γ . Na camada próxima à superfície, $0,7 \leq s \leq 0,8$, a textura é novamente ao acaso, para se transformar em uma textura similar à camada $s = 0,6$ na superfície [81, 85-87] (figura 2.14).

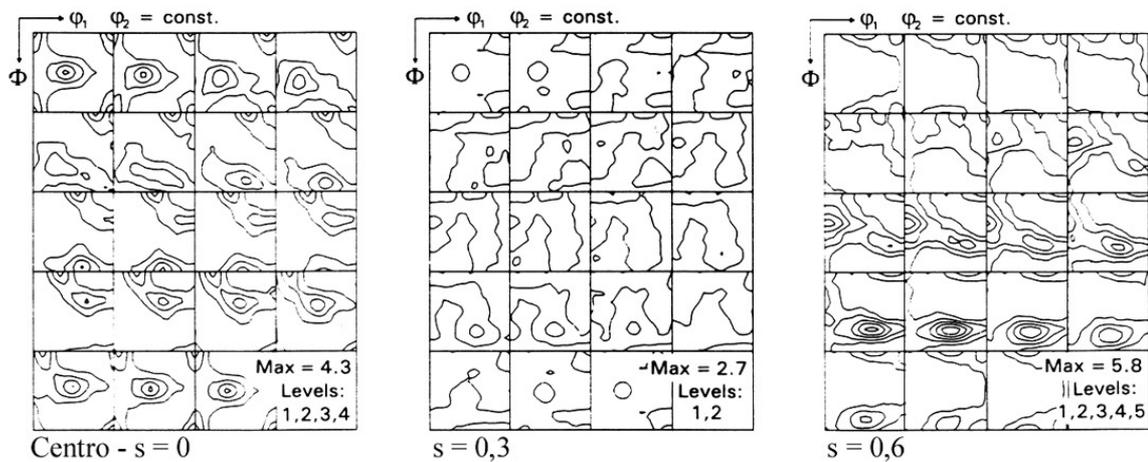


Figura 2.13 – FDOs de um AIA com 18%Cr-8,5%Ni, laminado a quente, para diferentes camadas ao longo da espessura (a) $s=0$; (b) $s=0,3$ e (c) $s=0,6$ [85].

A textura observada no centro da chapa é característica de deformação com esforço plano de tensões para materiais CFC. A intensidade da textura apresentada é muito menor que em outras ligas devido à recristalização. A recristalização acontece no início da laminação a quente e a fibra β é desenvolvida nos últimos passes da laminação, ou seja, após um considerável resfriamento da chapa, onde a temperatura e a energia armazenada nos últimos passes são muito baixas para permitir a recristalização [85]. A textura em $s=0,6$ e $s=1$ são orientações típicas de cisalhamento. Na figura 2.15 observa-se um perfil das componentes de cisalhamento do AIA ao longo da espessura.

* $s = \frac{a}{(1/2d)}$, a = distância da camada até o centro da chapa, d = espessura da chapa.

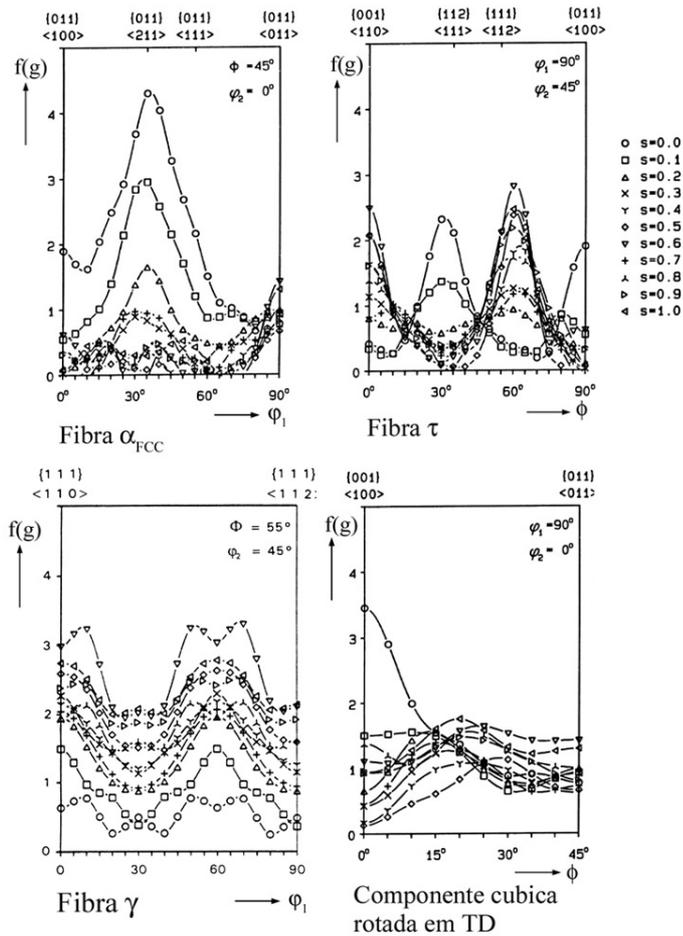


Figura 2.14 – Textura de um AIA laminado a quente, para várias camadas ao longo da espessura e diferentes fibras de um AIA com 18%Cr-8,5%Ni [85, 88].

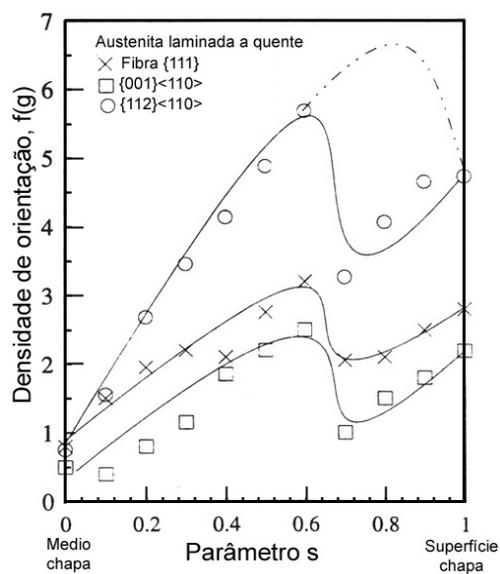


Figura 2.15 – Perfil das componentes de cisalhamento ao longo da espessura de um AIA com 18%Cr-8,5%Ni [87].

Em geral, a textura de laminação a quente dos AIAs é essencialmente formada durante os últimos passes da laminação e apresenta um gradiente ao longo da espessura. Perto da superfície, é detectada uma textura de cisalhamento composta pela fibra γ e pelas componentes $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$, muito semelhante à encontrada no alumínio laminado a quente. A ausência de textura de cisalhamento em $s=0,7-0,8$ foi justificada pela recristalização. No centro da chapa foi detectada uma textura típica de laminação, caracterizada pela fibra β . A densidade da fibra β é muito baixa quando comparada com a observada em ligas laminadas a frio, devido à recristalização completa durante e depois da laminação a quente, que remove a textura de laminação [85-88].

2.5.2.2 Textura de laminação a frio dos AIAs

A textura de deformação dos metais CFC é determinada principalmente pela energia de defeito de empilhamento, EDE [57]. As principais componentes de textura encontram-se ao longo de um tubo de orientações que se estende da orientação $\{110\}\langle 11\bar{1}\rangle$ até C- $\{112\}\langle 11\bar{1}\rangle$ [89]. Os metais CFC com alta EDE, como o alumínio ($\gamma_{EDE} \sim 170\text{mJm}^{-2}$) e o cobre ($\gamma_{EDE} \sim 80\text{mJm}^{-2}$), apresentam uma textura de laminação denominada textura tipo Cobre, C- $\{112\}\langle 111\rangle$, nos ângulos de Euler $\varphi_1=90$, $\phi = 35$ e $\varphi_2 = 45$. Os metais CFC com baixa EDE, como o latão 70:30 ($\gamma_{EDE} \sim 20\text{mJm}^{-2}$) e a prata ($\gamma_{EDE} \sim 25\text{mJm}^{-2}$), apresentam uma textura de laminação denominada textura tipo Latão, B- $\{011\}\langle 211\rangle$, nos ângulos de Euler $\varphi_1 = 55$, $\phi = 90$ e $\varphi_2 = 45$. A textura de transição é amplamente utilizada para descrever as mudanças que ocorrem nas faixas de EDE intermediárias [57, 84, 89].

A textura de deformação dos metais CCC é praticamente independente da composição química, das variáveis de processamento e das heterogeneidades microestruturais, como as bandas de cisalhamento [57]. As orientações principais estão localizadas em duas fibras parciais: $\{hkl\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle uvw\rangle$ [57, 84, 89].

Conforme já foi discutido, durante a laminação a frio ocorre uma transformação de fase induzida por deformação, de austenita para martensita. Em geral, a austenita apresenta uma textura de laminação tipo latão, B- $\{011\}\langle 211\rangle$, característica dos metais CFC com baixa EDE. A martensita induzida por deformação apresenta uma textura de laminação $\{211\}\langle 011\rangle$, $\{111\}\langle 211\rangle$ e $\{100\}\langle uvw\rangle$ [63, 88, 90-93].

Donadille e co-autores [63] estudaram a textura e a microestrutura de laminação a frio de um aço AISI 316L, concluindo que a textura predominante é a do tipo latão, a partir de reduções de 40% em laminação a frio. Sua intensidade aumenta até reduções de 90%, com o

desenvolvimento de uma componente adicional, $\{111\}\langle uvw \rangle$, a partir de 70% de redução. Uma boa correlação entre a textura e a microestrutura durante a deformação foi estabelecida por estes autores. A microestrutura, após pequenas deformações ($\leq 60\%$ de redução), apresentou “clusters” de micromaclas no interior dos grãos alongados. Para deformações maiores ($\geq 70\%$ de redução) a deformação é heterogênea, pois as bandas de cisalhamento se desenvolvem em numerosos grãos. As maclas mecânicas provavelmente são importantes para o desenvolvimento da componente B, enquanto as bandas de cisalhamento estão relacionadas com o incremento da componente Goss. Além disto, o crescimento desta componente está relacionado como a formação da componente $\{111\}\langle uvw \rangle$.

Raabe [88] estudou a laminação a frio de um aço inoxidável austenítico (18%Cr-8,5%Ni) laminado a quente. A textura de laminação a frio da austenita foi caracterizada pelas fibras β e α_{CFC} , a componente tipo latão, B- $\{110\}\langle 112 \rangle$ foi a mais forte nas duas fibras, mostrando sua semelhança com a textura do tipo latão e da austenita estável. Para maiores graus de deformação, a fibra α_{CFC} também apresentou uma forte componente Goss, G- $\{110\}\langle 001 \rangle$, com densidade de orientação similar à da componente B (figura 2.16). A textura de laminação a frio da martensita foi caracterizada pelas fibras α_{CCC} e τ . Em baixos graus de deformação (20%), a textura dominante foi a $\{001\}\langle 110 \rangle$, com o aumento do grau de deformação esta componente gira gradualmente através da orientação $\{211\}\langle 011 \rangle$, típica de monocristais CCC laminados. Além disto, a orientação $\{111\}\langle 211 \rangle$ tornou-se mais intensa (figura 2.17). Raabe [88] ainda simulou, com êxito, as texturas de laminação das duas fases, obtendo concordância entre os resultados experimentais e os obtidos por simulação.

2.5.2.3 Textura de recristalização

A textura de recristalização dos metais CFC depende da textura de deformação. Em geral, a textura de recristalização pode ser de três tipos: i) textura tipo cubo $\{100\}\langle 001 \rangle$; ii) textura retida da deformação; e iii) textura ao acaso [21, 84, 94]. O recozimento em baixas temperaturas causa apenas recuperação e pequena ou nenhuma modificação na textura de deformação. Quando ocorre recristalização nem sempre a textura muda, mas permanece relacionada com a textura de deformação.

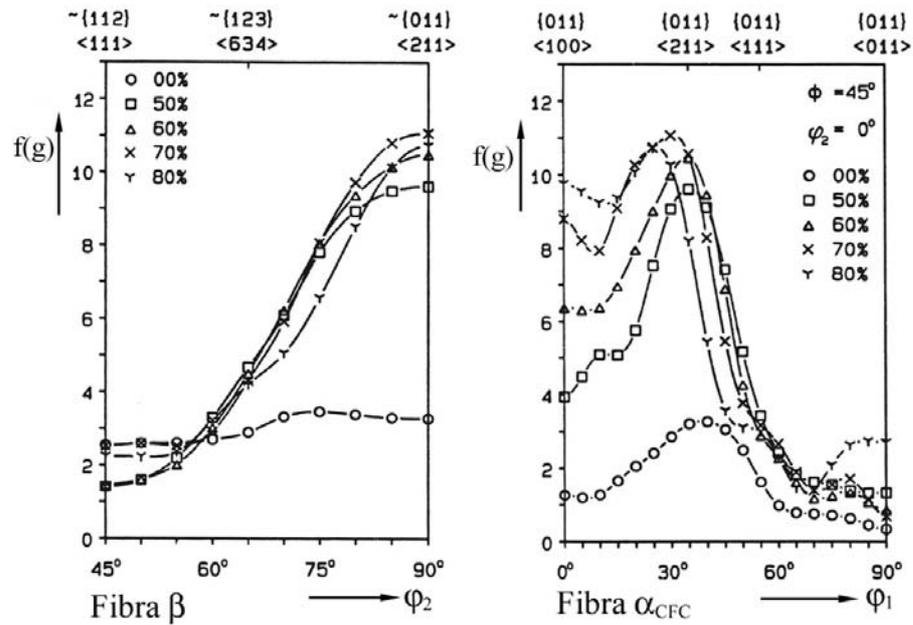


Figura 2.16 – Textura de laminação a frio de um AIA (18%Cr-8,5%Ni) no centro da chapa [88].

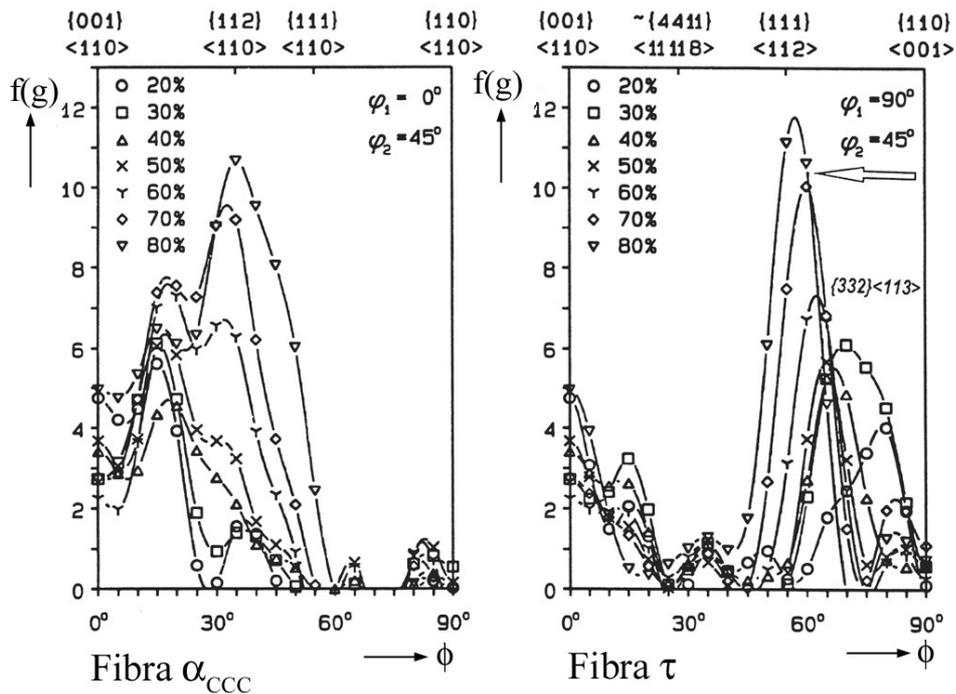


Figura 2.17 – Textura de laminação a frio da martensita induzida por deformação em um AIA (18%Cr-8,5%Ni) [88].

Em AIAs não existe consenso em relação à textura de recristalização. Yushkov e co-autores [90] reportaram as orientações B- $\{110\}\langle 112\rangle$ e C- $\{211\}\langle 111\rangle$ para baixas temperaturas de recozimento, 450 a 650°C; já para temperaturas mais altas observaram a componente $\{113\}\langle 211\rangle$, enquanto a componente C foi fortalecida.

Donadille e co-autores [63] pesquisaram a textura de recristalização de um aço AISI 316L, concluindo que a textura após recozimento manteve as principais componentes de textura da laminação a frio, B- $\{110\}\langle 112\rangle$, G- $\{110\}\langle 001\rangle$, enquanto a componente $\{111\}\langle uvw\rangle$ desapareceu. A permanência da componente B foi observada durante o crescimento normal dos novos grãos, sendo atribuída a uma nucleação orientada na matriz e às bandas de cisalhamento. O desaparecimento da componente $\{111\}\langle uvw\rangle$ foi relacionado com a nucleação orientada nas bandas de cisalhamento dos grãos com componente G, que invadem a orientação $\{111\}\langle uvw\rangle$ onde a nucleação foi observada. Na figura 2.18 pode-se observar as mudanças na textura durante o recozimento.

Durante o crescimento normal de grão, a textura produzida na recristalização primária normalmente é fortalecida. No crescimento anormal ou recristalização secundária, geralmente a textura resultante é diferente da textura de deformação e de recristalização. Em um AIA estabilizado com titânio após a recristalização secundária foi encontrada uma textura forte $\{122\}\langle 012\rangle$ e outras componentes do tipo $\{120\}\langle 210\rangle$ e $\{100\}\langle 012\rangle$ [95].

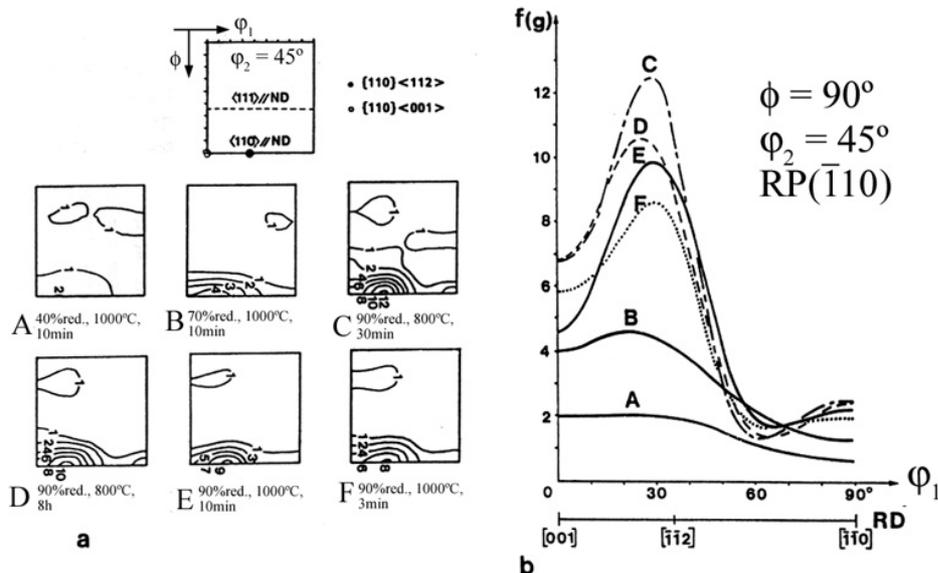


Figura 2.18 – Evolução da textura de recozimento para diferentes tratamentos térmicos de um aço AISI 316L [63].

Na tabela 2.4 é fornecido um resumo das texturas reportadas na literatura para diferentes aços inoxidáveis austeníticos em diferentes estados: laminado a quente, laminado a frio e recozido.

TABELA 2.4 – Texturas de aços inoxidáveis austeníticos em diferentes estados reportados na literatura.

ESTADO	TEXTURA
Liga 0,5C-0,76Si-1,37Mn-18,1Cr-0,24Mo-8,54Ni-Fe [81, 85-86]	
<ul style="list-style-type: none"> Laminada a quente 	<p>Austenita: <i>Centro da chapa</i> ($s = 0$ e $s = 0,1$): fibra α_{CFC}, textura tipo cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ e fibra β com as componentes latão, B$\{011\}\langle 211\rangle$, e cobre, C$\{112\}\langle 111\rangle$, fortes. <i>Em</i> $s = 0,5 - 0,6$: textura de transição, fibra γ e $\{112\}\langle 110\rangle$ forte e textura cubo rodado $\{001\}\langle 110\rangle$ fraca. <i>Em</i> $s = 0,7 - 0,8$: textura ao acaso <i>Superfície da chapa</i> ($s = 1$): textura de cisalhamento, semelhante a textura de $s = 0,5 - 0,6$.</p>
<ul style="list-style-type: none"> Laminação a frio até 80% de redução na espessura 	<p>Austenita: Fibras α_{CFC} e β com a componente B-$\{011\}\langle 211\rangle$, mais forte. Reduções $\geq 60\%$ aparece a componente Goss, G-$\{011\}\langle 100\rangle$. Martensita: Fibras τ e α_{CCC} com a componente $\{100\}\langle 011\rangle$ fraca e a $\{211\}\langle 011\rangle$ forte. Para baixas reduções a componente $\{100\}\langle 011\rangle$ é mais forte.</p>
Liga 18Cr-9Ni [90]	
<ul style="list-style-type: none"> Laminação a frio de 10 até 90% de redução na espessura 	<p>Austenita: Textura de transição entre a textura cobre e a latão. Em reduções $\geq 68\%$ as componentes B-$\{011\}\langle 211\rangle$, $\{135\}\langle 211\rangle$ e $\{011\}\langle 100\rangle$ fortes e as componentes $\{211\}\langle 011\rangle$ e $\{111\}\langle uvw\rangle$ fracas. Martensita: Componentes $\{211\}\langle 011\rangle$ e $\{111\}\langle 112\rangle$ fortes e a componente $\{100\}\langle uvw\rangle$ fraca.</p>
<ul style="list-style-type: none"> Recozimento entre 200 e 1000°C. 	<p>Em temperaturas inferiores a temperatura de recristalização, 450 – 650°C, as componentes fortes foram B-$\{110\}\langle 112\rangle$ e C-$\{112\}\langle 111\rangle$. A textura de recristalização, em temperaturas superiores a 650°C, foi caracterizada pelo desenvolvimento das componentes $\{311\}\langle 112\rangle$ e C$\{112\}\langle 111\rangle$ e a perda das componentes $\{211\}\langle 011\rangle$ e $\{111\}\langle uvw\rangle$ presentes depois da laminação a frio.</p>

AISI 316L – 0,029C-1,8Mn-0,032P-0,012S-0,5Si-17,75Cr-2,38Mo-12,6Ni-0,26Cu-0,18Co-0,077N-Fe [63]

- “Como recebido” Textura tipo B- $\{110\}\langle 112\rangle$, e tipo cubo $\{100\}\langle 001\rangle$.
- Laminação a frio de 40, 60, 70 e 90% de redução na espessura, sem reversão e nem lubrificante A textura B- $\{110\}\langle 112\rangle$ foi bem definida desde 40% de redução e aumentou fortemente até 90% de redução. Desde 70% de redução a textura G- $\{110\}\langle 001\rangle$ se fortaleceu e aparece a componente $\{111\}\langle uvw\rangle$.
- Recozimento A textura de recristalização foi caracterizada pela retenção das principais componentes da textura de laminação, B- $\{110\}\langle 112\rangle$ e $\{110\}\langle 001\rangle$ e o desaparecimento da componente $\{111\}\langle uvw\rangle$.

AISI 304L – 0,037C-0,55Mn-0,010P-0,032S-0,39Si-18,6Cr-9,5Ni-0,034N-Fe [91]

- Laminação em diferentes temperaturas, 25, 200, 300, 400, 600 e 800°C O aço laminado 90% a temperatura ambiente apresentou na *austenita* a componente B- $\{110\}\langle 112\rangle$, e na *martensita* as componentes $\{111\}\langle 112\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ fortes e a $\{100\}\langle 011\rangle$ fraca. A textura de laminação da austenita muda gradualmente da textura B- $\{011\}\langle 211\rangle$, para a textura tipo C- $\{112\}\langle 111\rangle$, com o aumento da temperatura de laminação desde 200 até 800°C.

Aço 18%Cr + 10, 12 e 14% Ni [92]

- Laminação a frio com 93% de redução O aço 18/10 apresentou 90% de martensita. A textura da *austenita* foi caracterizada pelas componentes B- $\{110\}\langle 112\rangle$ e $\{110\}\langle 001\rangle$ e a da *martensita* pelas componentes $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{001\}\langle 112\rangle$. O aço 18/12 apresentou 30% de martensita. A textura da *austenita* foi igual a do aço 18/10 e a *martensita* apresentou as componentes $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$. O aço 18/14 apresentou ~ 5% de martensita. A textura da *austenita* foi semelhante a dos aços 18/10 e 18/12.
- Recozimento para diferentes tempos entre 500 e 1000°C O aço 18/10 nas condições iniciais do recozimento apresentou as componentes B- $\{110\}\langle 112\rangle$ e C- $\{112\}\langle 111\rangle$ e depois da recristalização apresentou as componentes $\sim\{230\}\langle 32,13\rangle$ e $\sim\{230\}\langle 321\rangle$. Os aços 18/12 e 18/14 após a recristalização apresentaram uma textura $\sim\{113\}\langle 211\rangle$.

Aços 304 e 316L [71]

- Laminação a frio unidirecional e transversal com percentagens de redução entre 20-80%. Os aços AISI 304 e 316L apresentaram as componentes B- $\{110\}\langle 112\rangle$, C- $\{112\}\langle 111\rangle$, e S- $\{231\}\langle 346\rangle$, acentuando-se linearmente com o aumento da redução. No aço 316L as componentes C e S foram mais fortes, enquanto, no aço AISI 304 a componente B foi dominante. A direção de laminação não influi no comportamento da textura nos dois aços.

Aço 304 – 0,03C-1,8Mn-0,028P-0,014S-0,54Si-18,55Cr-9,5Ni-0,04N-Fe [93]
Austenita:

Em reduções inferiores a 30% a textura foi caracterizada pelas componentes B- $\{011\}\langle 211\rangle$, e G- $\{011\}\langle 100\rangle$, nas amostras com e sem passe de resfriamento. Em reduções superiores a 70% a componente G diminui e a B aumentou. A textura tipo C não apareceu.

- Laminação a frio com reduções de 10, 30, 50, 70, 90% com e sem passe de resfriamento.

Martensita:

Em reduções $\leq 50\%$ a textura foi caracterizada por a componente $\{112\}\langle 110\rangle$ fraca e a $\{001\}\langle 110\rangle$ forte. Em reduções superiores a 50% a textura não apresentou muitas mudanças, a componente $\{001\}\langle 011\rangle$ deslocou-se 5° e apareceu a componente $\{332\}\langle 113\rangle$.

A textura da fase martensítica é governada pela textura da austenita e a relação de orientação K-S nas diferentes laminações.

Aços 304L e 316L [97]

Os aços AISI 304L e 316L com redução de 30% apresentaram B- $\{110\}\langle 112\rangle$, C- $\{112\}\langle 111\rangle$, S- $\{231\}\langle 346\rangle$ e G- $\{011\}\langle 100\rangle$. Até 70% de redução a densidade de orientação da fibra $\alpha_{\text{CFC}}, \langle 110\rangle // \text{DN}$, foi muito semelhante nos dois aços, sendo mais intensa no 304L. Em reduções $> 70\%$, a homogeneidade da fibra α_{CFC} , foi perdida e um pico ao redor da orientação B apareceu nos dois aços. Com 90% de redução, as texturas G e B aumentaram no 316L, enquanto, no 304L a componente G decresceu e a componente B cresceu.

- Laminação a frio com reduções de 10, 30, 50, 70, 90% com passe de resfriamento.

Nos dois aços a fibra $\beta, \langle 110\rangle$ rotado 60° de DL, com as componentes B, C e S foi homogênea até 50% de redução. As componentes C e S aumentam até 70% de redução, depois decresceram. A componente C no aço 316L com uma redução de 70% foi mais forte que a componente B, além de que apresentou a componente “copper twin”, TC $\{522\}\langle 115\rangle$.

Aço 316L – 0,018C-1,75Mn-0,02P-0,02S-10,13Si-17,1Cr-8,51Ni-1,82Mo-Fe [98]

O aço AISI 316L com até 40% de redução apresentou as componentes B $\{110\}\langle 112\rangle$, C $\{112\}\langle 111\rangle$, e G $\{011\}\langle 100\rangle$. Com uma redução de 60% a componente C decresceu, as componentes B e G se acentuaram e a componente TC $\{522\}\langle 115\rangle$ apareceu. Depois de 90% redução apareceu a componente $\{111\}\langle uvw\rangle$ e as componentes G e TC se fortalecem.

- Laminação a frio com reduções de 20, 40, 60, 90% com lubrificação.
-

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritos os materiais, os métodos experimentais e as principais técnicas de análise microestrutural empregadas neste trabalho.

3.1 Materiais

Os materiais utilizados foram os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304L e 316L, na forma de chapas laminadas, de 6 mm de espessura. As composições químicas analisadas destes materiais, em porcentagem em peso, são apresentadas na tabela 3.1.

TABELA 3.1 – Composições químicas dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L (% em peso).

AISI	C	Cr	Ni	Mo	S	Mn	Si	P	Ti	N (ppm)
304L	0,025	18,11	8,53	0,04	0,002	1,3	0,53	0,029	0,0056	595
316L	0,020	16,57	10,12	2,04	0,004	1,35	0,48	0,027	0,0066	400

Análises químicas foram realizadas em dois laboratórios diferentes ao longo da espessura da chapa. As composições químicas dos aços foram determinadas por meio das técnicas de espectrometria de raios X (laboratório A) e espectrofotometria de emissão óptica (laboratório B).

3.2 Tratamentos térmicos

As amostras dos aços AISI 304L e 316L foram solubilizadas a 1100°C por uma hora, em uma atmosfera de argônio com uma pressão de 1atm e resfriadas em água. O objetivo foi solubilizar os precipitados e dissolver a ferrita δ , presentes nas chapas. O tratamento térmico de solubilização foi realizado em uma retorta horizontal no interior de um forno tubular Lindberg, instalado em laboratório do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT/EPUSP).

Antes da laminação foram feitos tratamentos térmicos subzero e a morno. O tratamento térmico subzero foi realizado em nitrogênio líquido (-196°C) por 2 horas, com o objetivo de produzir martensita induzida por resfriamento, para uma posterior laminação. O

tratamento térmico a morno foi feito em duas temperaturas diferentes, 100 e 200°C. O tratamento térmico a 100°C por uma hora foi realizado em água fervente. O tratamento térmico a 200°C por 40 minutos foi realizado em um forno tipo mufla.

Foram realizados tratamentos térmicos para a recuperação e recristalização das amostras com aproximadamente 90% de redução na espessura. Após a laminação, as amostras foram submetidas a recozimentos com duração de 1 hora em temperaturas entre 200 e 900°C, em intervalos de 100 graus, em um forno tipo poço Lindberg/Blue M Electric[®], com temperatura máxima de 1200°C, instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT/EPUSP).

3.3 Laminação

Os aços foram laminados em temperatura ambiente, subzero e a morno, com reduções de espessura variando entre 10 e 90%, em um laminador de laboratório. As amostras obtidas foram usadas para determinar as curvas de endurecimento por deformação e a quantidade de martensita induzida por deformação.

A laminação à temperatura ambiente foi realizada a aproximadamente a 25°C. A laminação subzero foi feita após resfriamento em nitrogênio líquido, a -196°C. Inicialmente, as amostras permaneceram no nitrogênio líquido por 2 horas. Cada passe de laminação foi de aproximadamente 10% de redução em espessura, para garantir que o aquecimento da amostra fosse pequeno, após cada passe as amostras foram submersas no nitrogênio líquido por 10 minutos antes do passe seguinte.

A laminação a morno foi feita em duas temperaturas diferentes, 100 e 200°C, com a finalidade de determinar em qual delas seria possível laminar o material sem produzir martensita α' . Durante o processo de laminação as amostras foram submersas em água fervente durante 10 minutos entre passes. A laminação a 200°C foi realizada após o tratamento térmico a 200°C. No intervalo entre os passes as amostras voltaram para o forno a 200°C, lá permanecendo por 10 minutos.

Posteriormente, amostras maiores foram laminadas até sua redução máxima, de aproximadamente 90%, para a realização dos tratamentos de recozimento. Neste caso, o laminador utilizado encontra-se instalado no Laboratório de Processamento Termomecânico (LPT) do Instituto de Pesquisas Tecnológicas, IPT/SP.

3.4 Técnicas de caracterização microestrutural

Várias técnicas de análise microestrutural foram utilizadas, dependendo do fenômeno em estudo.

3.4.1 Microscopia óptica (MO). As amostras foram cortadas, embutidas em resina fenólica, lixadas, polidas e atacadas. O lixamento foi feito na seguinte seqüência de granas: 120, 220, 320, 400, 600 e 1000. Em seguida, as amostras foram polidas em diamante de 6, 3 e 1 μm e polimento final com suspensão de sílica coloidal OP-U (Struers).

O reagente V2A – Beize (100 ml de ácido clorídrico, 100 ml de água destilada, 10 ml de ácido nítrico e 0,3 ml de Vogel's Sparbeize), aquecido entre 50 e 70°C, com duração de 15 a 60 segundos, foi utilizado para revelar a microestrutura.

A microscopia óptica também foi utilizada em medidas de metalografia quantitativa. O tamanho de grão foi determinado pelo método da linha teste utilizando a norma ASTM E112-96, em amostras no estado inicial, solubilizado e recozido.

3.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV). As microestruturas das amostras foram observadas ao microscópio eletrônico de varredura com auxílio de imagens de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados. Para a análise por dispersão de energia (EDS), o detector estava acoplado ao MEV. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura Philips XL-30, instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT) da EPUSP.

3.4.3 Microscopia eletrônica de transmissão (MET). A técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi utilizada para a análise de algumas amostras deformadas e recozidas.

As amostras foram lixadas cuidadosamente em lixa grana 1200 até uma espessura de 80 a 100 μm . Em seguida, a lâmina fina foi estampada em discos de 3mm de diâmetro e finalmente foi feito o afinamento por polimento eletrolítico com jato duplo. O eletrólito usado foi o A7 composto de 700ml de metanol, 200ml de glicerol e 100ml de ácido perclórico. O eletrólito foi mantido a -30°C e a diferença de potencial utilizada foi 30V. O polimento eletrolítico foi realizado em um equipamento Tenupol-3 da Struers.

As análises por MET foram realizadas em um microscópio Phillips, modelo CM120, instalado no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (DEMa/UFSCar).

3.4.4 Difração de raios X (DRX). As análises foram feitas na seção normal da chapa na superfície e a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura da chapa. Utilizou-se um difratômetro Rigaku, modelo MULTIFLEX com passo angular de $0,01^\circ$ e radiação de $\text{CuK}\alpha$, no estado inicial, para a identificação das fases. Este equipamento encontra-se instalado no IPEN-CNEN/SP.

3.4.5 Medidas magnéticas (Ferritoscopia). Para a determinação de fase magnética foi utilizado um ferritoscópio marca Fisher, modelo MP3 (com limite de detecção de 0,1% de fase magnética). Foram feitas medidas nas amostras em todos os estados: “como recebido”, solubilizado, laminado e recozido. Nas amostras no estado inicial foram feitas medidas na superfície e a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura da chapa. Nas amostras solubilizadas as medidas foram realizadas na superfície e a $\frac{1}{2}$ da espessura; nas outras condições somente na superfície da chapa. As medidas, em média 30 por amostra, foram realizadas em superfície polida.

3.4.6 Medição da textura cristalográfica. A textura foi estudada utilizando um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro Rigaku, modelo DMAX-2000, instalado no laboratório de difração de raios X do IPEN. Utilizou-se radiação de $\text{CrK}\alpha$ e $\text{MoK}\alpha$, passo angular de $0,02^\circ$ por segundo. A geometria utilizada foi a do método de Schultz, em modo reflexão. As amostras para difratometria de raios X foram polidas até pasta de diamante de $1\mu\text{m}$.

No estado “como recebido” foram determinadas as figuras de pólo incompletas dos planos (111), (200), (220) da austenita, com radiação $\text{CrK}\alpha$, na superfície e a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura da chapa.

Nos estados solubilizado, deformado e recozido, foram determinadas as figuras de pólo incompletas dos planos (200), (220), (311) e (420) da austenita e dos planos (200), (211) e (420) da martensita, com radiação $\text{MoK}\alpha$, nas amostras que apresentaram esta fase; caso das amostras laminadas a 25°C até 90% de redução na espessura.

Com os dados gerados pelas figuras de pólo, foram determinadas as funções de distribuição de orientação (FDO), para as duas fases (austenita e martensita), utilizando o programa Programa de Análise de Textura, PAT desenvolvido pelo Dr. Nelson Batista de

Lima e pelo físico MSc Eguiberto Galego, do IPEN. As FDO foram representadas no espaço de Euler, segundo a notação proposta por Bunge [79], onde os ângulos φ_1 , ϕ , φ_2 são coordenadas cartesianas.

3.4.7 Análise térmica diferencial (DTA). A técnica de DTA (“Differential Thermal Analysis”) foi empregada na determinação do ponto de fusão dos AIAs AISI 304L e 316L. Foi utilizado um equipamento Netzsch STA 409, instalado no PMT/EPUSP. Os ensaios foram realizados em atmosfera de argônio de alta pureza (99,999%), com taxa de aquecimento de 10°C por minuto até uma temperatura de 1500°C. A massa de material utilizada foi de 20mg. Os resultados obtidos são apresentados no anexo.

3.4.8 Análise termomagnética (ATM). A análise termomagnética foi usada para determinar a temperatura de reversão da martensita α' nos dois aços deformados até 90% a 25°C e a -196°C. Esta temperatura foi obtida usando um equipamento de análise termomagnética, com uma variação da temperatura entre 50 e 800°C e uma taxa de aquecimento de 1°C/s. O equipamento encontra-se instalado no Laboratório de Metalurgia do Pó e Materiais Magnéticos, no Instituto de Pesquisas Tecnológicas, IPT/SP.

3.5 Ensaio mecânicos

Para a caracterização mecânica foram realizados apenas dois tipos de ensaios: ensaio de dureza Vickers e ensaio de tração, sendo os mesmos descritos em detalhes a seguir.

3.5.1 Dureza Vickers. Esta técnica foi utilizada na caracterização do material no estado “como recebido” e solubilizado, e no estudo dos fenômenos de endurecimento por deformação e recristalização. As medidas de dureza foram realizadas em um microdurômetro Zwicker, modelo 3202, em corpos de prova metalográficos polidos e atacados, usando carga de 3 ou 1 kg. Em média, foram feitas 10 medidas por amostra.

3.5.2 Ensaio de tração. Este ensaio possibilita a obtenção de várias propriedades mecânicas do material, tais como limite de escoamento, limite de resistência, módulo de elasticidade, alongamento total até a fratura e coeficiente de encruamento.

Os ensaios de tração foram realizados nos aços AISI 304L e 316L em diferentes temperaturas, -196, 25 e 200°C, para caracterizar os materiais no estado solubilizado a

1100°C por 1 hora e após deformação e recozimento para recristalização. Foram ensaiados três corpos de prova para cada condição.

Os ensaios a 25 e 200°C foram realizados em uma máquina de tração EMIC, modelo DL 10000, com extensômetro EMIC CB 50 mm e LVDT (transdutor embutido). Utilizou-se uma velocidade de ensaio de 2 mm/min até o escoamento, sendo a mesma aumentada para 3 mm/min até a ruptura. Os ensaios foram realizados segundo a Norma ASTM E 8M. Para o ensaio a 200°C a máquina foi equipada com forno (“chamber”) INSTRON 3111, série 1214, com controle de temperatura variando entre -70 e 200°C, além de multímetro digital MDM 220 com termopar de ferro-costantan para o controle da temperatura. Nas figuras 3.1 e 3.2 pode-se observar os sistemas utilizados para os ensaios de tração nas duas temperaturas.

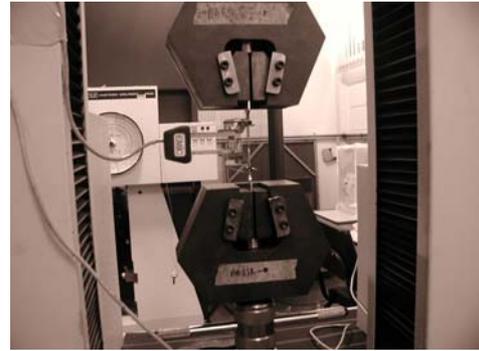


Figura 3.1 - Máquina universal de tração EMIC utilizada nos ensaios a 25°C.



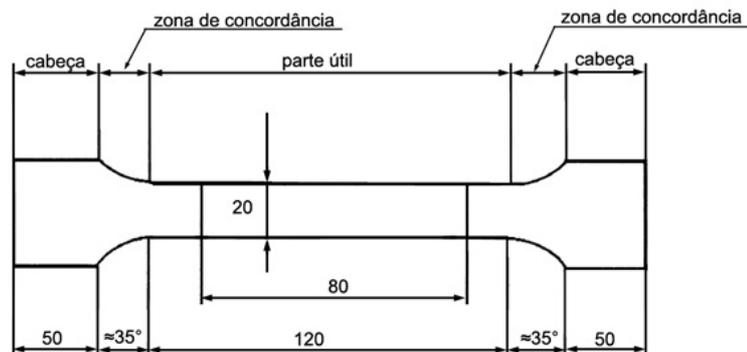
Figura 3.2 - Máquina universal de tração EMIC utilizada nos ensaios a 200°C.

Ensaio de tração em amostras laminadas a 25°C, até 90% de redução na espessura e posteriormente recozidas a 600 e 650°C, foram realizados no laboratório de pesquisas da empresa Brasmetal Waelzholz Indústria e Comércio S.A. Foi utilizada uma máquina de tração universal da marca ZWICK, modelo 1475, equipada com garras hidráulicas e extensômetro, conforme mostrado na figura 3.5.

Os corpos de prova para estes ensaios foram preparados por estampagem em uma prensa automática. Os corpos foram estampados e em seguida lixados em dispositivo próprio para eliminar o encruamento gerado durante o processo de estampagem. As dimensões dos corpos de prova utilizados (vide figura 3.6) foram selecionadas de acordo com norma ABNT NBR 6673-1981.



Figura 3.5 - Máquina universal de tração ZWICK, modelo 1475.



Conforme NBR 6673/
Dimensões em mm

Figura 3.6 - Corpo de prova utilizado no ensaio de tração.

4. RESULTADOS E DISCUSÃO

4.1 Caracterização microestrutural dos aços no estado “como recebido”

Os resultados de caracterização microestrutural serão apresentados na seguinte seqüência: 1) microestrutura; 2) composição e microanálise química; 3) macrotextura.

4.1.1 Microestrutura

As figuras 4.1 e 4.2 apresentam a microestrutura ao longo da espessura dos aços AISI 304L e 316L, respectivamente, enquanto a tabela 4.1 apresenta os valores de diâmetro de grão, tamanho ASTM e dureza dos dois aços.

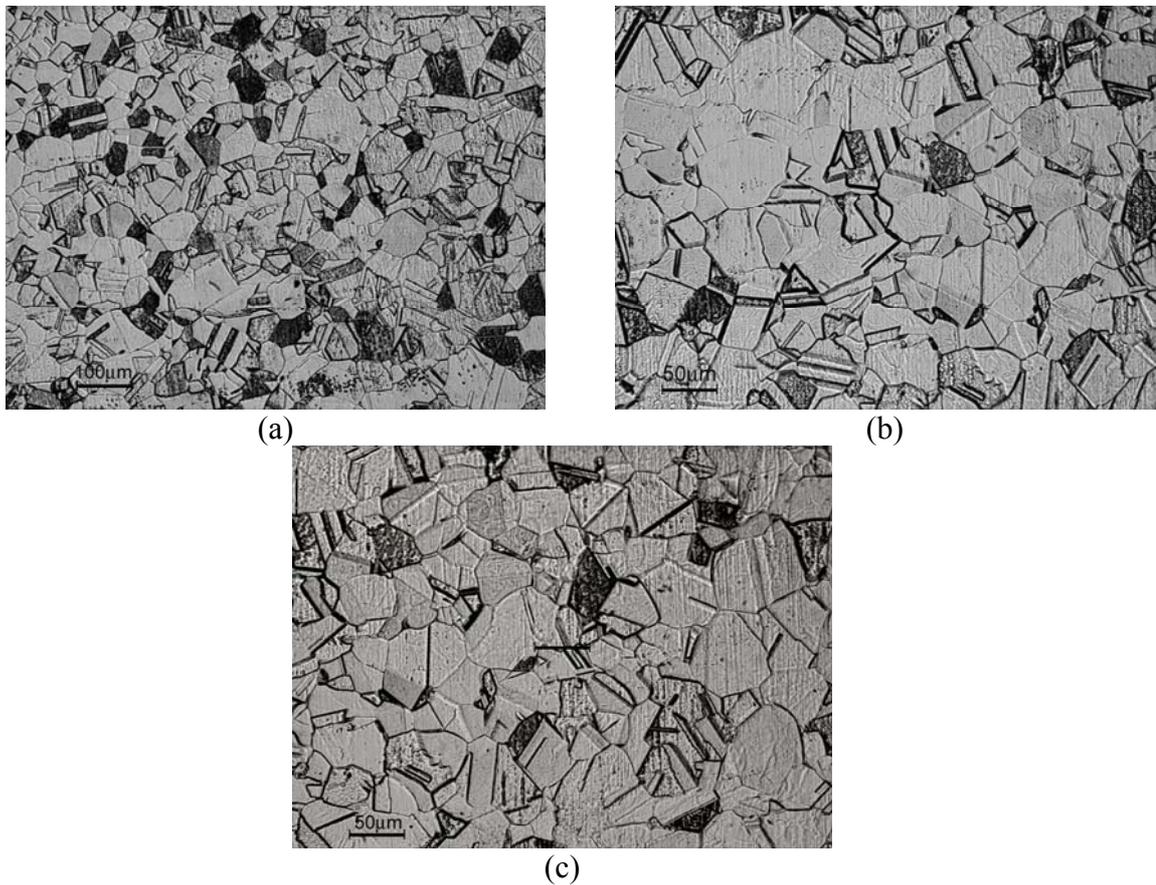


Figura 4.1 - Microestrutura do aço 304L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura.

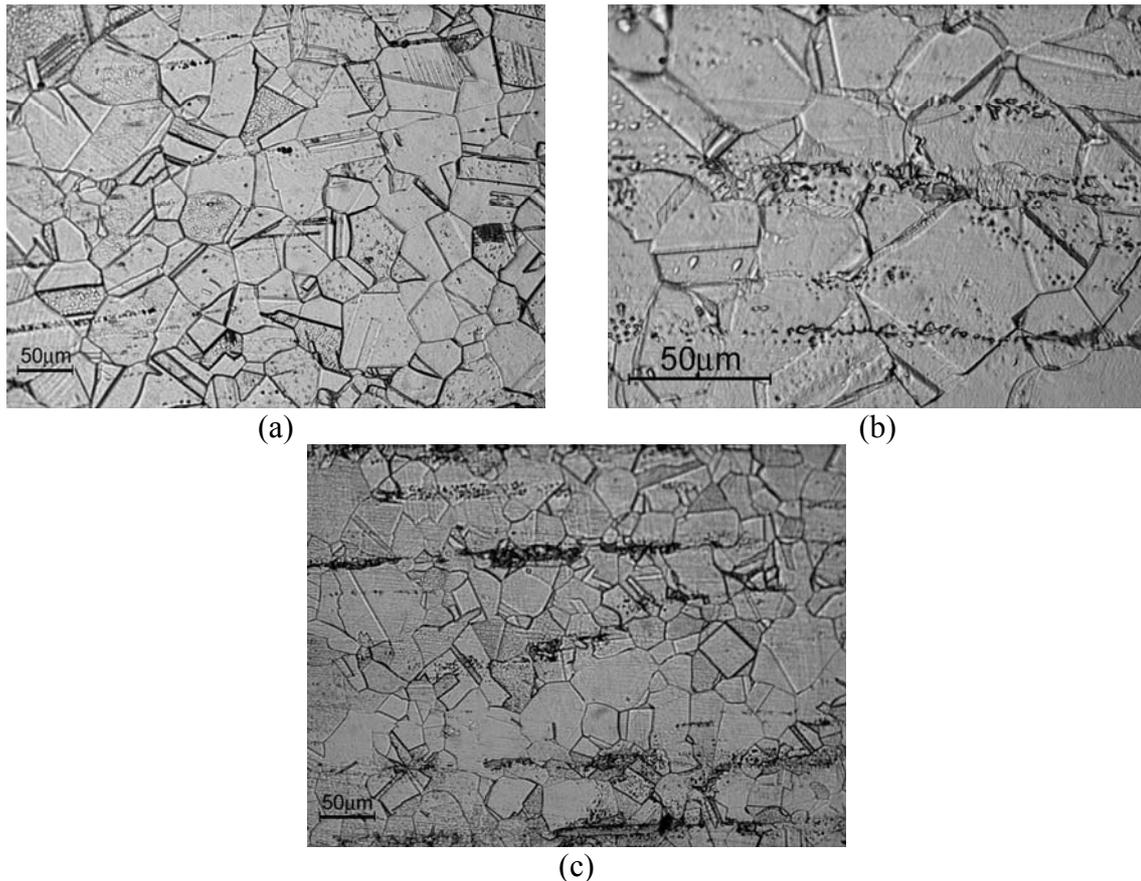


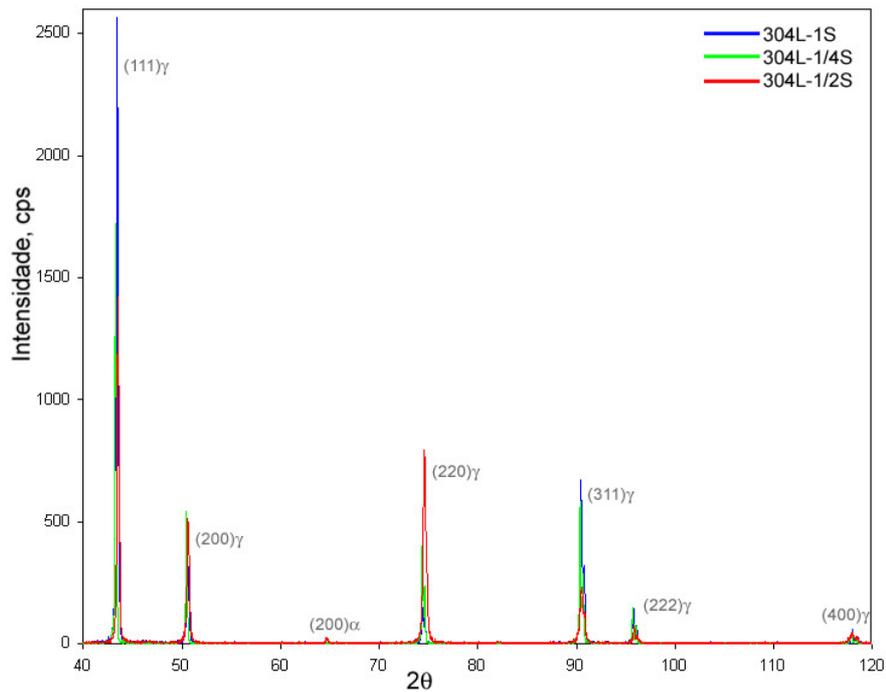
Figura 4.2 - Microestrutura do aço 316L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura.

TABELA 4.1 – Diâmetro de grão, tamanho ASTM e dureza da austenita.

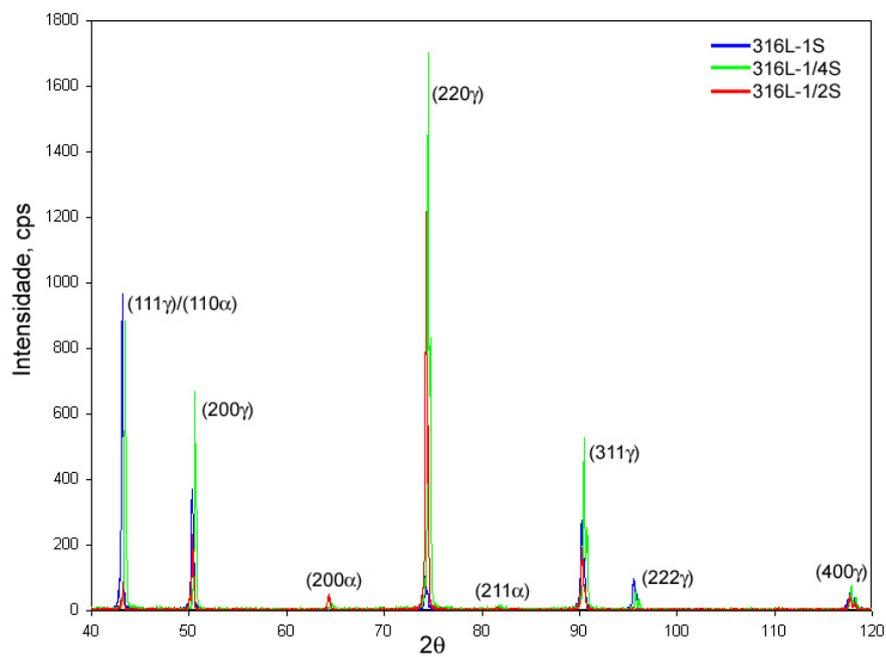
Amostras	Diâmetro de grão, μm	Tamanho ASTM	Dureza, 3HV
304L	49,0	5	184 ± 5
316L	37,2	6	190 ± 9

Em geral, a microestrutura dos dois aços é composta por grãos equiaxiais de austenita com uma alta quantidade de maclas de recozimento. As amostras não apresentaram uma microestrutura 100% austenítica ao longo da espessura, traços de ferrita δ estão presentes.

A tabela 4.2 apresenta a variação da quantidade de ferrita δ nos dois aços ao longo da espessura da chapa, determinada por ferritoscópio. As amostras apresentaram menos de 1% de fase magnética (ferrita δ) ao longo da espessura, com exceção do aço 316L no centro, onde a quantidade de ferrita δ é de 1,25%. A figura 4.3 apresenta os difratogramas dos dois aços para as diferentes superfícies analisadas confirmando a presença de ferrita δ nos aços.



(a)



(b)

Figura 4.3 - Difratogramas do aço (a) 304L e (b) 316L, radiação $\text{CuK}\alpha_1$.

TABELA 4.2 – Fração volumétrica de ferrita delta (%) dos aços inoxidáveis austeníticos ao longo da espessura.

MATERIAL	Superfície	¼ da superfície	½ da superfície
304L	0	0,29	0,80
316L	0,10	0,61	1,25

Nas micrografias feitas por microscopia óptica foi possível evidenciar a presença de ferrita δ no aço 316L ao longo da espessura, enquanto, no aço 304L não foi possível. Com MEV é possível identificar traços de ferrita δ no aço 304L a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura e ao longo de toda a espessura no aço 316L (Figura 4.4 e 4.5), confirmando os resultados obtidos com DRX e ferritoscópio.

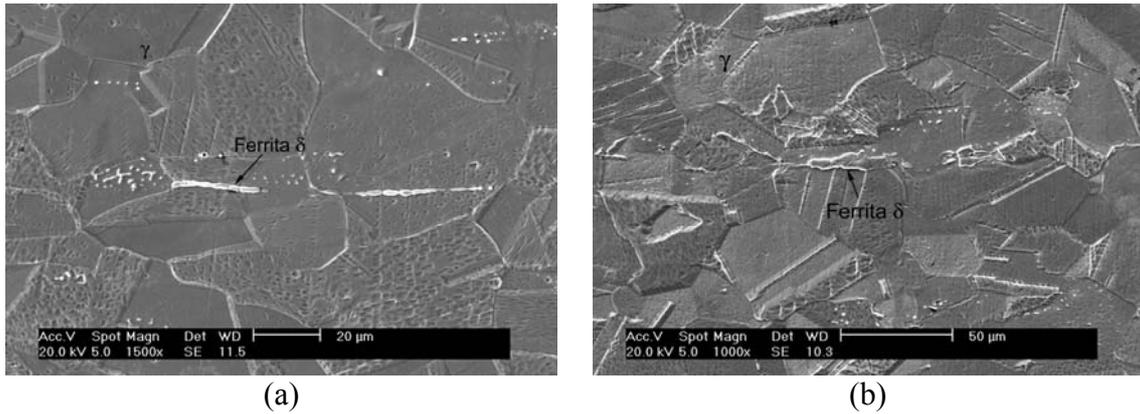


Figura 4.4 - Microestrutura do aço 304L a (a) $\frac{1}{2}$ e (b) $\frac{1}{4}$ da espessura.

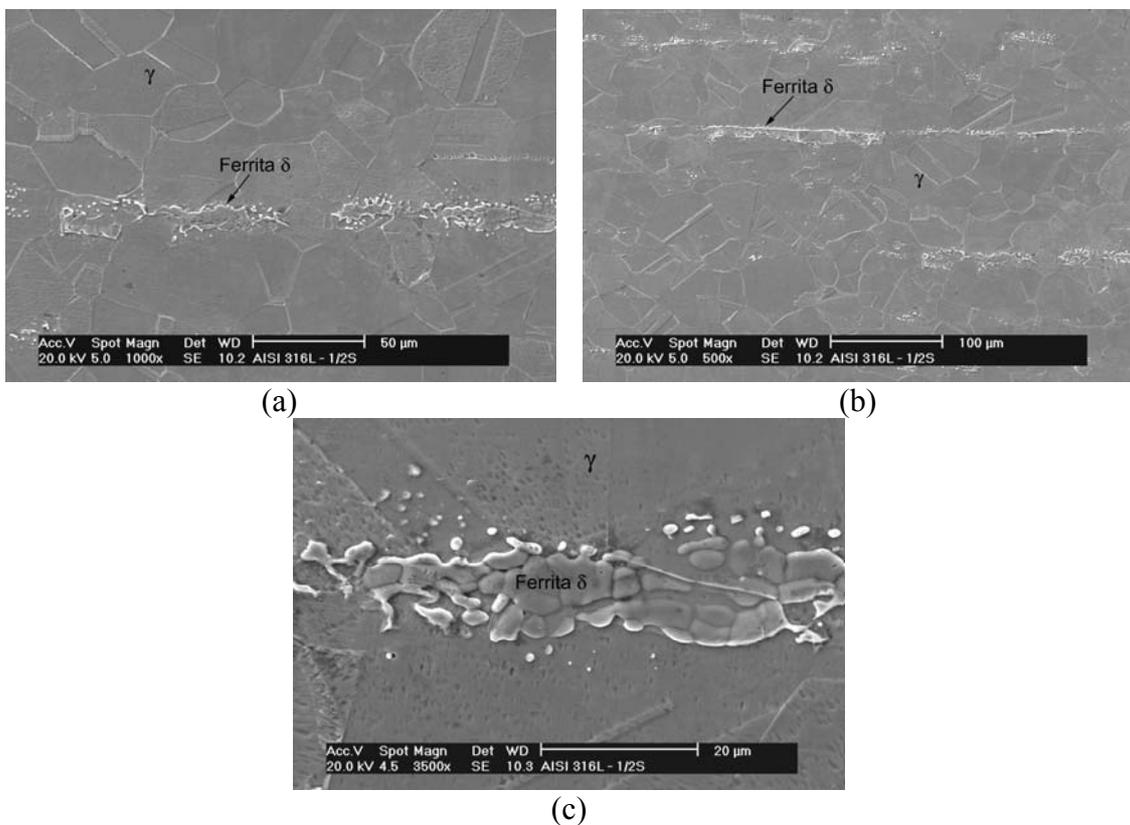


Figura 4.5 - Microestrutura do aço 316L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura.

As tabelas 4.3 e 4.4 apresentam os parâmetros de rede da austenita e da ferrita determinados por difração de raios X utilizando o método mencionado por Cullity [75] de extrapolação, usando as funções $\cos^2\theta$ ou $\cos^2\theta/\sin\theta$, e os valores apresentados nos cartões ICDD [99, 100]. Os resultados obtidos nos dois aços concordam com os apresentados na literatura, mostrando pequenas variações entre eles.

Dyson e Holmes estudaram [101] o efeito dos elementos de liga no parâmetro de rede da austenita, concluindo que a mudança no parâmetro de rede com o incremento dos elementos de liga é linear e propuseram a seguinte equação:

$$a_0 (\pm 0,0016) = 3,5780 + 0,003C + 0,00095Mn - 0,0002Ni + 0,0006Cr + 0,022N + 0,0056Al - 0,0004Co + 0,0015Cu + 0,0031Mo + 0,0051Nb + 0,0039Ti + 0,0018V + 0,0018W \quad (4.1)$$

Eles sugerem que o parâmetro de rede de um aço 18/10 com uma base de composição de 0,08%C, 1,0%Mn, 0,3%Si e 0,02%N (% em peso) é:

$$a_0 = 3,5921 \pm 0,0005 \text{ \AA}$$

Enquanto, para um aço 16/25 é:

$$a_0 = 3,5875 \pm 0,0005 \text{ \AA}$$

TABELA 4.3 – Parâmetro de rede da austenita, Å.

Material	Espessura			Calculado eq. 4.1	ICDD [74]
	S	1/4S	1/2S		
304L	3,587	3,593	3,590	3,589±0,002	3,647
316L	3,597	3,587	3,592	3,594±0,002	

TABELA 4.4 – Parâmetro de rede da ferrita, Å.

Material	Espessura			ICDD [75]
	S	1/4S	1/2S	
304L	-	-	2,876	2,866
316L	-	2,873	2,855	

4.1.2 Composição e microanálise química

A *composição química* dos dois aços, 304L e 316L, ao longo da espessura foi determinada para comparar os resultados obtidos com a microanálise. As tabelas 4.5 e 4.6 apresentam os resultados das análises químicas na superfície, a ¼ e a ½ dela. A composição

química ao longo da espessura é homogênea. Os resultados obtidos nos dois laboratórios apresentaram razoável concordância entre si.

TABELA 4.5 – Composição química analisada do aço 304L (% em peso).

ELEMENTO	Laboratório 1			Laboratório 2		
	<i>Sup.</i>	$\frac{1}{4}$	$\frac{1}{2}$	<i>Sup.</i>	$\frac{1}{4}$	$\frac{1}{2}$
Fe	70,232	70,223	70,266	71,2	71,2	71,1
Cr	19,385	19,366	19,379	18,31	18,25	18,31
Ni	8,711	8,734	8,674	8,30	8,33	8,30
Mo	0,044	0,043	0,047	0,0603	0,0621	0,0615
Si	0,470	0,479	0,499	0,520	0,530	0,529
Mn	1,157	1,156	1,175	1,30	1,32	1,31
Outros*	-	-	-	0,3094	0,3079	0,3895

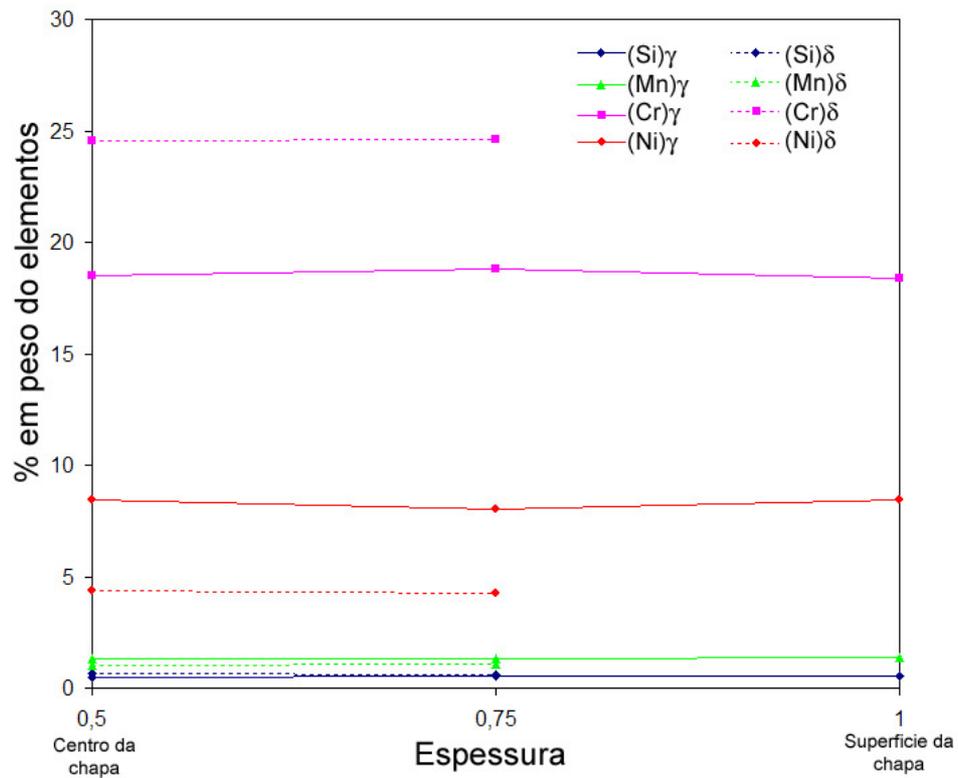
* Outros - C, Si, P, S, Al, Co, Cu, Nb, Ti, V, W, Pb, Sn, B.

TABELA 4.6 – Composição química analisada do aço 316L (% em peso).

ELEMENTO	Laboratório 1			Laboratório 2		
	<i>Sup.</i>	$\frac{1}{4}$	$\frac{1}{2}$	<i>Sup.</i>	$\frac{1}{4}$	$\frac{1}{2}$
Fe	68,377	68,218	68,374	69,1	68,9	69,0
Cr	17,600	17,680	17,606	16,64	16,65	16,64
Ni	10,414	10,490	10,502	10,08	10,18	10,13
Mo	1,992	2,031	1,997	2,04	2,04	2,05
Si	0,378	0,472	0,436	0,492	0,496	0,492
Mn	1,239	1,108	1,085	1,33	1,35	1,34
Outros*	-	-	-	0,318	0,384	0,348

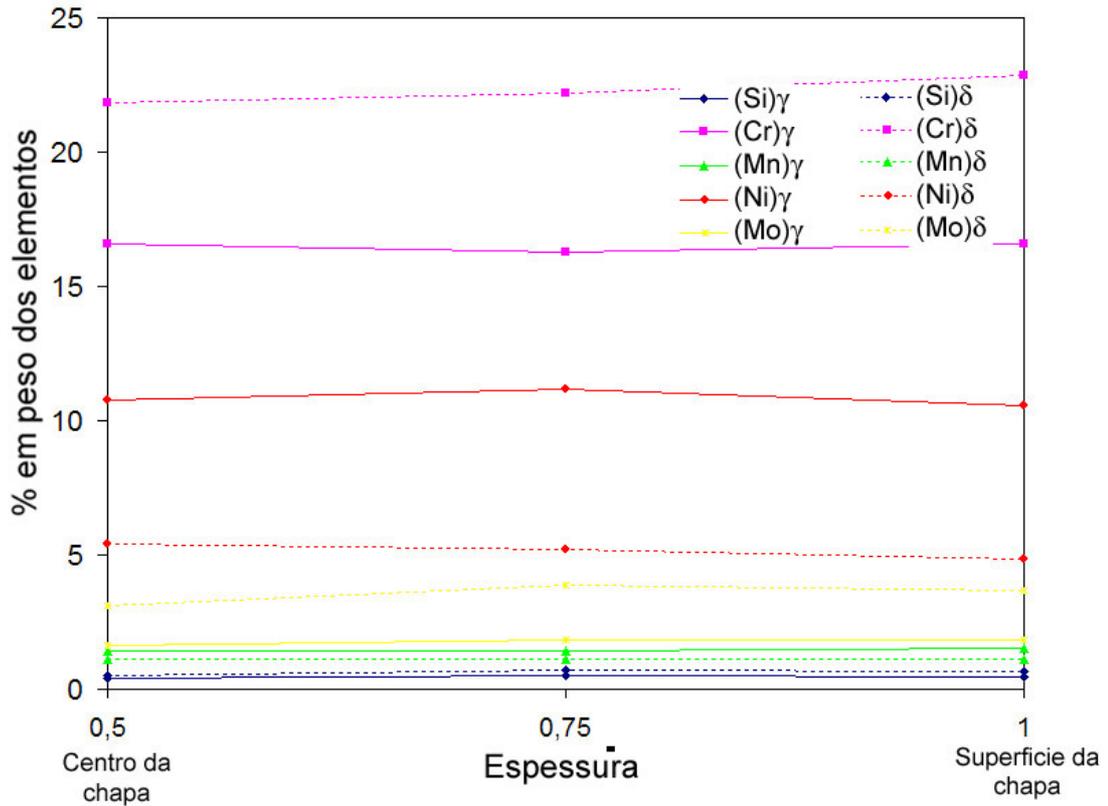
* Outros - C, Si, P, S, Al, Co, Cu, Nb, Ti, V, W, Pb, Sn, B.

Na *microanálise química* foram analisados os elementos químicos Fe, Cr, Ni, Mo, Mn e Si na austenita e na ferrita δ , para os dois aços ao longo da espessura, com auxílio da análise por dispersão de energia (MEV/EDS). As figuras 4.6 e 4.7 apresentam as composições das duas fases nos aços 304L e 316L ao longo da espessura, respectivamente. A distribuição dos elementos na austenita e na ferrita δ , nos dois aços não apresentou mudanças significativas ao longo da espessura. Comparando os resultados da microanálise com os da composição química pode-se concluir que a composição química dos aços não apresenta variações significativas em relação aos teores dos elementos na austenita. Na ferrita δ a variação é maior.



ELEMENTO	AUSTENITA			FERRITA		
	0,5	0,75	1	0,5	0,75	1
Si	0,48	0,56	0,56	0,67	0,58	-
Cr	18,50	18,80	18,36	24,53	24,64	-
Mn	1,31	1,30	1,38	1,02	1,06	-
Fe	71,24	71,34	71,25	69,40	69,48	-
Ni	8,46	8,00	8,46	4,37	4,25	-

Figura 4.6 – Microanálise química da austenita e da ferrita δ no aço 304L ao longo da espessura.

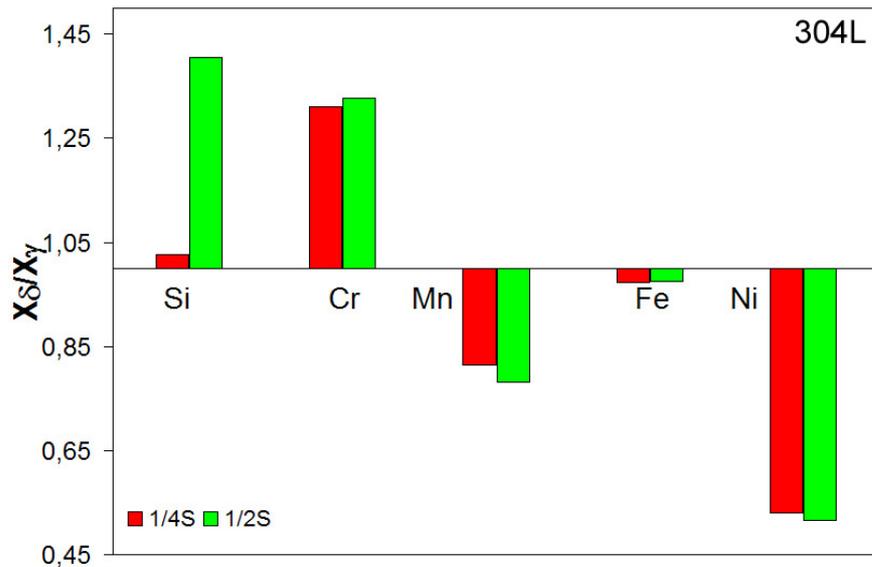


ELEMENTO	AUSTENITA			FERRITA		
	0,5	0,75	1	0,5	0,75	1
Si	0,41	0,49	0,48	0,52	0,74	0,68
Mo	1,63	1,84	1,84	3,11	3,89	3,68
Cr	16,56	16,30	16,60	21,86	22,19	22,86
Mn	1,42	1,42	1,55	1,12	1,13	1,12
Fe	69,24	68,80	68,95	68,00	66,88	66,83
Ni	10,74	11,16	10,58	5,39	5,18	4,84

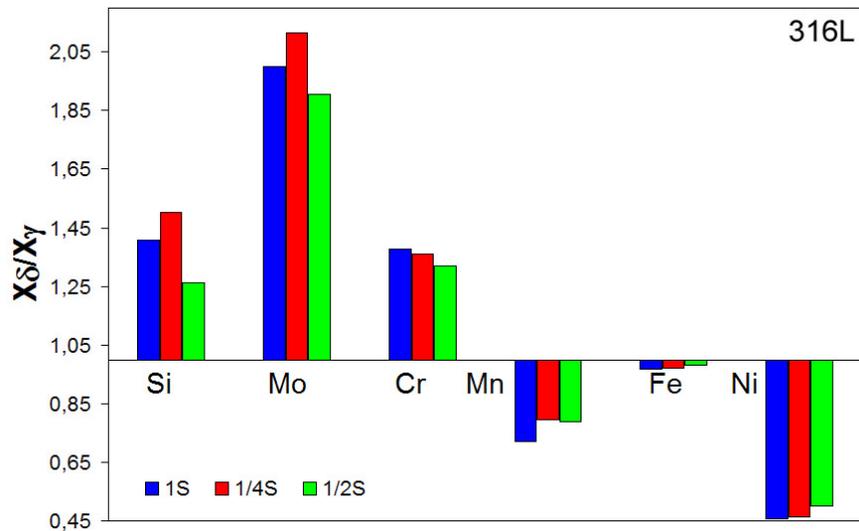
Figura 4.7 – Microanálise química da austenita e da ferrita δ no aço 316L ao longo da espessura.

A figura 4.8 apresenta os coeficientes de partição para o elemento K_i , onde $k_i^{\delta/\gamma} = \frac{x_i^\delta}{x_i^\gamma}$ e

X_i^δ representa a concentração média do elemento i nas fases δ e γ separadamente, para os dois aços ao longo da espessura. A distribuição dos elementos nos aços concorda com os apresentados na literatura [102-104], onde a ferrita é mais rica em Cr, Mo e Si e a austenita é mais rica em Ni, Mn e Fe. O coeficiente de partição entre γ e a ferrita δ variou segundo as características dos elementos de liga, alfacênicos ou gamagênicos.



(a)



(b)

Figura 4.8 – Coeficiente de partição (X_{δ}/X_{γ}) dos elementos de liga para o aço (a) 304L e (b) 316L.

Os coeficientes de partição do cromo e do níquel obtidos na temperatura ambiente foram: $k_{Cr}^{\delta/\gamma} = 1,33$ e $k_{Ni}^{\delta/\gamma} = 0,52$ no aço 304L e $k_{Cr}^{\delta/\gamma} = 1,32$ e $k_{Ni}^{\delta/\gamma} = 0,50$ no aço 316L, no centro da chapa. O valor dos coeficientes de partição dos diferentes elementos ao longo da espessura da chapa não variou muito nos dois aços. Os resultados obtidos foram semelhantes aos reportados na literatura para diferentes aços inoxidáveis austeníticos. Por exemplo, Blanc e Tricot [105] reportaram em um aço inoxidável contendo 19,7%Cr e 12,6%Ni em que a

austenita é a fase primária na solidificação, os seguintes coeficientes de partição: $k_{Cr}^{\delta/\gamma} = 1,39$ e $k_{Ni}^{\delta/\gamma} = 0,42$. Gazire [106] reportou para um aço 316L valores de $k_{Cr}^{\delta/\gamma} = 1,42$ e $k_{Ni}^{\delta/\gamma} = 0,50$.

4.1.3 Macrot textura no estado “como recebido”

Os dois aços apresentaram um gradiente da orientação preferencial dos grãos, textura cristalográfica, ao longo da espessura da chapa. Uma medida qualitativa da textura pode ser obtida através dos difratogramas (Figura 4.3), onde é possível observar que as intensidades dos picos mudam nas diferentes superfícies analisadas (superfície, $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura). Um estudo mais rigoroso foi feito usando a Função de Distribuição de Orientação, FDO, apresentadas nas figuras 4.9 e 4.10 dos aços 304L e 316L na superfície e a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$, respectivamente.

O aço 304L apresentou um gradiente de intensidade da textura de fibra α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, e da fibra parcial τ , $\langle 110 \rangle // DT$, ao longo da espessura. A intensidade da fibra α_{CFC} aumenta desde a superfície até o meio da chapa, com máximos nas componentes Goss, G-(011)[100], latão, B-(011)[211], (011)[111] e no meio da chapa a componente (011)[011]. A fibra parcial τ é mais intensa a $\frac{1}{4}$ da superfície, com componente cobre, C-(112)[111] mais forte. Além disto, na superfície da chapa também está presente a fibra γ , $\langle 111 \rangle // DN$, com componentes fortes nas direções $\{111\} \langle 231 \rangle$ e uma textura fraca de cubo rodado, (010)[101].

O aço 316L apresentou uma intensidade da textura mais forte, mas o gradiente de textura ao longo da espessura não é tão significativo. Na superfície da chapa observa-se uma semi-fibra $\langle 1\bar{1}1 \rangle // DL$ com a componente (112)[$1\bar{1}0$] mais forte, a textura cubo rodado, (010)[101] e uma textura próxima à componente (211)[$0\bar{1}1$]. Já a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura observa-se um gradiente de intensidade da textura de fibra parcial α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, sendo mais forte a $\frac{1}{4}$ da espessura da chapa, com um máximo na componente (011)[$2\bar{1}1$].

As mudanças da textura ao longo da espessura da chapa nos dois aços podem ser visualizadas nas figuras 4.11 e 4.12, onde é plotada a densidade de orientação ao longo das fibras. A distribuição de orientação também evidencia um gradiente de textura entre o centro e a superfície nos dois aços.

A textura de fibra α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, está presente nos dois aços, sendo mais intensa no 316L. No centro da chapa do aço 304L a intensidade da fibra α_{CFC} é mais forte, enquanto para o aço 316L, a maior intensidade é a $\frac{1}{4}$ da superfície. A textura de fibra parcial τ ,

$\langle 110 \rangle // DT$, esta presente apenas no aço 304L, sendo mais intensa a $\frac{1}{4}$ da espessura da chapa, ao contrario da fibra α_{CFC} que é mais forte no centro da chapa. Na superfície da chapa as texturas presentes são muito fracas.

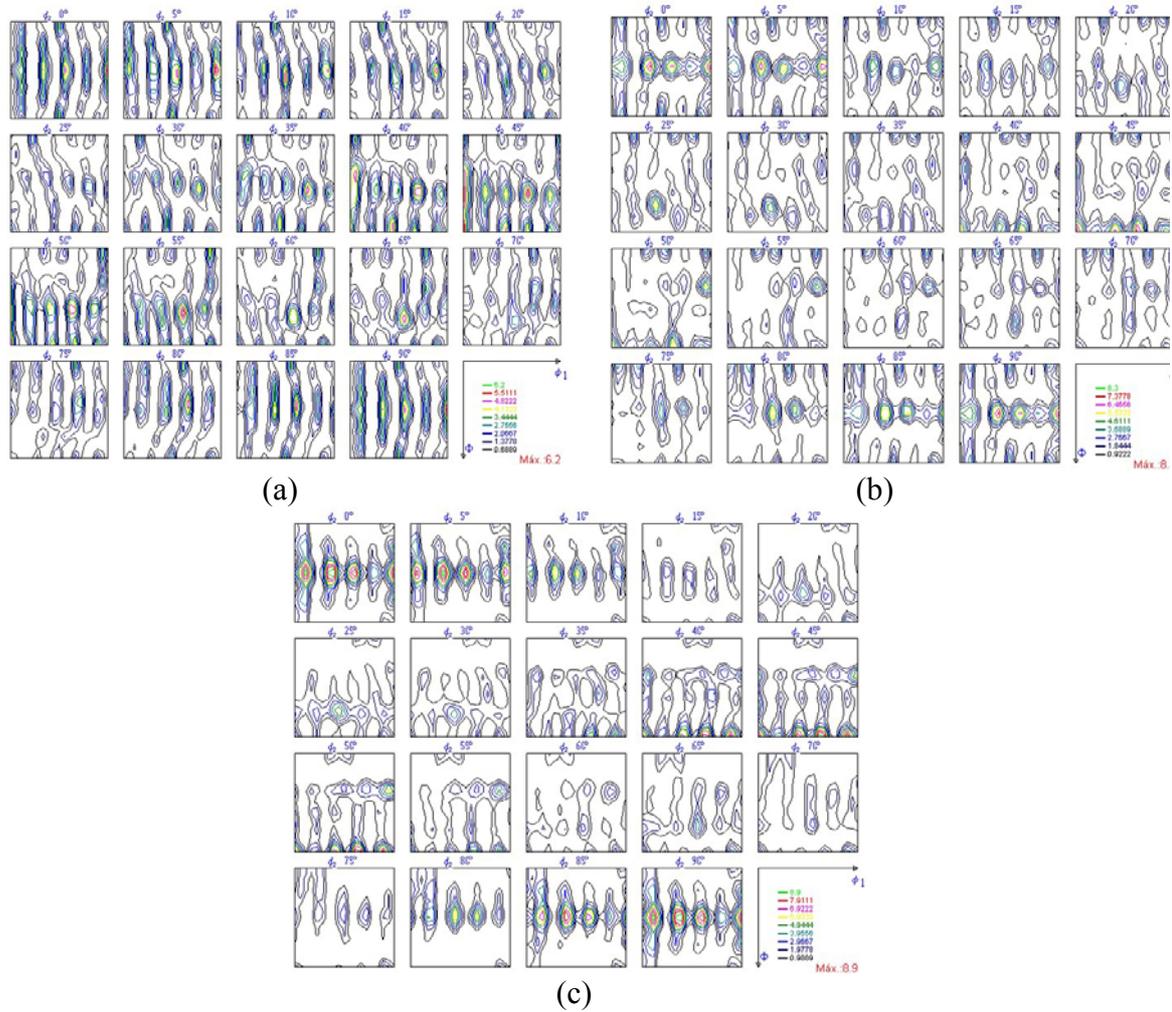


Figura 4.9 - FDOs do aço 304L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura com ϕ_2 constante.

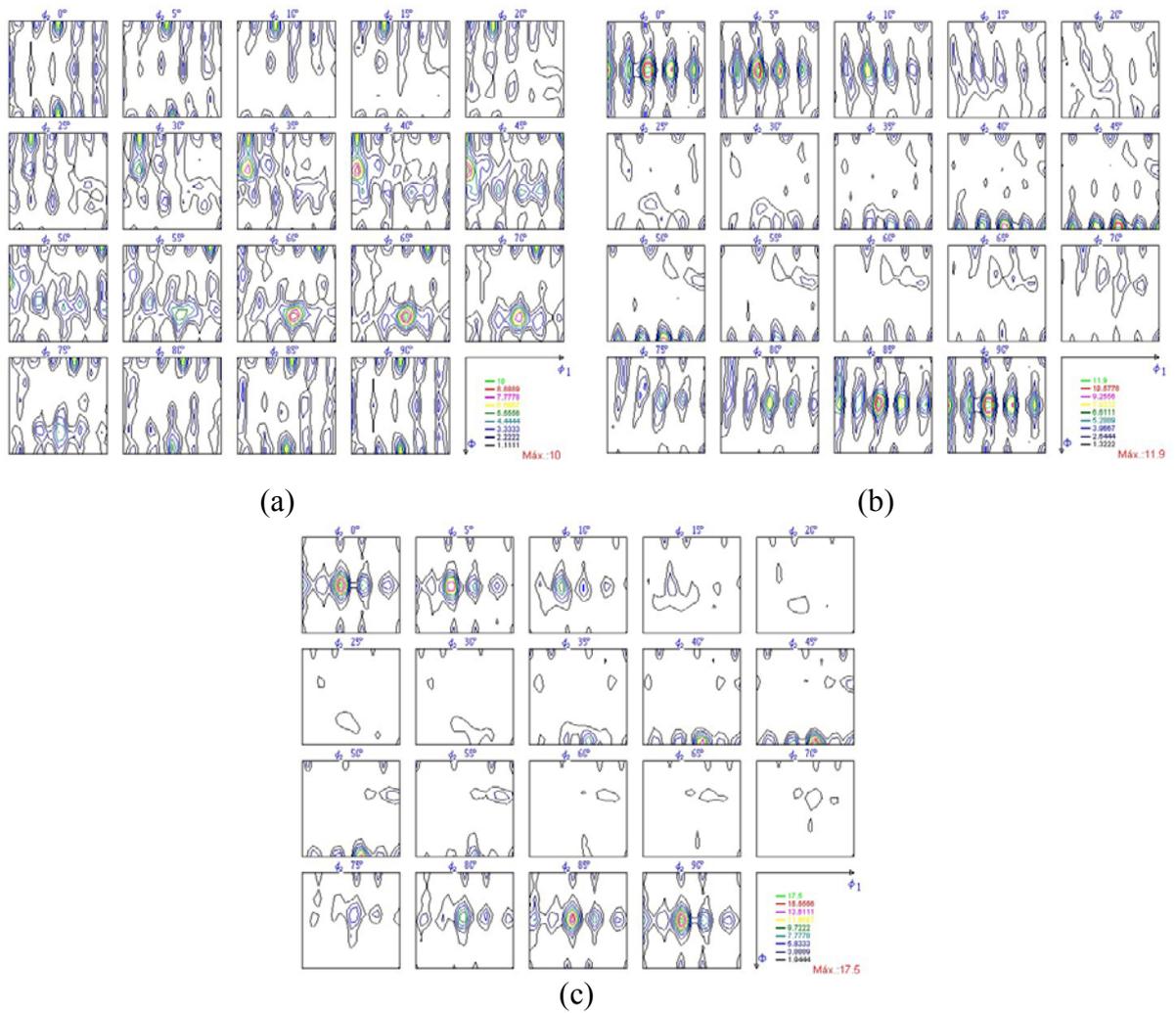


Figura 4.10 - FDOs do aço 316L na (a) superfície, (b) $\frac{1}{4}$ e (c) $\frac{1}{2}$ da espessura com ϕ_2 constante.

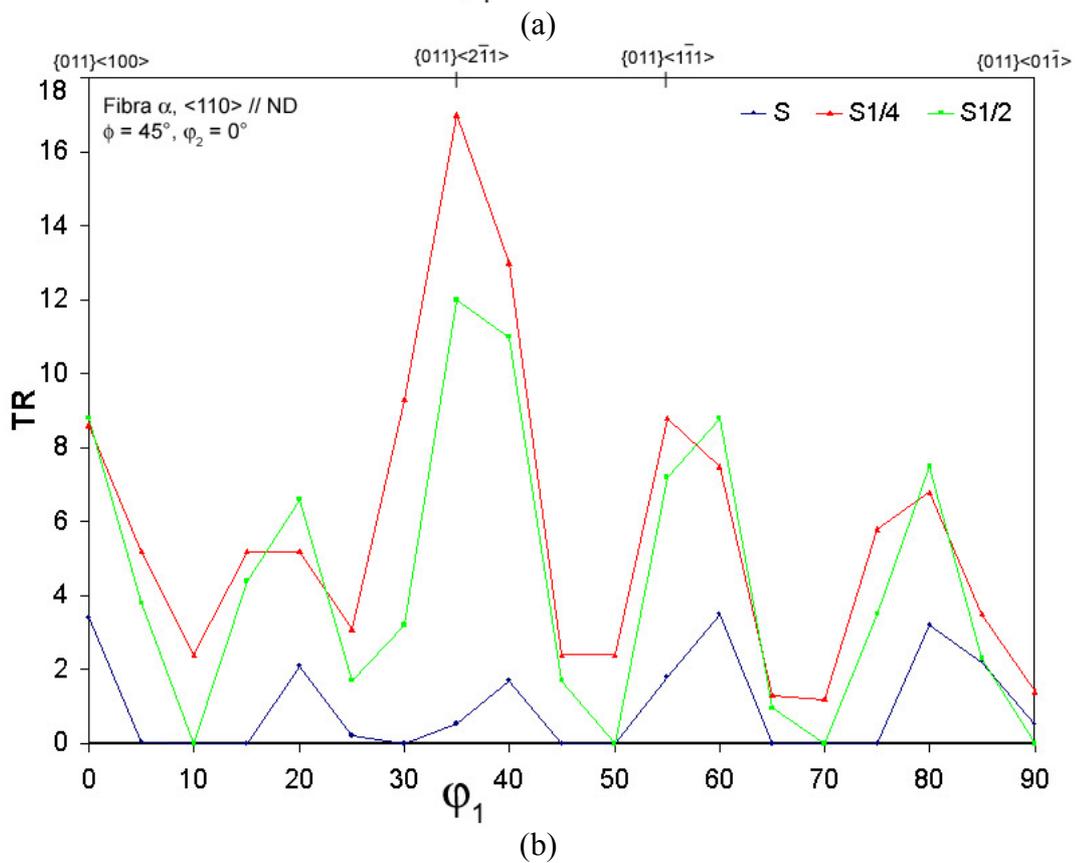
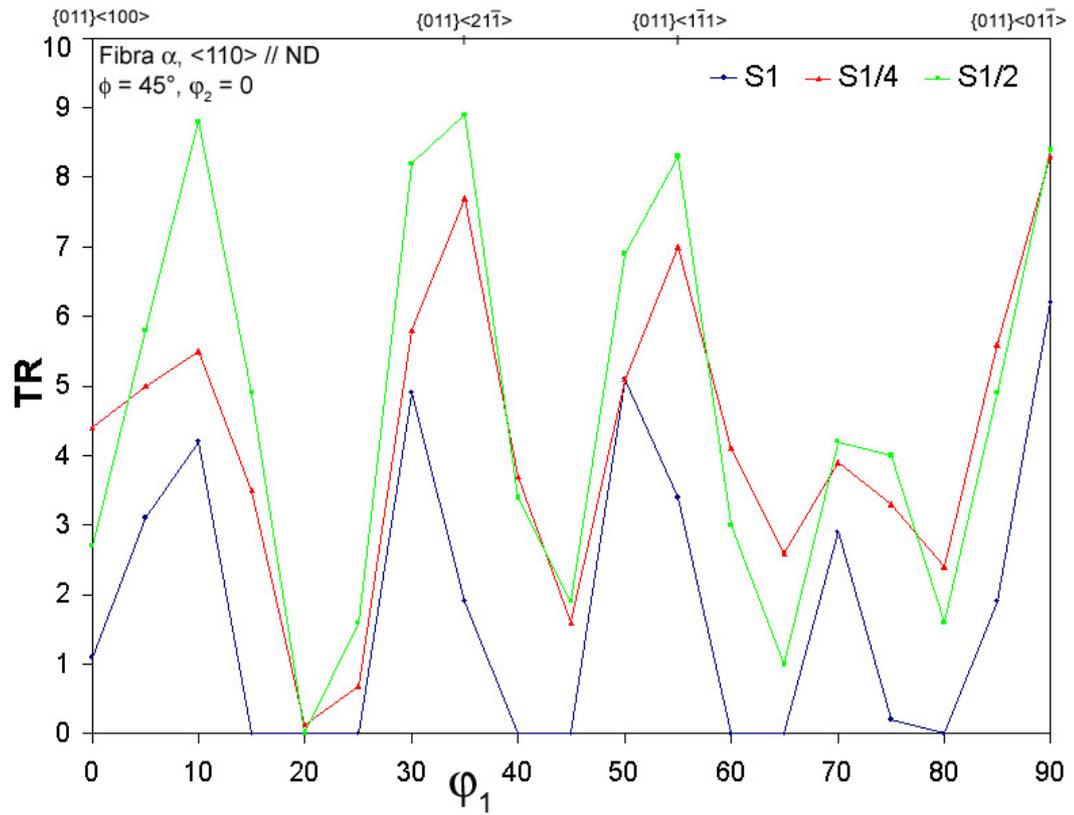


Figura 4.11 - Texturas da fibra α_{CFC} no aço (a) 304L e (b) 316L ao longo da espessura.

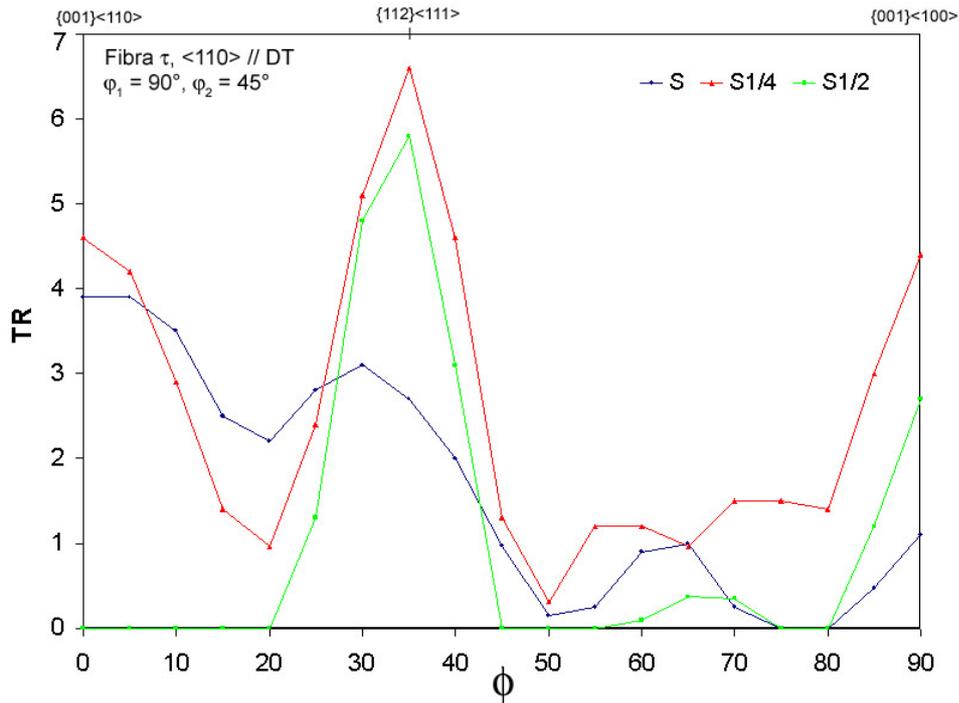


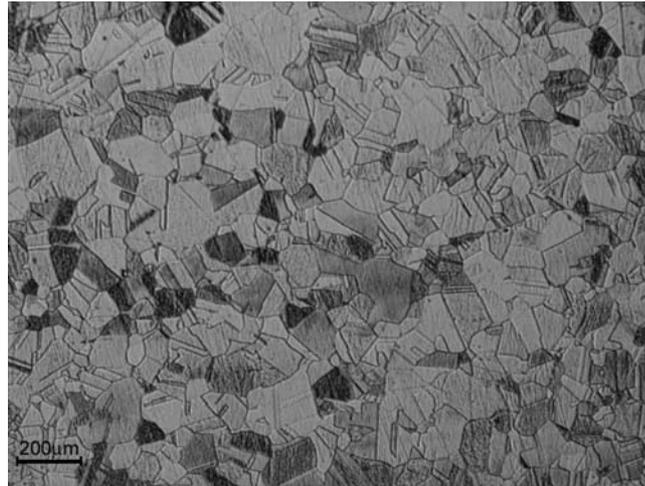
Figura 4.12 - Texturas da fibra τ no aço 304L ao longo da espessura.

Em síntese, a textura de laminação no estado inicial dos dois aços é muito semelhante à apresentada na literatura [81, 85-87]. A distribuição de orientação é fraca com um gradiente de textura entre o centro e a superfície da chapa, que pode ser explicado pelo perfil de esforços de cisalhamento durante a laminação a quente [81, 86]. Na superfície da chapa, a fibra γ e as componentes G- $\{001\}\langle 110\rangle$ e B- $\{112\}\langle 110\rangle$ foram detectadas, além disto apareceu a fibra α_{CFC} característica dos materiais CFC laminados a frio. No centro da chapa a fibra α_{CFC} é a textura principal e a fibra β aparece fracamente.

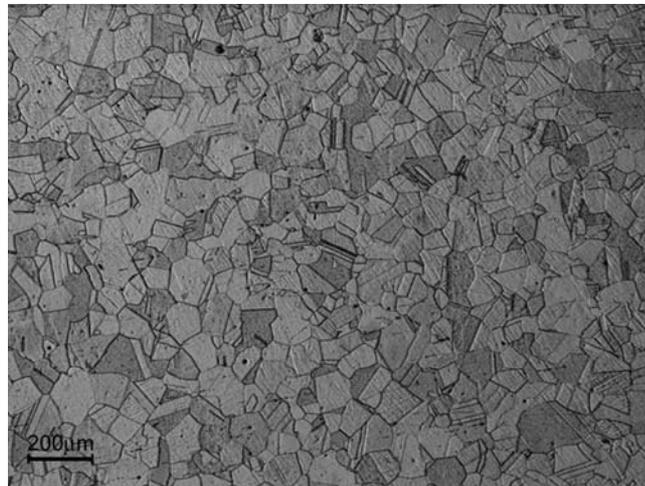
4.2 Caracterização microestrutural dos aços após tratamento de solubilização

4.2.1 Microestrutura

A microestrutura dos aços após a solubilização não mudou significativamente em relação ao estado inicial. A morfologia dos grãos é composta por grãos equiaxiais de austenita com uma alta quantidade de maclas de recozimento (Figura 4.13). Durante o tratamento de solubilização, a ferrita δ desapareceu completamente nos dois aços tanto na superfície quanto no meio da chapa. O tratamento de solubilização produziu aumento do tamanho de grão e queda da dureza média, em relação aos valores no estado inicial (Tabela 4.7).



(a)



(b)

Figura 4.13 - Microestrutura após solubilização a 1100°C por 1 hora nos aços (a) 304L e (b) 316L.

TABELA 4.7 – Diâmetro de grão, tamanho ASTM e dureza da austenita após a solubilização a 1100°C por 1 hora.

Amostras	Diâmetro de grão, μm	Tamanho ASTM	Dureza, 3HV
304L	88,2	4	143 ± 7
316L	79,6	4	135 ± 5

4.2.2 Macrot textura no estado solubilizado

O aço 304L solubilizado apresentou uma componente de textura forte em $(011)[\bar{1}\bar{1}1]$ e uma fraca em $(011)[0\bar{1}1]$, estas componentes fazem parte da fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // \text{DN}$, todavia esta fibra não está presente no aço. Outro componente presente é a fibra $\langle 010 \rangle // \text{DT}$, em menor intensidade (vide figura 4.14). A figura 4.15 apresenta as fibras α_{CFC} e $\langle 010 \rangle // \text{DT}$ na

superfície do aço 304L no estado inicial e após o tratamento térmico de solubilização. A fibra α_{CFC} não apresentou mudanças significativas depois do tratamento de solubilização. Por outro lado, a fibra $\langle 010 \rangle // \text{DT}$ ficou mais homogênea e diminuiu a sua intensidade. As fibras τ e γ , presentes no estado inicial, desapareceram após o tratamento de solubilização. A forma das curvas de nível das FDOs é característica de um material com granulação grosseira e isto é ainda mais evidente quando são analisadas as respectivas figuras de pólo.

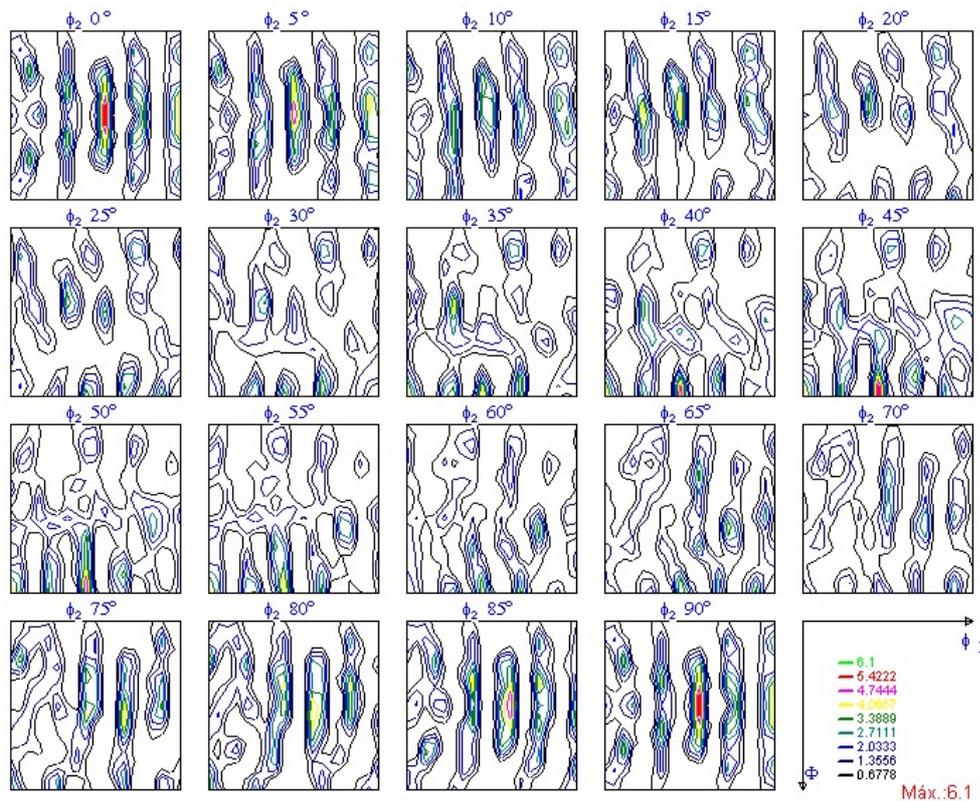
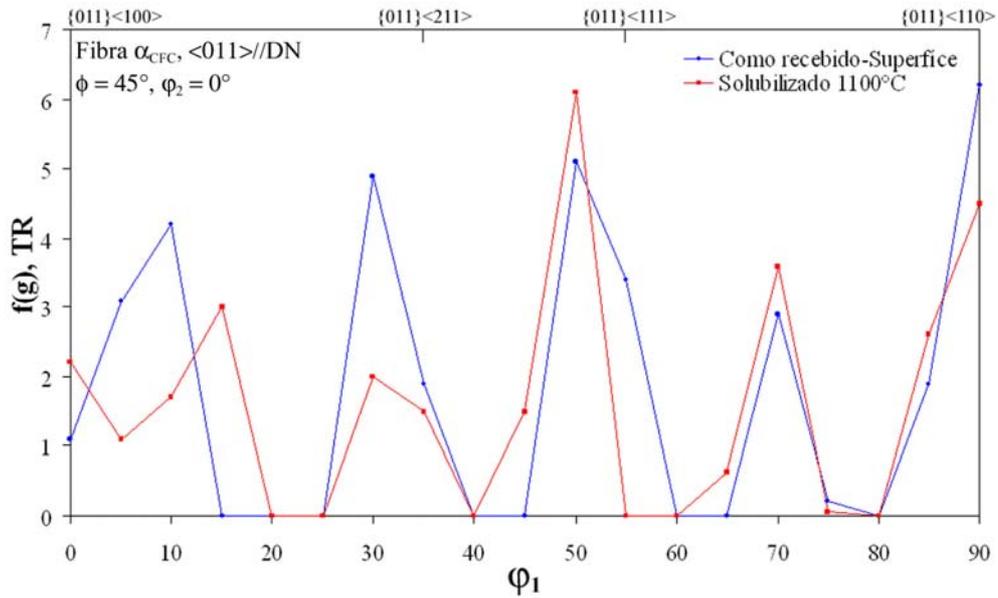
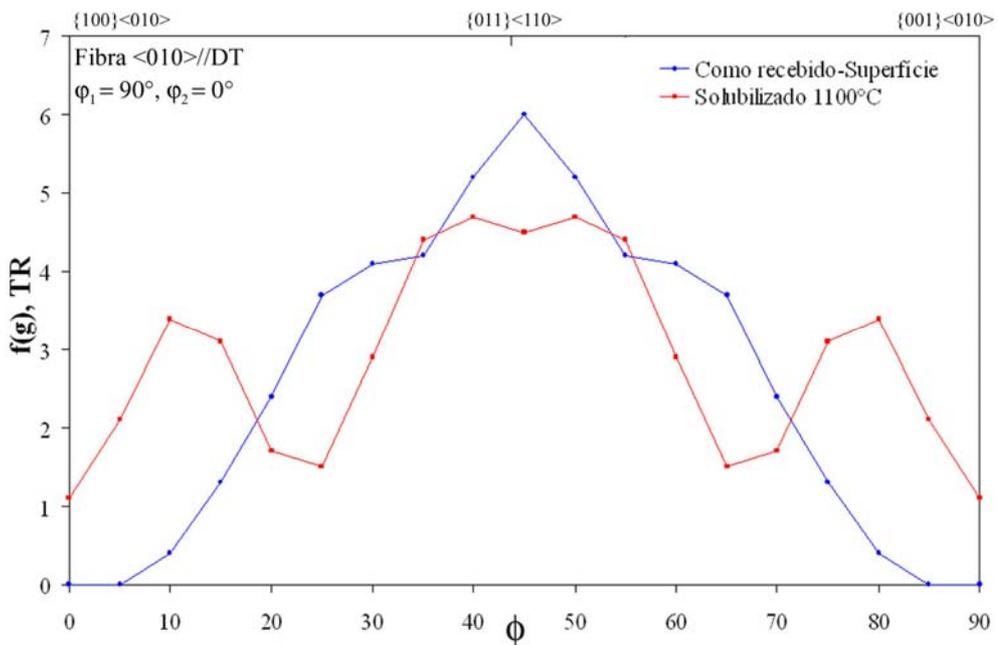


Figura 4.14 – FDO do aço 304L solubilizado a 1100°C por 1 hora.



(a)



(b)

Figura 4.15 – Textura de fibra (a) α_{CFC} e (b) $\langle 010 \rangle // DT$ no estado inicial e após solubilização a 1100°C por 1 hora do aço 304L.

O aço 316L solubilizado apresentou uma componente de textura forte em $\{011\}\langle 011 \rangle$ (vide figura 4.16). A textura depois do tratamento térmico de solubilização mudou completamente; a fibra parcial $\langle 110 \rangle // DL$ desapareceu, aparecendo a componente $\{011\}\langle 011 \rangle$. A intensidade da textura também diminuiu após a solubilização (vide figura 4.17).

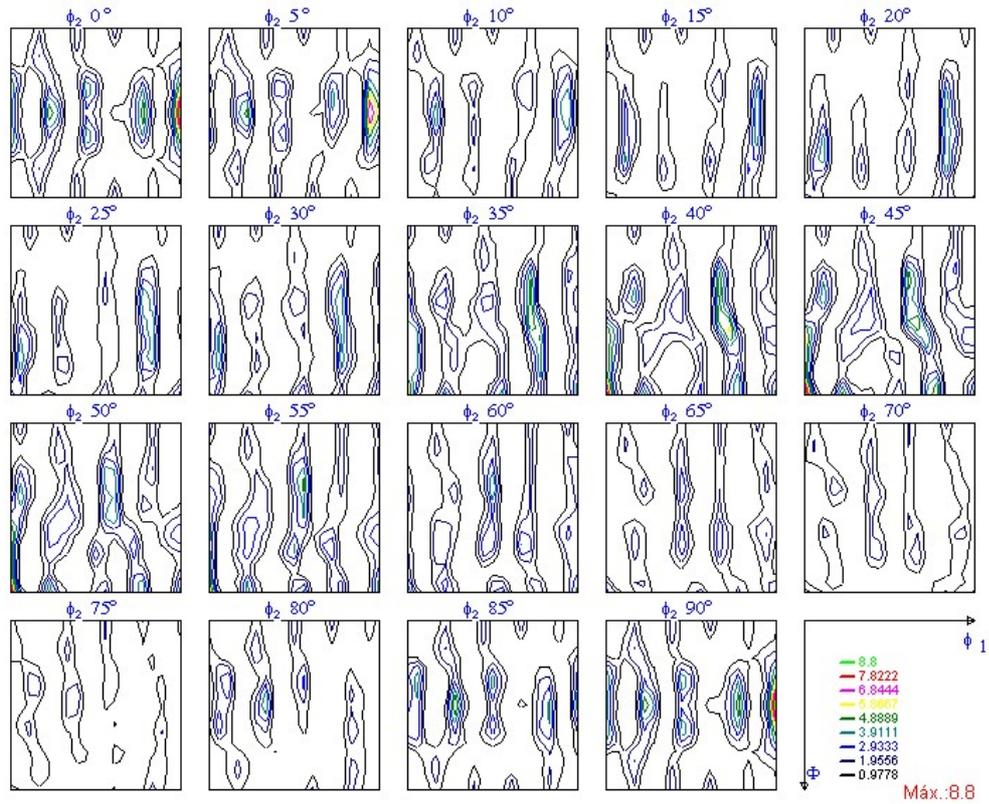


Figura 4.16 – FDO do aço 316L solubilizado a 1100°C por 1 hora.

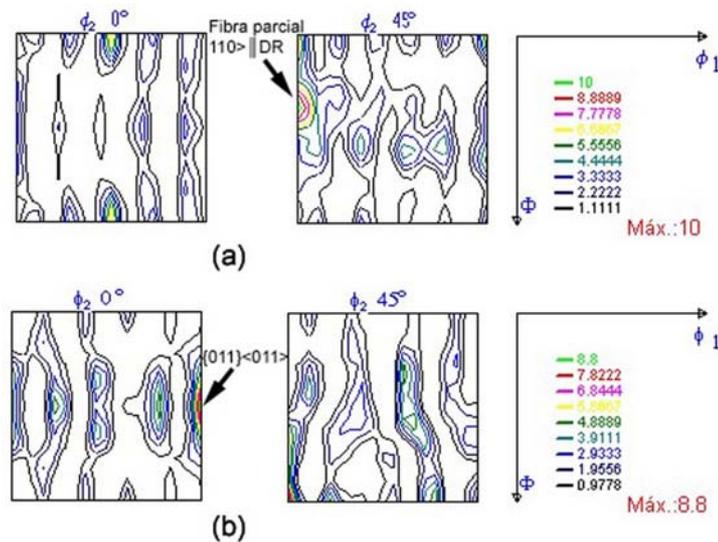


Figura 4.17 – Seção $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ da FDO (a) no estado inicial e (b) no estado solubilizado do aço 316L.

4.3 Deformação por laminação

Antes da etapa de deformação, as amostras foram solubilizadas a 1100°C por 1 hora. Posteriormente, as amostras foram deformadas em quatro temperaturas diferentes, -196, 25, 100 e 200°C, em um laminador de laboratório.

O endurecimento por deformação e a quantidade de martensita α' formada dependem da composição do aço, da energia de defeito de empilhamento e da temperatura, quantidade e velocidade de deformação [2, 3, 6]. A energia de defeito de empilhamento (EDE) tem forte influência na natureza, densidade e distribuição dos defeitos cristalinos no encruamento e na tendência à formação da martensita α' . Uma EDE mais alta produz uma distribuição celular das discordâncias com menos martensita induzida por deformação. Para EDE baixa, as discordâncias têm uma distribuição planar com martensita induzida por deformação [6]. Os elementos de liga como Cr, Ni e Mo têm forte influência na EDE. Em comparação com o aço 316L, no aço 304L, a relação $(Cr/Ni)_{eq}$ é maior, então espera-se que a EDE seja menor, facilitando à formação da martensita α' .

A tabela 4.8 apresenta os valores de $(Cr)_{eq}$, $(Ni)_{eq}$, $(Cr/Ni)_{eq}$, EDE, $M_s(\alpha')$ e $M_f(\alpha')$ dos dois aços, calculados com auxílio das equações 2.1 a 2.5, apresentadas no capítulo 2.

TABELA 4.8 - $(Cr)_{eq}$, $(Ni)_{eq}$, $(Cr/Ni)_{eq}$, EDE, $M_s(\alpha')$ e $M_f(\alpha')$ para os aços 304L e 316L.

Material	Cr_{eq} , %	Ni_{eq} , %	$(Cr/Ni)_{eq}$, %	$M_s(\alpha')$, °C	$M_d(\alpha')$, °C	EDE, mJ/m ²
304L	18,98	9,48	2,00	-72,00	55,90	17,095
316L	20,10	10,97	1,83	-96,61	27,34	44,635

Os valores teóricos calculados mostram que o aço 304L possui menor EDE que o aço 316L, por esta razão as discordâncias têm menor mobilidade, dificultando o escorregamento com desvio (“cross slip”) e escalada (“climb”) das mesmas [21], levando a um aumento do encruamento para reduções maiores. Além disto, é esperada uma maior susceptibilidade à formação de martensita α' . Os valores calculados são muito semelhantes aos apresentados na literatura para os dois aços (vide tabela 2.2).

4.3.1 Martensita induzida por resfriamento, MIR

Inicialmente, as amostras laminadas a -196°C foram resfriadas em nitrogênio líquido, por 2 horas, que ocasionou a formação de martensita α' . A tabela 4.9 apresenta a fração volumétrica de martensita α' e de dureza para os dois aços após o resfriamento a -196°C. Em

geral, a fração volumétrica de martensita α' não apresentou um aumento considerável nos aços e a dureza aumentou pouco em relação ao estado inicial, já que a martensita α' produzida no resfriamento está associada com o aumento dos defeitos cristalinos.

TABELA 4.9 - Fração volumétrica de martensita α' e de dureza, após resfriamento em nitrogênio líquido.

Amostra	Fração volumétrica de martensita α' , %		Dureza, HV	
	304L	316L	304L	316L
$T_{\text{Sol.}} = 1100^{\circ}\text{C}$	2,83	3,11	211±10	187±10

4.3.2 Endurecimento por deformação

O endurecimento por deformação foi estudado por meio de medidas de dureza na seção normal à direção de laminação. As figuras 4.18 e 4.19 apresentam as curvas de endurecimento por deformação dos aços 304L e 316L nas quatro temperaturas.

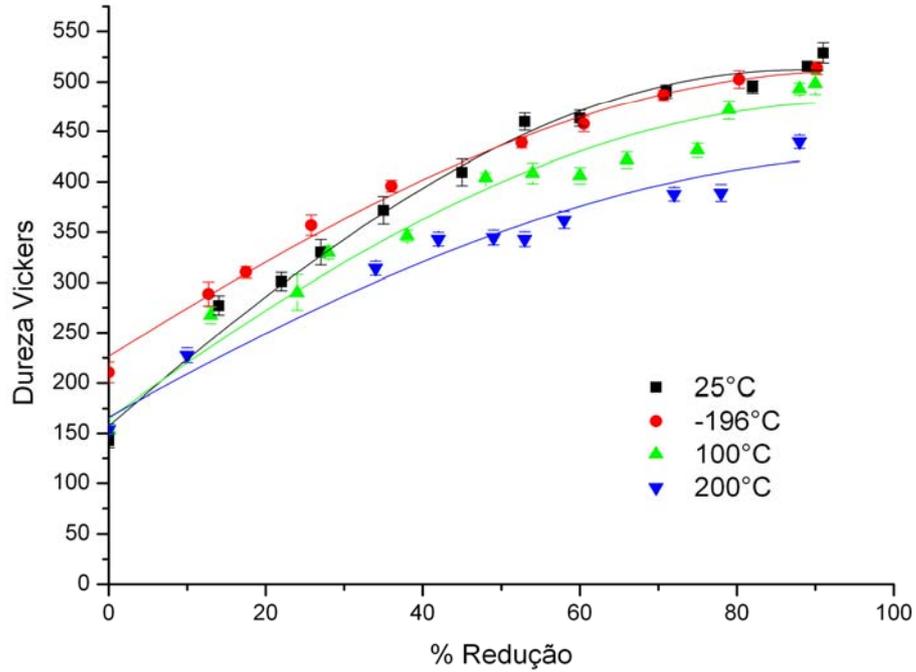
De uma maneira geral, o endurecimento por deformação foi menor para temperaturas de laminação maiores.

Os dois aços apresentam comportamentos semelhantes quanto ao endurecimento por deformação, para reduções na espessura menores que 50% ($\epsilon=1,5$), a taxa de encruamento é maior que para reduções superiores. A deformação nas temperaturas sub-zero e ambiente apresentaram um encruamento maior que a deformação a morno. O aumento na temperatura de laminação facilita a mobilidade das discordâncias e favorece a formação de células de discordâncias maiores, diminuindo o encruamento do material. A densidade de defeitos de empilhamento formados também diminui com o aumento da temperatura de deformação.

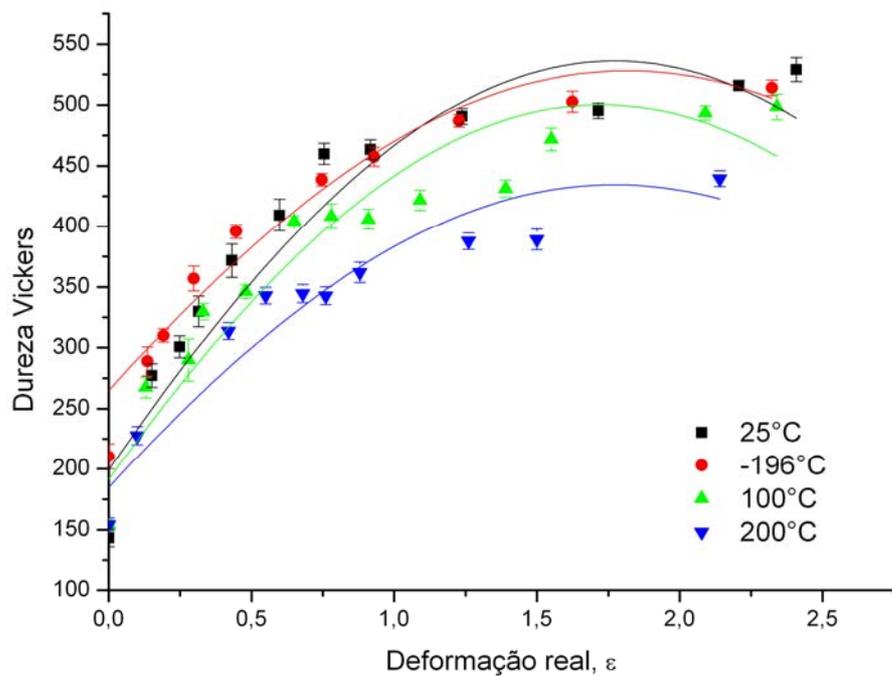
No aço 304L, a deformação sub-zero apresentou um comportamento semelhante à deformação na temperatura ambiente. O aço 316L deformado a temperatura sub-zero apresentou um encruamento maior que o deformado na temperatura ambiente; a dureza aumentou significativamente na primeira condição. O aumento no encruamento pode ser devido à diminuição da mobilidade das discordâncias e à formação de martensita induzida por resfriamento produzida com a tempera no nitrogênio líquido após cada passe de laminação. Em síntese, o aço 316L mostrou-se mais sensível à variação da temperatura de deformação que o aço 304L.

O aço 304L apresenta maior endurecimento por deformação para todas as temperaturas, o qual confirma o resultado obtido teoricamente a partir do cálculo da EDE. O

aço 304L possui uma EDE mais baixa que o aço 316L, por esta razão, o endurecimento por deformação aumenta com o incremento no grau de deformação.



(a)



(b)

Figura 4.18 – Curvas de endurecimento por deformação do aço 304L nas quatro temperaturas, curvas de (a) redução na espessura versus dureza e (b) deformação real versus dureza.

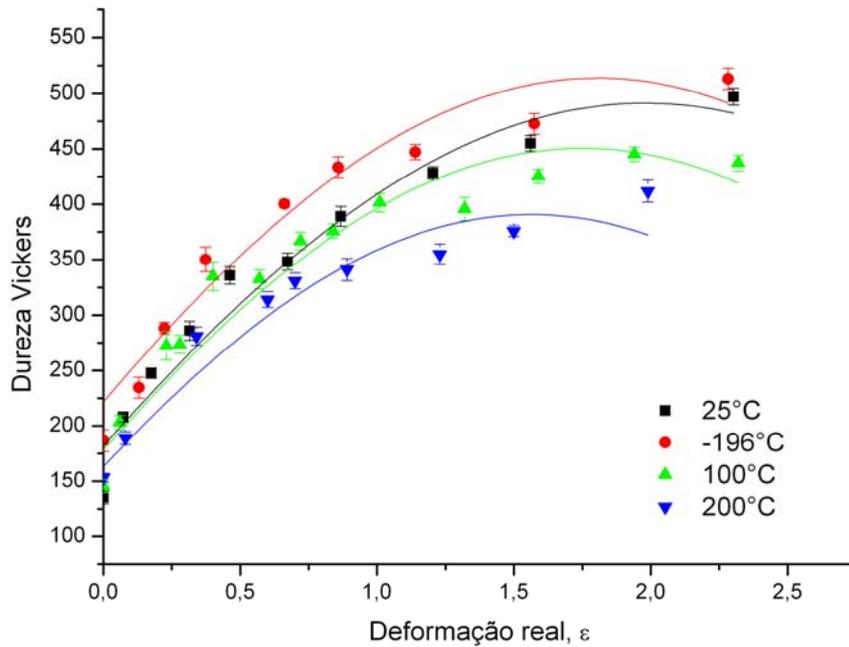
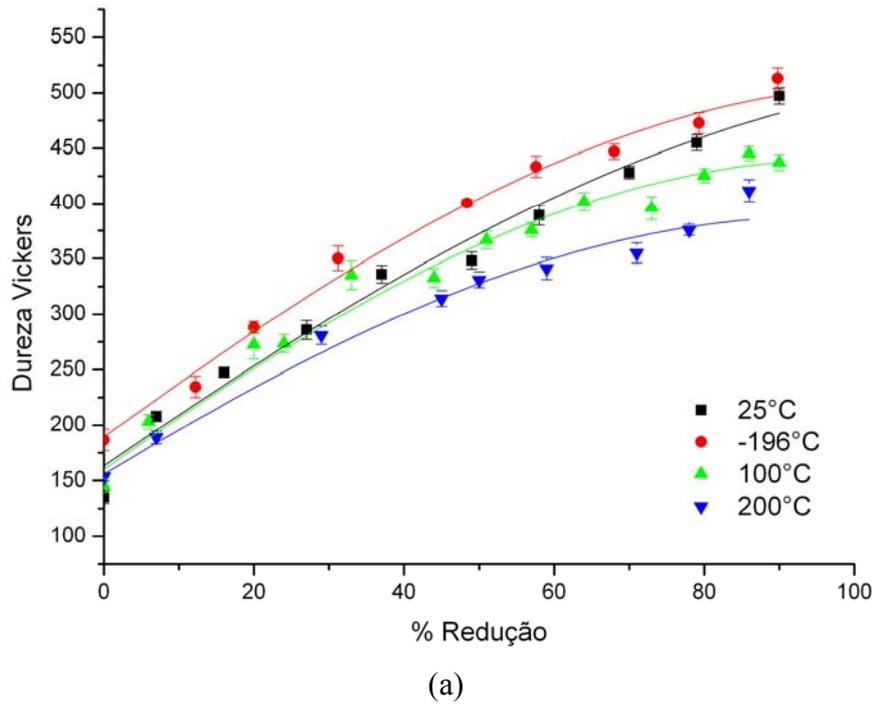


Figura 4.19 – Curvas de endurecimento por deformação do aço 316L nas quatro temperaturas, curvas de (a) redução na espessura versus dureza e (b) deformação real versus dureza.

A figura 4.20 apresenta as curvas de redução na espessura versus dureza para os dois aços em cada temperatura. Nas quatro temperaturas de deformação, o aço 304L apresentou um maior endurecimento por deformação que o aço 316L.

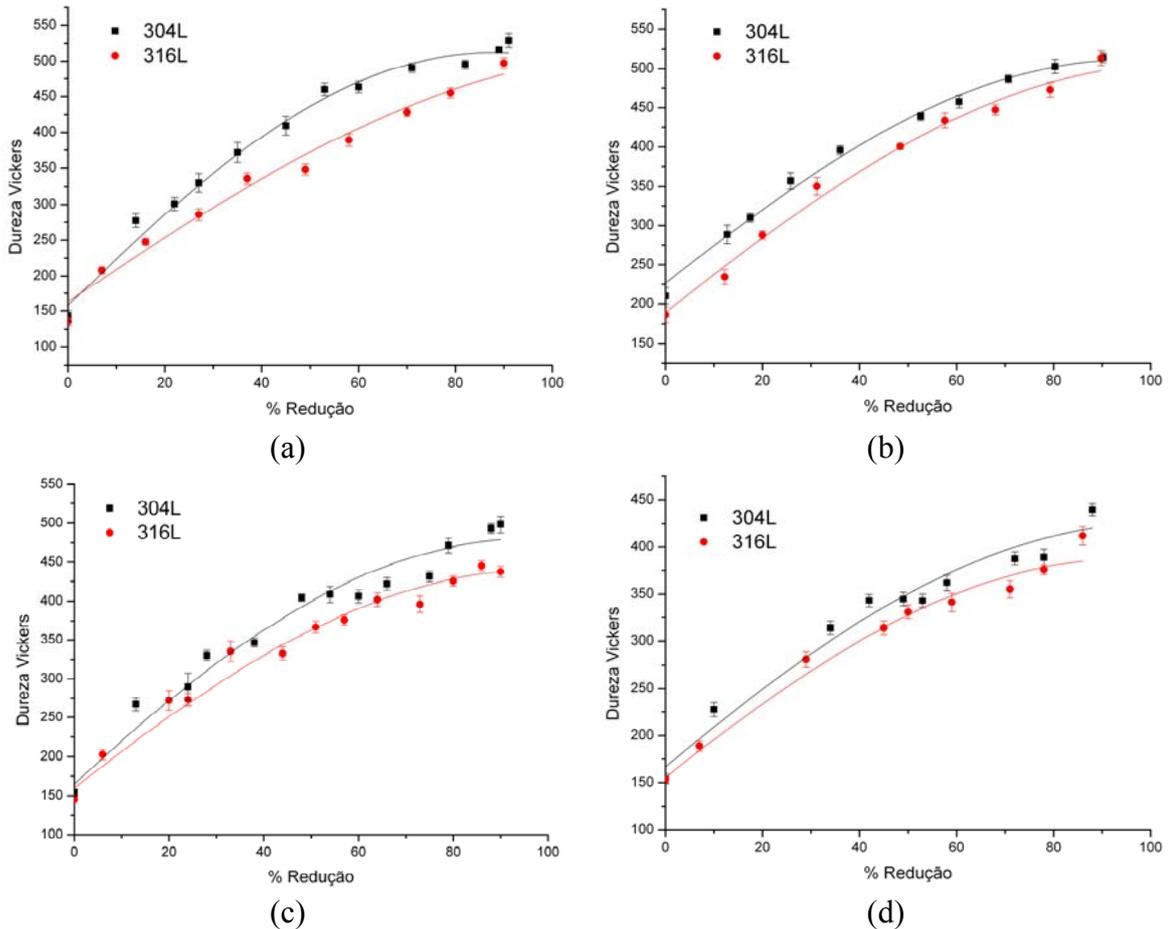


Figura 4.20 – Curvas de endurecimento por deformação dos aços 304L e 316L a (a) -196°C , (b) 25°C , (c) 100°C e (d) 200°C .

As figuras 4.21 e 4.22 apresentam as microestruturas de deformação do aço 304L deformado a 25°C e do aço 316L deformado a 200°C . Em geral, para as quatro temperaturas de deformação, nos dois aços, a microestrutura não apresenta diferenças significativas ao nível da microscopia óptica. A microestrutura é caracterizada por grãos deformados de austenita, sendo que para maiores reduções a distorção do grão é maior.

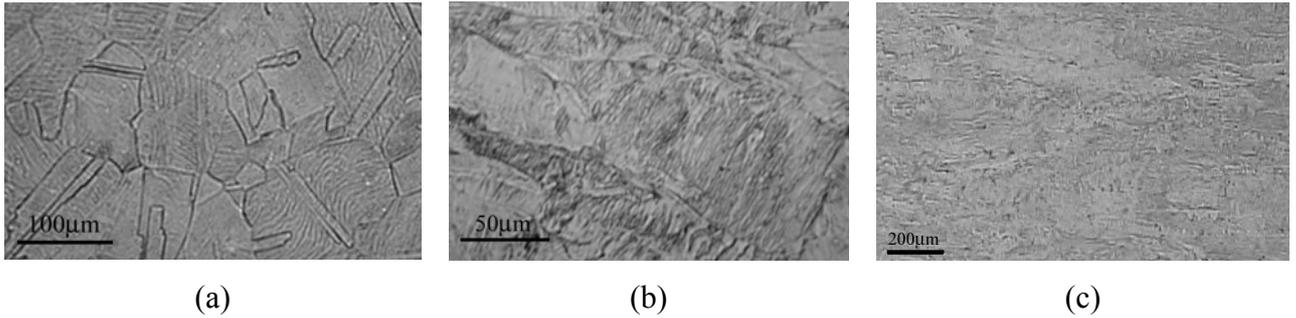


Figura 4.21 – Microestrutura do aço 304L deformado a temperatura ambiente, 25°C: (a) 14%, (b) 53% e (c) 90% de redução na espessura, na direção normal à direção de laminação.

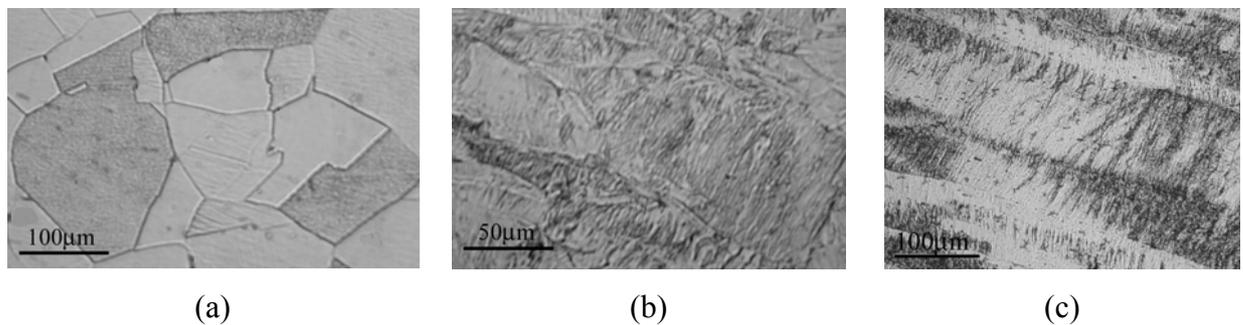


Figura 4.22 – Microestrutura do aço 316L deformado a 200°C: (a) 7%, (b) 50% e (c) 86% de redução na espessura, na direção normal à direção de laminação.

4.3.3 Martensita induzida por deformação

As figuras 4.23 e 4.24 apresentam as curvas de evolução da quantidade de martensita induzida por deformação para as quatro temperaturas pesquisadas nos dois aços. Em geral, a quantidade de martensita induzida por deformação é maior para graus de deformação mais elevados. O tratamento térmico no nitrogênio líquido por 2 horas, antes da laminação, causa aumento de aproximadamente 3% na quantidade de martensita α' , nos dois aços. As deformações realizadas a -196 e 25°C apresentaram maior quantidade de martensita α' . Já com o aumento da temperatura, acima da temperatura ambiente, a quantidade de martensita α' é muito baixa. Para a deformação a 200°C a porcentagem de α' é menor que 5% nos aços 304L e 316L.

O aço 304L apresentou nas deformações realizadas a -196 e 25°C um comportamento semelhante; a diferença na quantidade de martensita α' formada durante a deformação é pequena, obtendo-se para 90% de deformação quase a mesma porcentagem de 55%. Para reduções inferiores a 60%, a deformação a -196°C apresentou uma maior quantidade de martensita α' . Na deformação realizada a 100°C forma-se martensita α' , embora o valor de

$M_d(\alpha')$ calculado para o aço 304L seja igual a 56°C . Na deformação a 200°C , a quantidade de martensita α' formada é inferior a 5%.

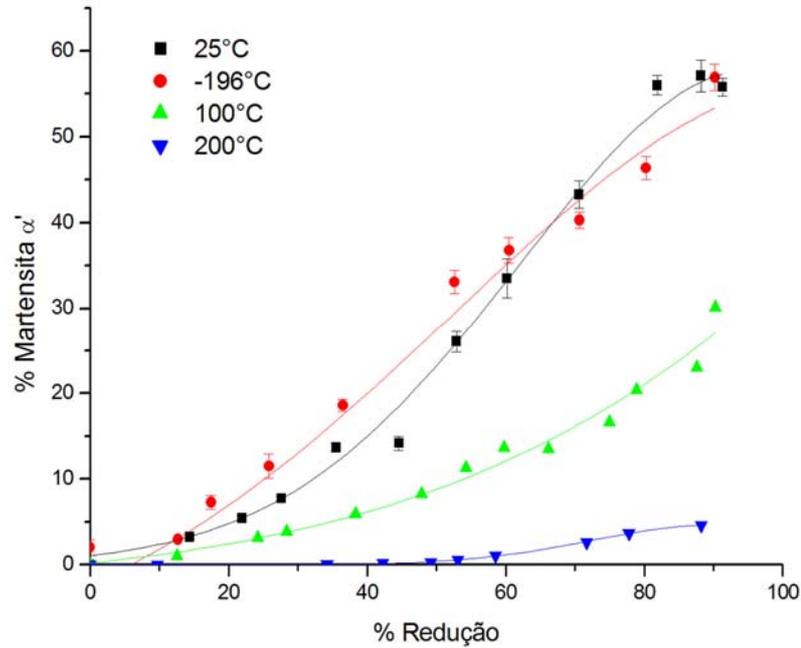


Figura 4.23 – Curva de formação de martensita no aço 304L nas quatro temperaturas, -196, 25, 100 e 200°C .

No aço 316L, a deformação realizada a -196°C quase que duplicou a quantidade de martensita α' , com relação à deformação a 25°C . Este comportamento está em concordância com os resultados da literatura [26, 107] e indicam que as variáveis que ocasionam um decréscimo da EDE, e conseqüentemente, uma diminuição na mobilidade das discordâncias em geral acarretam aumento na quantidade de martensita. A deformação a temperaturas superiores a 25°C apresentara uma baixa quantidade de martensita α' . A quantidade de martensita α' formada a 200°C é muito baixa, menor que 2%.

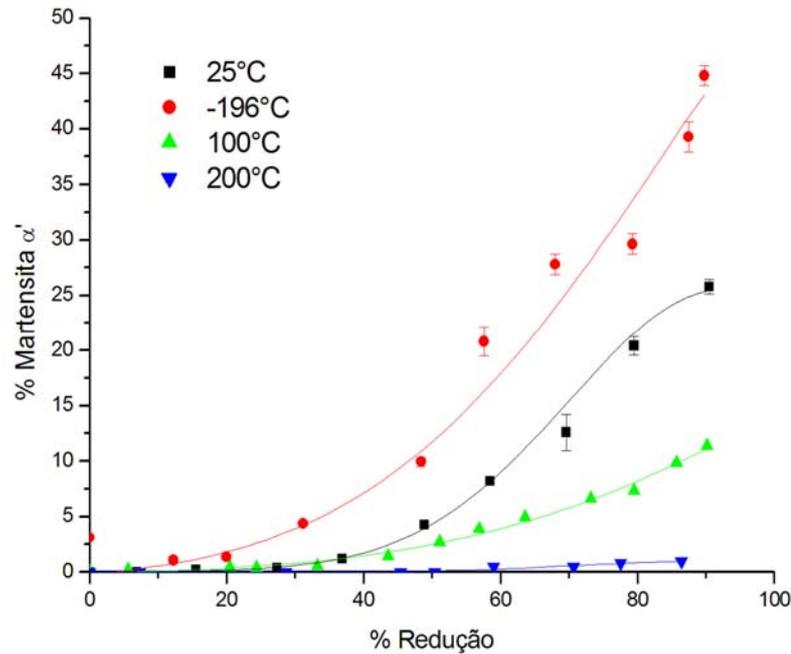


Figura 4.24 – Curva de formação de martensita α' no aço 316L nas quatro temperaturas, -196, 25, 100 e 200°C.

A figura 4.25 compara a porcentagem da martensita α' , para os dois aços em cada temperatura. Nas quatro temperaturas estudadas, o aço 304L apresentou maior porcentagem de martensita α' , em comparação com o aço 316L. A diferença entre a quantidade de martensita α' nos dois aços é significativa. Na deformação a -196°C esta diferença é menor, obtendo-se valores muito semelhantes, principalmente para reduções na espessura superiores a 60%. Na deformação efetuada a 200°C a quantidade de martensita α' formada é menor a 5% nos dois aços.

A formação de martensita α' induzida por deformação depende da composição química e das variáveis relacionadas com a deformação, tais como grau de deformação, velocidade de deformação, estado de tensões e temperatura de deformação. A quantidade de martensita α' aumenta para graus de deformação mais elevados, maiores velocidades de deformação e temperaturas de deformação mais baixas [6, 7]. Para os dois aços, observa-se que a quantidade de martensita α' aumenta com o grau de redução ou com a diminuição da temperatura de deformação. Os resultados experimentais mostram que o aço 304L tem maior susceptibilidade à formação da martensita α' , confirmando a regra que aços austeníticos com baixa EDE são mais susceptíveis à formação da martensita α' .

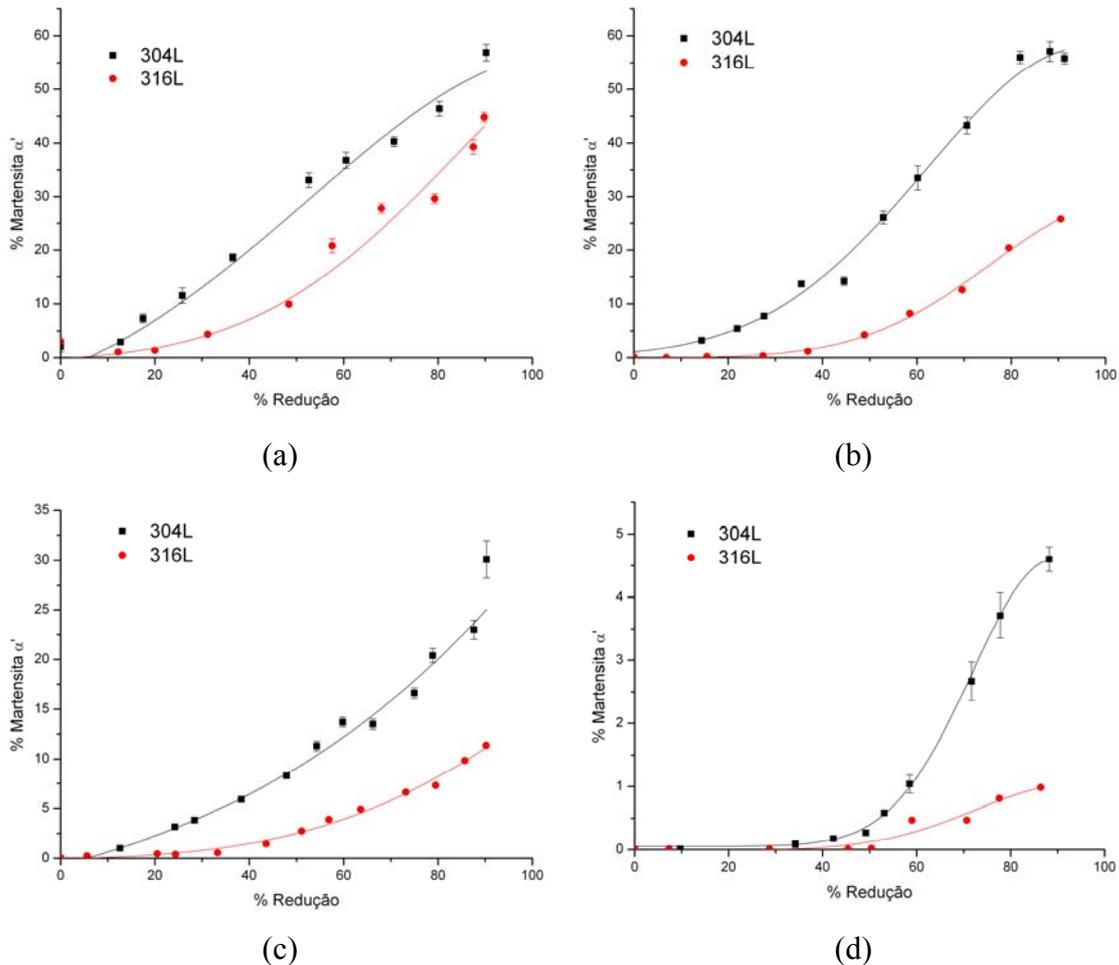


Figura 4.25 – Curvas de formação de martensita α' dos aços 304L e 316L a (a) -196°C , (b) 25°C , (c) 100°C e (d) 200°C .

4.3.4 Macrotextura de deformação

Nas figuras 4.24 a 4.29 são apresentadas as Funções de Distribuição de Orientação, FDOs, para a máxima deformação, de aproximadamente 90%, nas temperaturas de -196 , 25 e 200°C , nos dois aços. Nas amostras dos dois aços, deformadas a -196 e a 25°C , foram analisadas a textura na austenita e na martensita α' , já nas amostras deformadas a 200°C foi determinada a textura apenas na fase austenítica, pois a quantidade de martensita α' produzida na deformação a 200°C é quase nula.

No aço 304L deformado a -196°C (figura 4.26), a austenita apresentou a fibra τ , $\langle 011 \rangle // \text{DT}$, com a componente tipo cobre, $\text{C}-\{112\}\langle 111 \rangle$ mais forte e as componentes tipo latão, $\text{B}-\{011\}\langle 211 \rangle$ e $\{011\}\langle 111 \rangle$ que pertencem à fibras α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // \text{DN}$. As componentes Goss, $\text{G}-\{011\}\langle 100 \rangle$, cubo $\{100\}\langle 001 \rangle$ e cubo rodado $\{100\}\langle 010 \rangle$ apareceram com menor intensidade. A martensita apresentou a fibra γ_{CC} , $\langle 111 \rangle // \text{DN}$, com a

componente $\{111\}\langle 123\rangle$ mais intensa e fibra α_{CCF} , $\langle 011\rangle//\text{DL}$, deslocada de sua posição original aproximadamente 10° , com as componentes $(113)[1\bar{1}0]$ e $(112)[1\bar{1}0]$ mais fortes.

No aço 304L deformado a 25°C (figura 4.27), a austenita apresentou uma textura de fibra α_{CFC} , $\langle 011\rangle//\text{DN}$, não homogênea, com a componente B- $\{011\}\langle 211\rangle$ e a G- $\{011\}\langle 100\rangle$, mais intensas, $\text{TR} = 11,2$. Além disto, a componente tipo cubo, $\{100\}\langle 001\rangle$, e a tipo C- $\{211\}\langle 111\rangle$, são mais fracas. A martensita apresentou uma textura de fibra α_{CCF} , $\langle 011\rangle//\text{DL}$, com a componente próxima de $\{112\}\langle 110\rangle$ mais intensa, $\text{TR} = 8$. A textura obtida nesta condição nas duas fases é característica dos aços inoxidáveis austeníticos deformados a temperatura ambiente [63, 88, 90-93].

No aço 304L deformado a 200°C (figura 4.28), a austenita apresentou uma textura de fibra $\langle 010\rangle//\text{DT}$, com componentes fortes nos planos $\{010\}$ e $\{032\}$, $\text{TR}=9$, e uma componente perto da fibra α_{CFC} , $\langle 011\rangle//\text{DN}$, muito fraca. Goodman e Hsun Hu [91] reportaram uma textura tipo latão, $\{110\}\langle 112\rangle$, para um aço 304L laminado 90% a 200°C , diferindo da obtida neste trabalho.

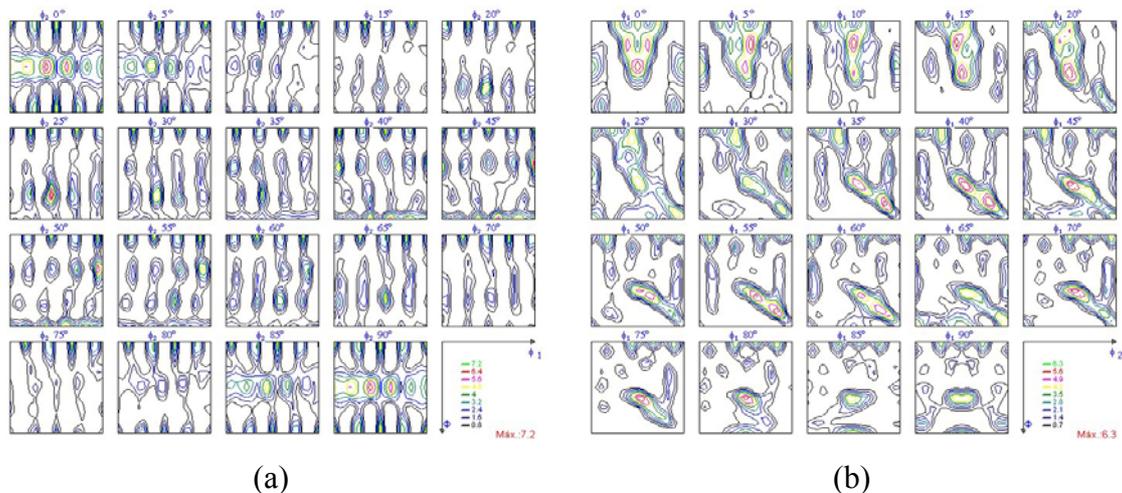


Figura 4.26 – FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a -196°C .

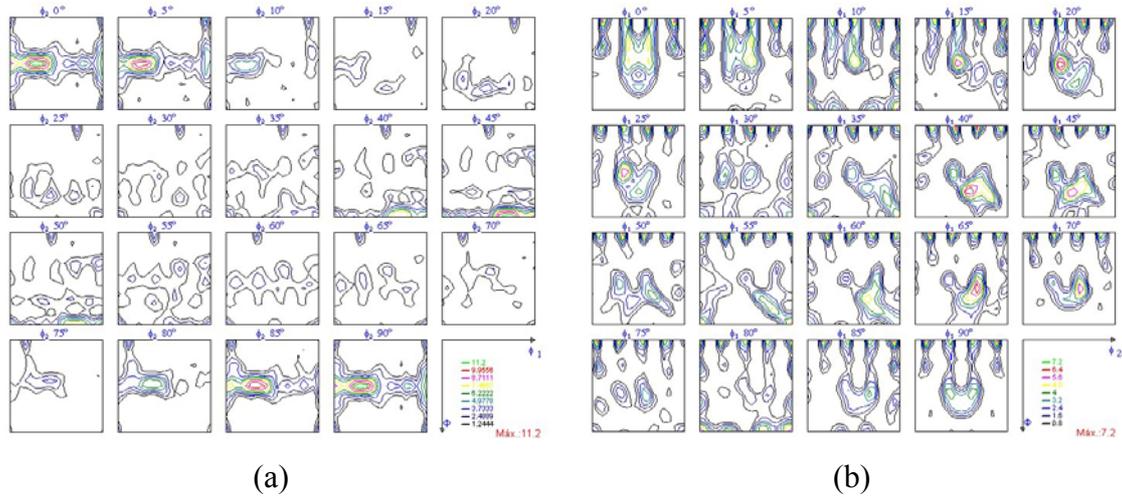


Figura 4.27 – FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a 25°C.

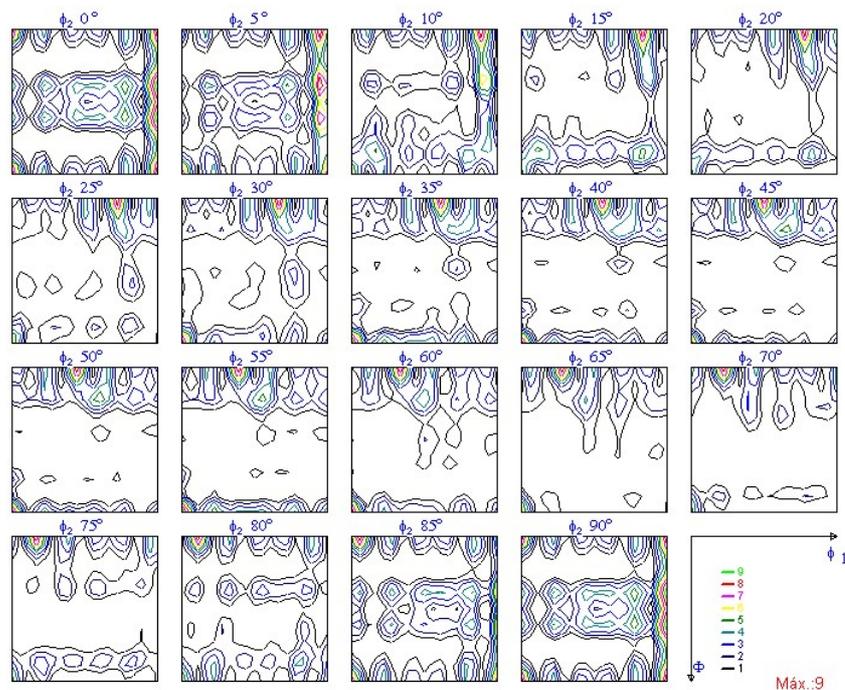


Figura 4.28 – FDO da austenita do aço 304L com uma redução de 88% na espessura a 200°C.

No aço 316L deformado a -196°C (figura 4.29), a austenita apresentou a fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // \text{DN}$, com as componentes fortes B- $\{011\}\langle 211 \rangle$, G- $\{011\}\langle 100 \rangle$, TR=7,4 e a componente $\{011\}\langle 111 \rangle$ fraca, a fibra τ , $\langle 011 \rangle // \text{DT}$, com a componente C- $\{112\}\langle 111 \rangle$ forte e a fibra $\langle 011 \rangle // \text{DL}$, com a componente $\{112\}\langle 110 \rangle$ mais intensa. A martensita apresentou a fibra γ_{CC} , $\langle 111 \rangle // \text{DN}$, com a componente $\{111\}\langle 123 \rangle$ mais intensa, TR = 7,4.

No aço 316L deformado a 25°C (figura 4.30), a austenita apresentou uma textura de fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // DN$, mais homogênea que no aço 304L na mesma condição, com a componente tipo B- $\{011\}\langle 211 \rangle$, mais intensa, TR= 8,7. A martensita α' apresentou as componentes próximas de $\{001\}\langle 310 \rangle$ e $\{001\}\langle 320 \rangle$, mais intensas, TR = 8,2. Estas componentes estão próximas da fibra α_{CCC} , $\langle 011 \rangle // DL$.

No aço 316L deformado a 200°C (figura 4.31), a austenita apresentou uma textura semelhante à do aço 304L, caracterizada pela fibra $\langle 100 \rangle // DT$ mais intensa, TR=10,5 e a fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // DN$, fraca.

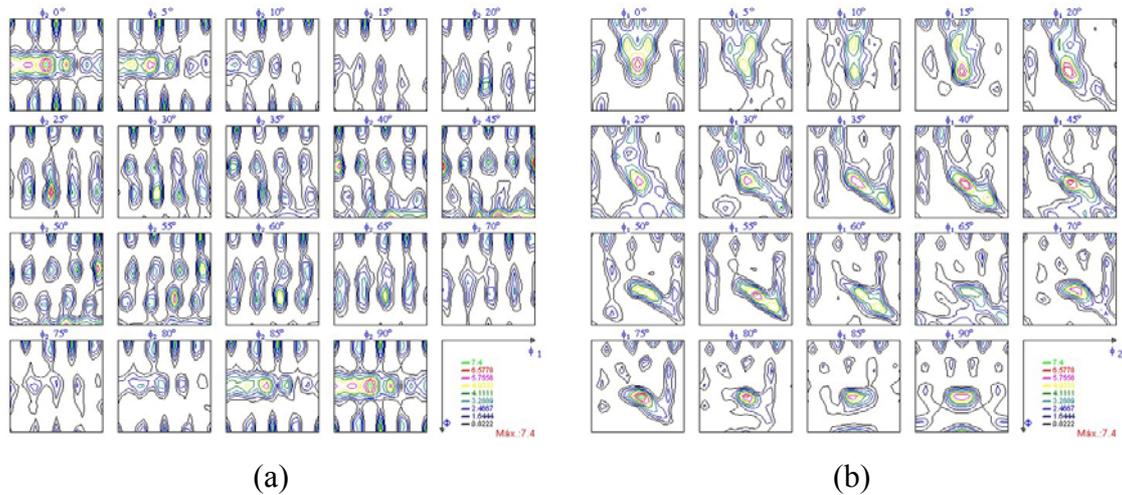


Figura 4.29 – FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a -196°C.

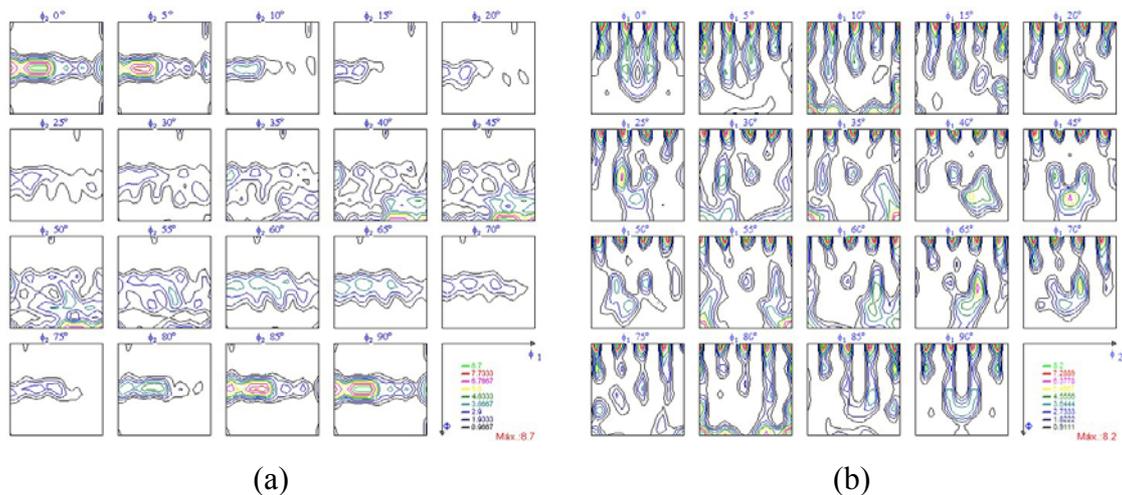


Figura 4.30 – FDO da (a) austenita e (b) a martensita α' do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a 25°C.

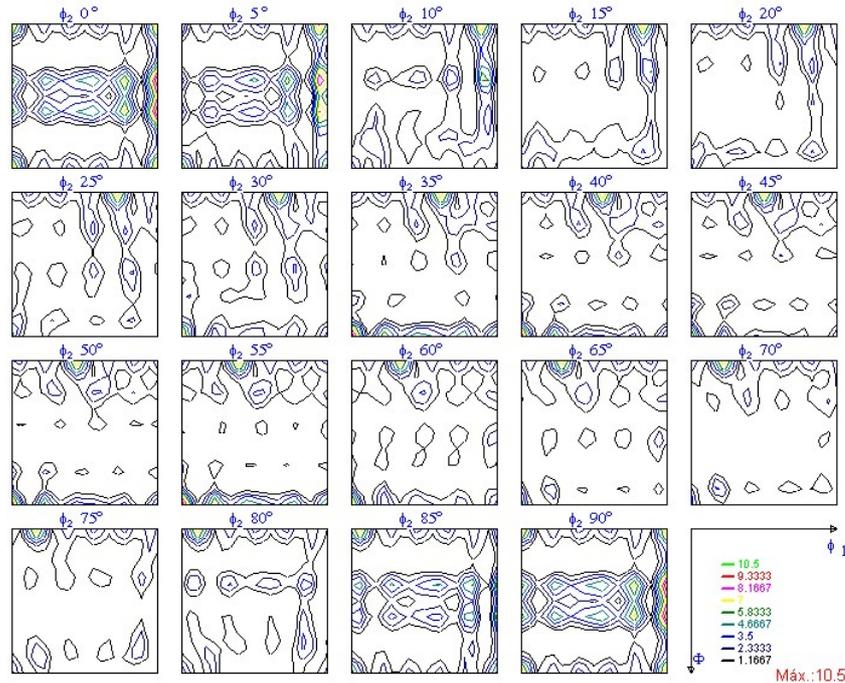


Figura 4.31 – FDO da austenita do aço 316L com uma redução de 86% na espessura a 200°C.

Nas figuras 4.30 a 4.33 são apresentadas as fibras α_{CFC} , $\langle 100 \rangle // \text{DL}$, $\langle 010 \rangle // \text{DT}$ e τ da austenita, nos dois aços para os estados: solubilizado a 1100°C por 1 hora e deformado aproximadamente 90% a -196, 25 e 200°C. O aço 316L no estado solubilizado não apresentou estas três fibras mencionadas.

No aço 304L, a fibra α_{CFC} (figura 4.32) teve sua intensidade aumentada e mostrou-se menos heterogênea após a deformação. O comportamento desta fibra na deformação para as três temperaturas é muito semelhante nos dois aços, sendo mais intensa para a deformação a 25°C. As maiores intensidades estão espalhadas desde G- $\{011\}\langle 100 \rangle$ até B- $\{011\}\langle 211 \rangle$. Esta última componente é característica de materiais com baixa EDE ou laminados a temperaturas mais baixas, que corresponde a uma diminuição da EDE [91, 97]. Nas amostras deformadas a 200°C a fibra α_{CFC} apresentou uma baixa intensidade.

A fibra $\langle 100 \rangle // \text{DL}$ apresentou um comportamento semelhante, para as temperaturas de deformação estudadas. Nas deformações a -196 e 25°C a componente G foi a mais intensa, seguida pela componente cubo. Na deformação a 200°C a componente G diminuiu de intensidade, enquanto a componente cubo é intensificada.

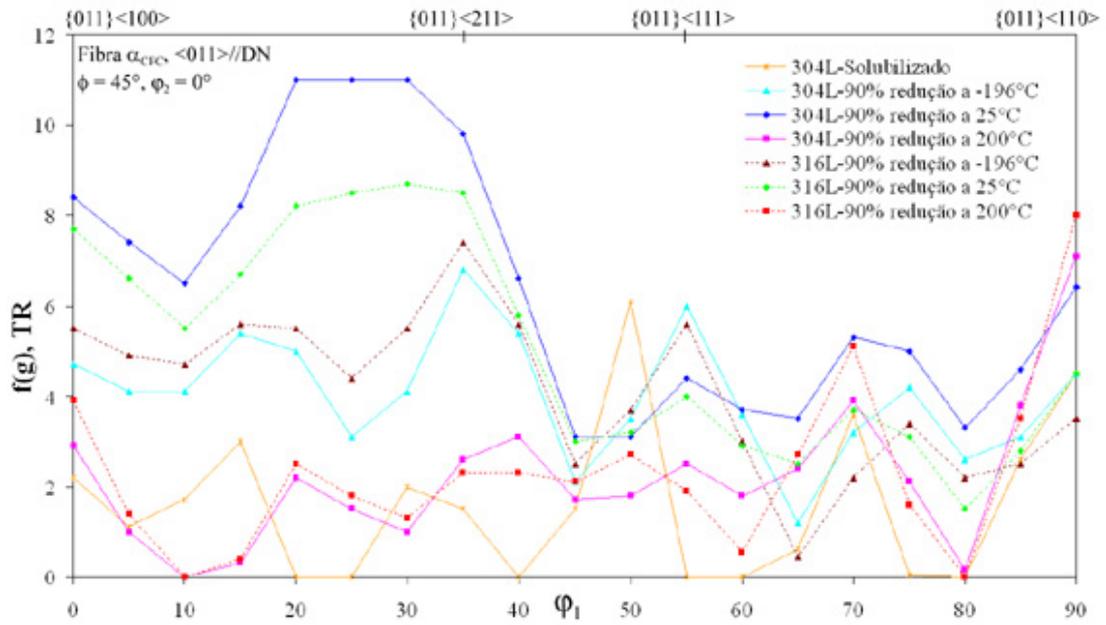


Figura 4.32 – Textura de fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // \text{DN}$, nos estados solubilizado e deformado a -196, 25 e 200°C dos aços 304L e 316L.

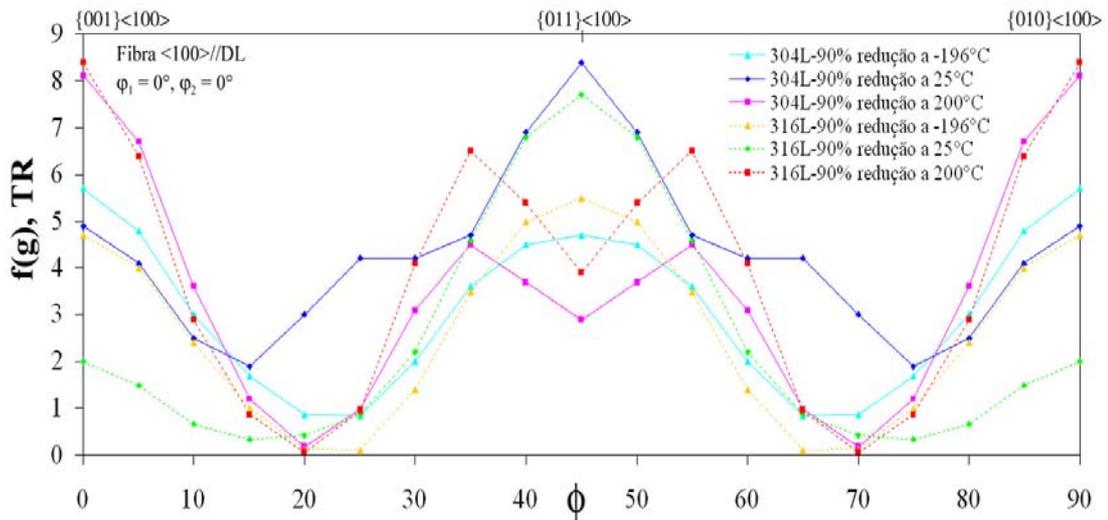


Figura 4.33 – Textura de fibra $\langle 100 \rangle // \text{DL}$ nos estados solubilizado e deformado a -196, 25 e 200°C dos aços 304L e 316L.

A fibra $\langle 010 \rangle // \text{DT}$ (figura 4.34) no aço 304L manteve o mesmo comportamento com a deformação em relação ao estado solubilizado, embora tendo sua intensidade aumentada após a deformação. Esta fibra apresentou iguais características com a deformação nas diferentes temperaturas para os dois aços, sendo mais intensa para a deformação a 200°C. Enquanto o aço 304L apresentou uma maior intensidade na fibra α_{CFC} , o aço 316L apresentou maior intensidade na fibra $\langle 010 \rangle // \text{DT}$.

A fibra τ (figura 4.35) só apareceu nas amostras deformadas a -196°C e apresentou um comportamento semelhante nos dois aços. Neste caso, uma componente perto da componente C- $\{112\}\langle 111\rangle$ é a mais intensa.

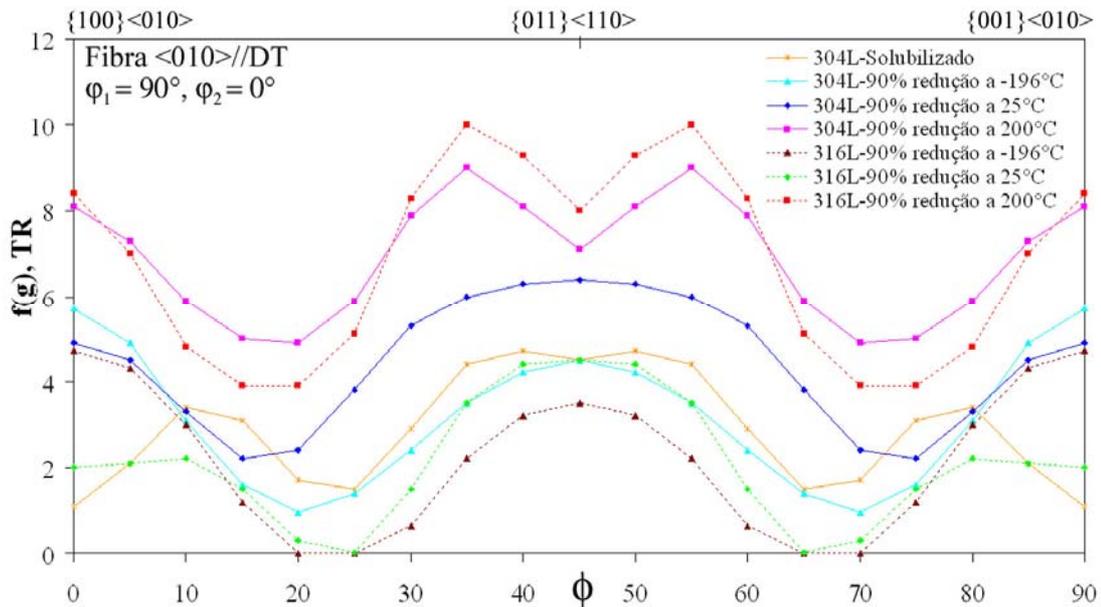


Figura 4.34 – Textura da fibra $\langle 010\rangle//DT$ nos estados solubilizado e deformado a -196 , 25 e 200°C dos aços 304L e 316L .

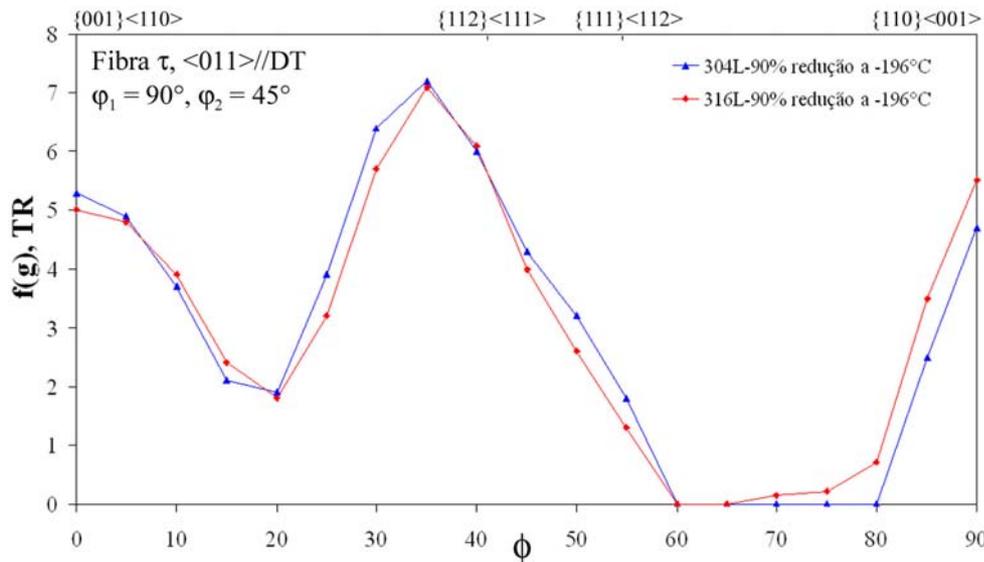


Figura 4.35 – Textura de fibra τ , $\langle 011\rangle//DT$ nos estados solubilizado e deformado a -196 , 25 e 200°C dos aços 304L e 316L .

As figuras 4.36 e 4.37 apresentam as fibras α_{CCc} , $\langle 011 \rangle // \text{DL}$, e γ , $\langle 111 \rangle // \text{DN}$, da martensita no aço 304L deformado a -196 e 25°C e no aço 316L deformado a -196°C .

No aço 304L deformado a -196°C , a fibra α_{CCc} , $\langle 011 \rangle // \text{DL}$, foi mais intensa, com a componente forte $\{223\} \langle 110 \rangle$, enquanto na amostra deformada a 25°C a intensidade é menor e a componente forte é próxima de $\{112\} \langle 110 \rangle$. No aço 316L deformado a -196°C , esta fibra apresentou o mesmo comportamento que no aço 304L. No aço 316L deformado a 25°C esta fibra não apareceu, talvez porque a quantidade de martensita α' é muito baixa para desenvolver esta textura.

A fibra γ , $\langle 111 \rangle // \text{DN}$, apresentou o mesmo comportamento nos dois aços deformados a -196°C com a componente forte $\{111\} \langle 231 \rangle$, sendo mais intensa no 316L. No aço 304L deformado a 25°C o comportamento é muito semelhante ao deformado a -196°C , mas a intensidade é muito baixa.

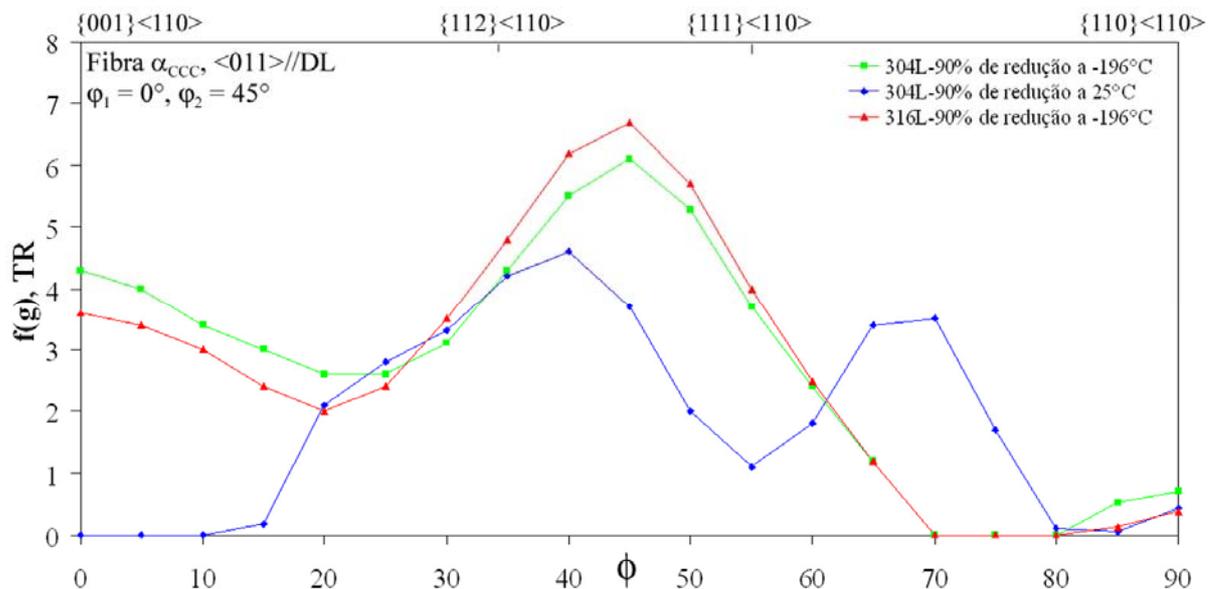


Figura 4.36 – Textura de fibra α_{CCc} , $\langle 011 \rangle // \text{DL}$ nos estados deformado a -196 , 25°C dos aços 304L e 316L.

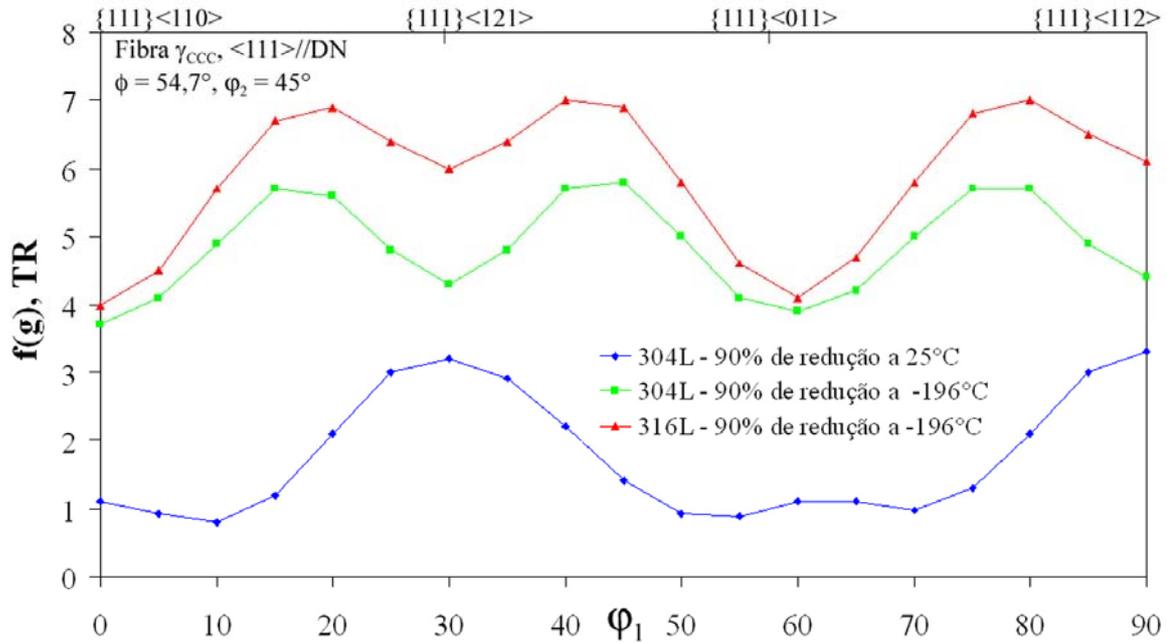


Figura 4.37 – Textura de fibra γ , $\langle 111\rangle//DN$ nos estados deformado a -196, 25°C dos aços 304L e 316L.

A textura de laminação a frio dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L laminados a -196 e 25°C é característica dos materiais CFC com baixa e média EDE. A textura da austenita nos aços foi caracterizada pela componente latão, B- $\{110\}\langle 211\rangle$, e Goss, G- $\{110\}\langle 001\rangle$, que são texturas típicas de materiais CFC com baixa EDE [57, 84, 89, 97]. A textura tipo cobre, C- $\{112\}\langle 111\rangle$, característica de materiais com EDE intermediária, apareceu só para deformações severas, como é o caso da laminação no nitrogênio líquido. A textura destes aços laminados a morno, 200°C, foi caracterizada pelas componentes cubo, $\{100\}\langle 010\rangle$, e $\{032\}\langle 010\rangle$.

A textura da martensita dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L laminados a -196 e 25°C é característica dos materiais CCC, determinada por duas fibras: $\{hkl\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle uvw\rangle$ [89].

4.4 Estudo da reversão da martensita α' e da recristalização

O estudo da reversão da martensita α' e da recristalização foi realizado nos dois aços com a deformação máxima, próxima de 90% de redução na espessura, a -196, 25 e 200°C, em temperaturas entre 200 e 900°C para um tempo de recozimento de 1 hora. As amostras

deformadas a 100°C não foram recozidas, pois elas apresentaram porcentagens de martensita α' relativamente altas, principalmente no aço 304L, portanto o estudo da reversão e recristalização não apresentaria diferenças significativas.

4.4.1 Reversão da martensita

As figuras 4.38 e 4.39 apresentam as curvas de reversão da martensita α' em função da temperatura de recozimento para os dois aços deformados nas três temperaturas. A temperatura da reversão da martensita α' nos dois aços para as diferentes temperaturas de deformação não apresentou diferenças significativas. Pode-se dizer que a martensita α' reverte (50% de reversão) em austenita aproximadamente a $550 \pm 20^\circ\text{C}$, para o tempo de recozimento de 1 hora. Esta faixa de temperatura está abaixo da temperatura de recristalização.

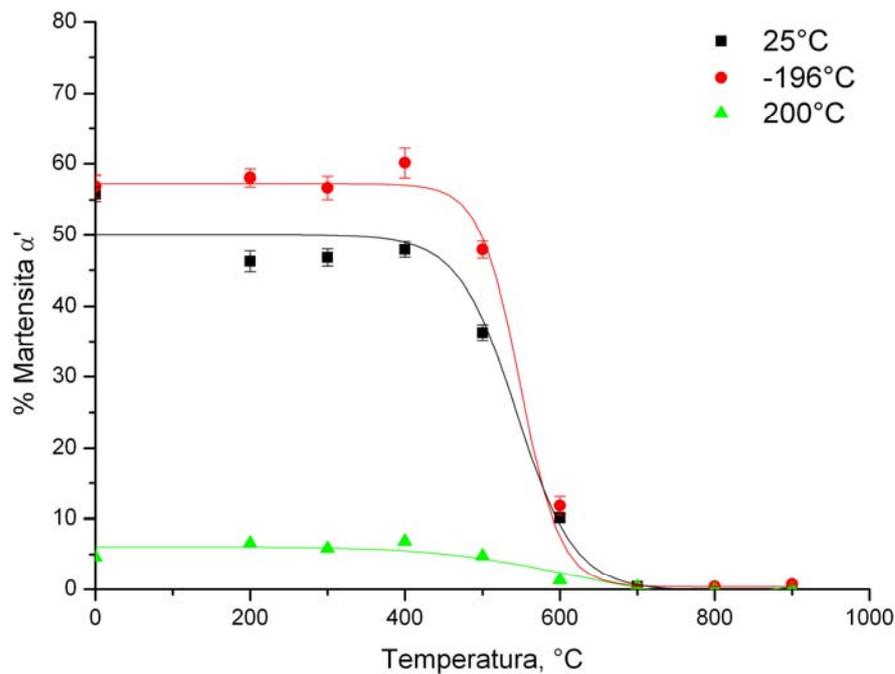


Figura 4.38 – Curvas de reversão da martensita α' do aço 304L para uma redução de espessura de aproximadamente 90% a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora.

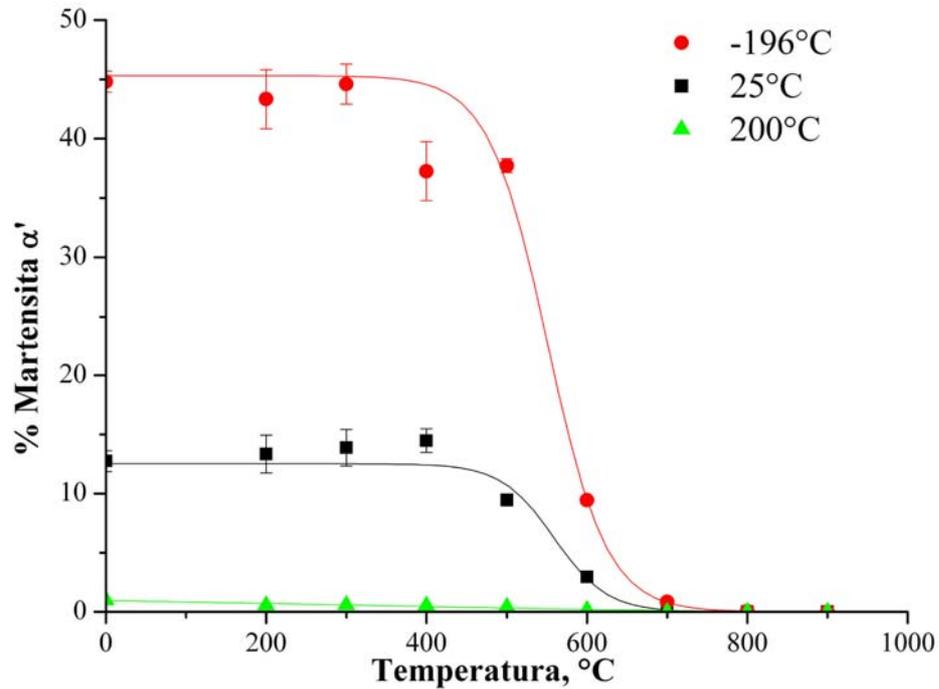


Figura 4.39 – Curvas de reversão da martensita α' do aço 316L com uma redução da espessura de aproximadamente 90% a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora.

A figura 4.40 apresenta as curvas reversão da martensita α' dos aços 304L e 316L deformados 90% em cada temperatura. Após o recozimento, o aço 304L, nas três temperaturas de deformação, apresentou maiores quantidades de martensita α' que o aço 316L. A reversão da martensita α' (50% de reversão) para austenita nos dois aços, para as três temperaturas de deformação, aconteceu por volta de 520°C, concluindo-se que as diferenças na composição química dos aços e a quantidade de martensita α' pouco influem na temperatura de reversão. Resultados semelhantes são apresentados na literatura [47, 108].

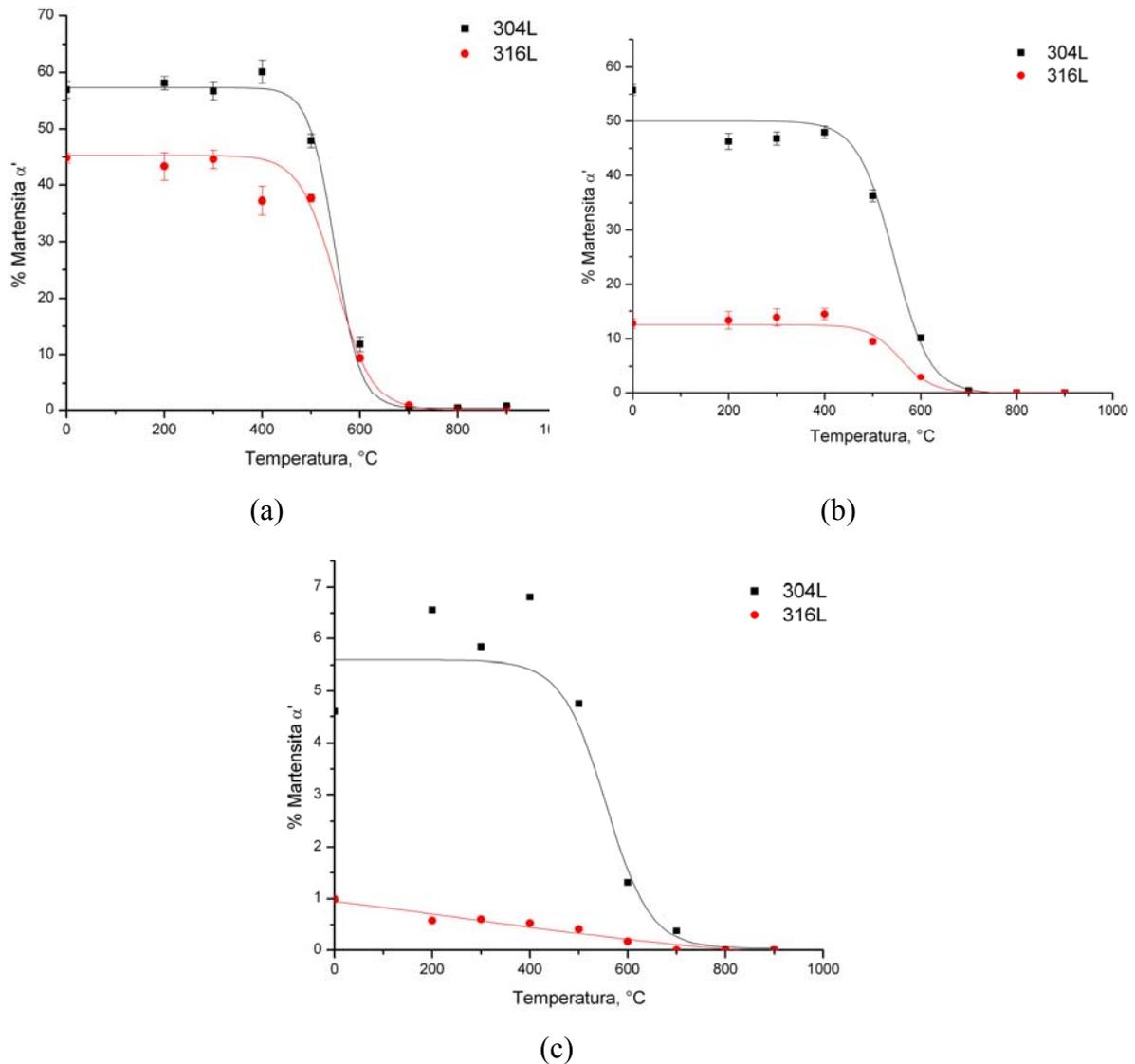
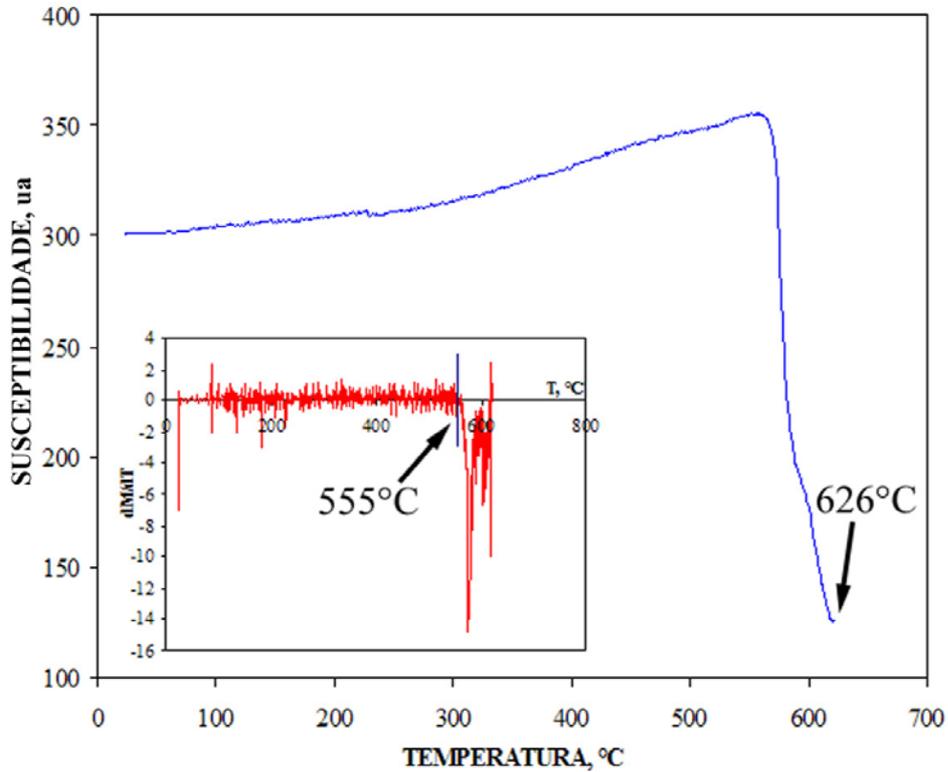


Figura 4.40 – Curvas de reversão da martensita α' dos aços 304L e 316L deformados 90% a (a) -196°C , (b) 25°C , (c) 200°C , para o tempo de recozimento de 1 hora.

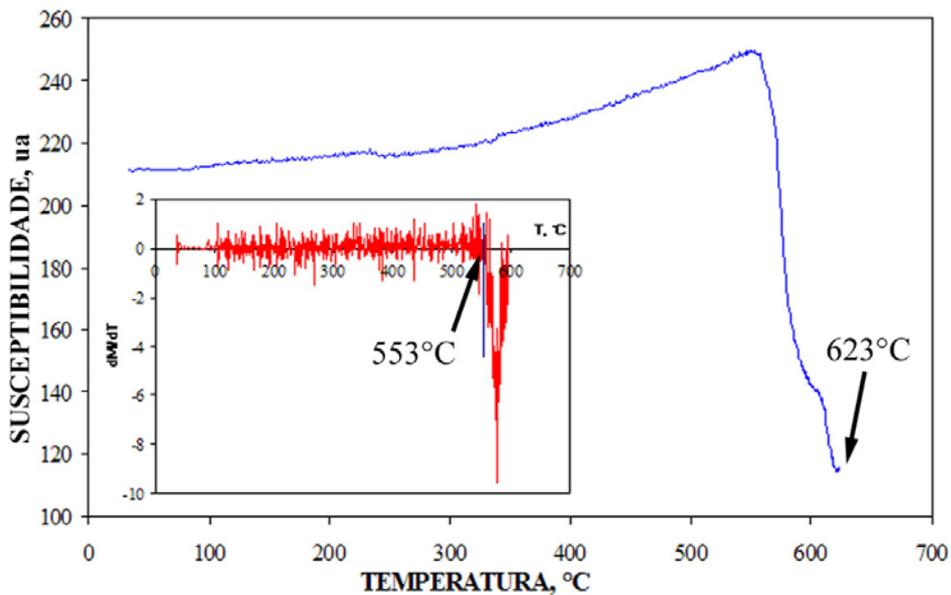
As figuras 4.41 e 4.42 apresentam as curvas de análise termomagnética do aço 304L e 316L com uma redução de 90% na espessura deformado a -196 e 25°C . Na curva de análise termomagnética, a temperatura onde a susceptibilidade cai bruscamente, ou seja, a magnetização começa a decrescer, é a temperatura de início da transformação, A_s , e o fim da curva é a temperatura onde a transformação terminou, A_f , nessa temperatura a magnetização é igual a zero.

As curvas de análise termomagnética apresentam um aumento da susceptibilidade com o aumento da temperatura até a temperatura de Curie, este efeito é conhecido como efeito Hopkinson [109]. Depois deste aumento inicial, então a susceptibilidade decresce. A descontinuidade da curva de susceptibilidade no decrescimento com o aumento da

temperatura possivelmente é devido ao mecanismo de cisalhamento que está acontecendo na reversão da martensita α' . Uma descontinuidade semelhante foi observada nos ensaios de dilatometria do AIA tipo ABNT 304 [49].

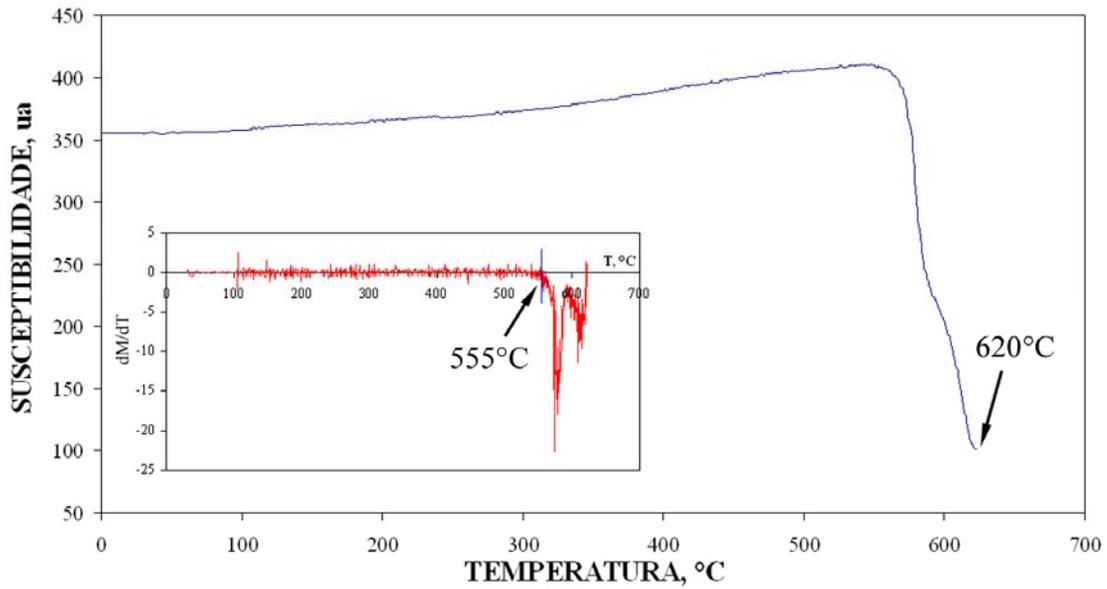


(a)

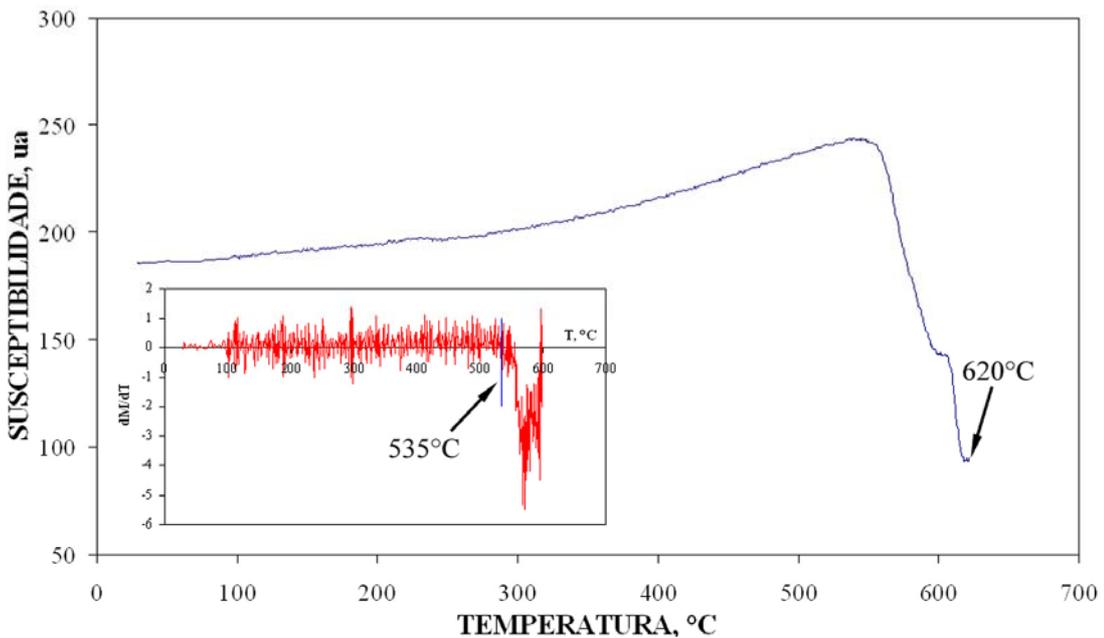


(b)

Figura 4.41 – Curvas de análise termomagnética para os aços (a) 304L e (b) 316L deformados 90% na espessura a -196°C .



(a)



(b)

Figura 4.42 – Curvas de análise termomagnética para os aços (a) 304L e (b) 316L deformados 90% na espessura a 25°C.

As curvas de análise termomagnética mostram que a região da transformação, onde a martensita α' se transforma em austenita, está entre 530 e 620°C, para os dois aços nas diferentes temperaturas de deformação. A temperatura de início da reversão da martensita α' , A_s está entre 530 e 550°C e a temperatura onde a transformação terminou, A_f , está aproximadamente a 620°C. As temperaturas obtidas para a reversão da martensita α' ,

determinadas usando TMA, são semelhantes às apresentadas na literatura [45, 48, 108], que por sua vez concordam com as determinadas por outros métodos [47, 64].

A figura 4.43 apresenta a taxa de variação da martensita α' com a temperatura de recozimento ($d\alpha'/dT$) versus a temperatura de recozimento para os dois aços nos diferentes estados de deformação. A temperatura para 50% de reversão da martensita α' esta próxima de 550°C para os dois aços, e dependendo da quantidade de martensita que será revertida a área embaixo da curva é maior. Por exemplo, a curva para a deformação a 200°C nos dois aços, onde a quantidade de martensita α' é muito baixa, é quase horizontal, enquanto para a deformação a -196°C, onde a quantidade de martensita α' é maior, apresenta uma área maior. Observa-se mais uma vez que a composição química e a quantidade de martensita α' têm pequena influência na temperatura de reversão da martensita α' para austenita.

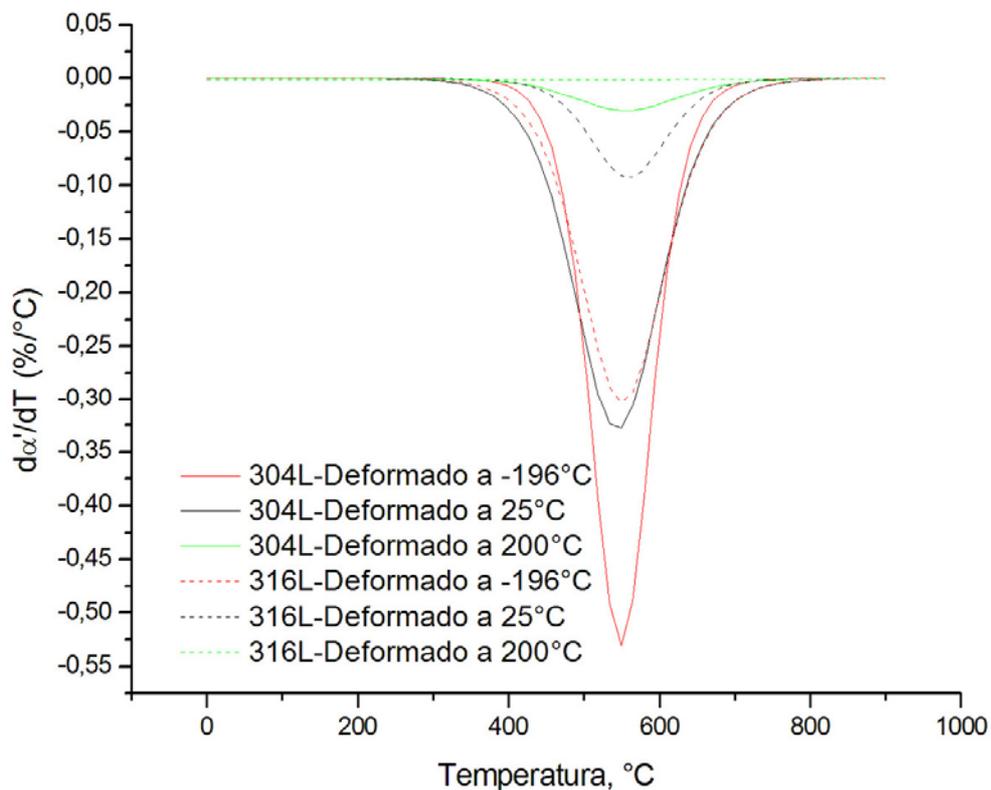


Figura 4.43 – Taxa de variação da martensita α' ($d\alpha'/dT$) versus a temperatura de recozimento para os dois aços nos diferentes estados de deformação.

4.4.2 Amolecimento ou amaciamento

Os valores de dureza das amostras recozidas por 1 hora, para aproximadamente 90% de redução na espessura nas três temperaturas, -196, 25 e 200°C, são plotados em função da

temperatura de recozimento, entre 200 e 900°C, obtendo-se assim as curvas mostradas nas figuras 4.44 e 4.45.

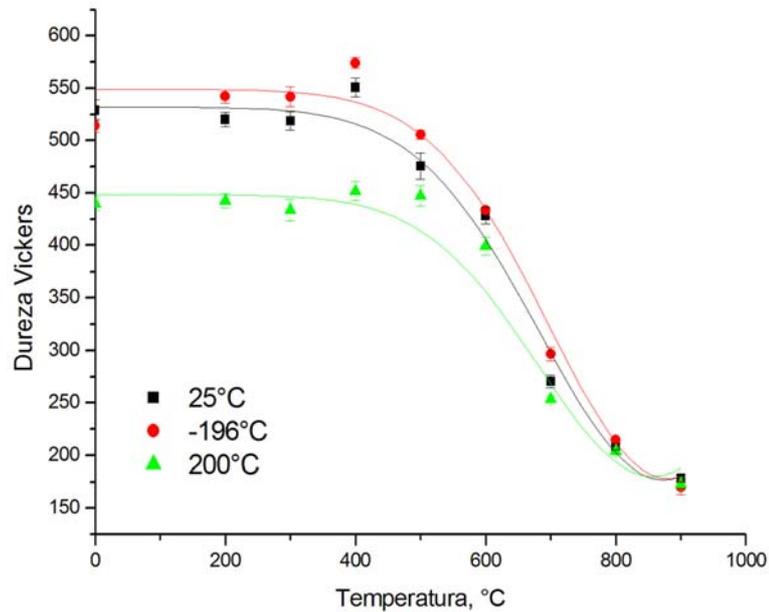


Figura 4.44 – Curvas de amolecimento do aço 304L com 90% de redução na espessura a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora.

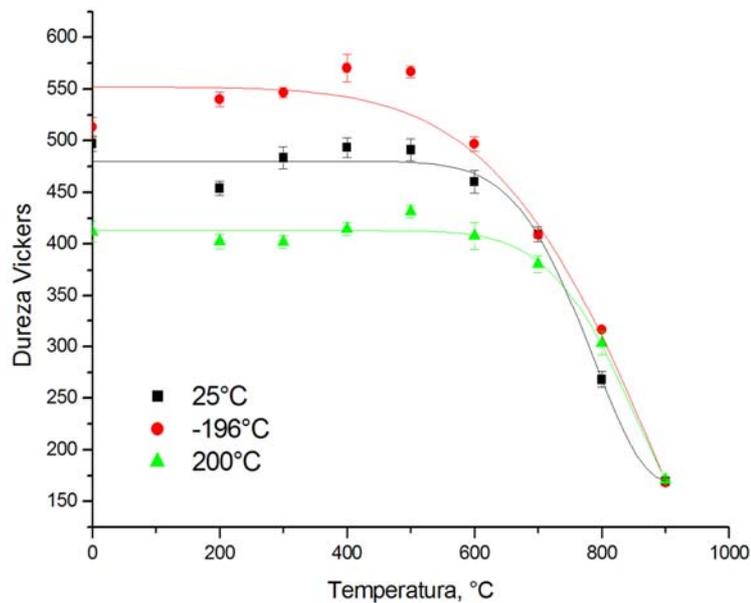


Figura 4.45 – Curvas de amolecimento do aço 316L com 90% de redução na espessura a -196, 25 e 200°C, para o tempo de recozimento de 1 hora.

O decréscimo da dureza no aço 304L começa a 500°C, enquanto para o aço 316L começa depois de 600°C. A deformação na temperatura sub-zero apresentou maiores durezas em toda a faixa de temperaturas de recozimento nos dois aços.

A figura 4.46 apresenta de maneira comparativa as curvas de amolecimento dos aços 304L e 316L deformados aproximadamente 90% em cada temperatura de deformação. A dureza nas temperaturas de recozimento inferiores a 600°C foi maior no aço 304L comparada com a do aço 316L nas deformações a 25 e 200°C; depois de 600°C a dureza do aço 316L é maior para todas as temperaturas de deformação, -196, 25 e 200°C, o que sugere uma maior resistência do aço 316L para recrystalizar. De uma maneira geral pode-se afirmar que, o aço 304L apresenta, em comparação com o aço 316L, maior energia armazenada na deformação e, portanto, maior potencial termodinâmico para a recrystalização. Enquanto, nos dois aços deformados a -196°C a dureza foi muito semelhante nas temperaturas de recozimento inferiores a 500°C, acima dessa temperatura o comportamento é o mesmo que para as deformações a 25 e 200°C.

As figuras 4.47 e 4.48 apresentam as microestruturas para três temperaturas de recozimento, 500, 700 e 900°C, do aço 304L deformado 90% a 25°C e do aço 316L deformado 90% a -196°C. A microestrutura ao nível da microscopia óptica para os dois aços depois do recozimento é muito semelhante para todas as temperaturas de deformação, -196, 25 e 200°C.

Os dois aços recozidos a 500 e 700°C por 1 hora apresentaram uma microestrutura predominantemente não recrystalizada, podendo-se notar a presença de bandas de deformação. O recozimento a 900°C por 1 hora produz uma microestrutura totalmente recrystalizada nos dois aços. A temperatura de recrystalização está acima de 750°C. Este resultado é muito semelhante aos resultados apresentados na literatura [1, 44, 47], enquanto outros autores encontraram que a recrystalização acontece na faixa de 950 a 1000°C [62, 64].

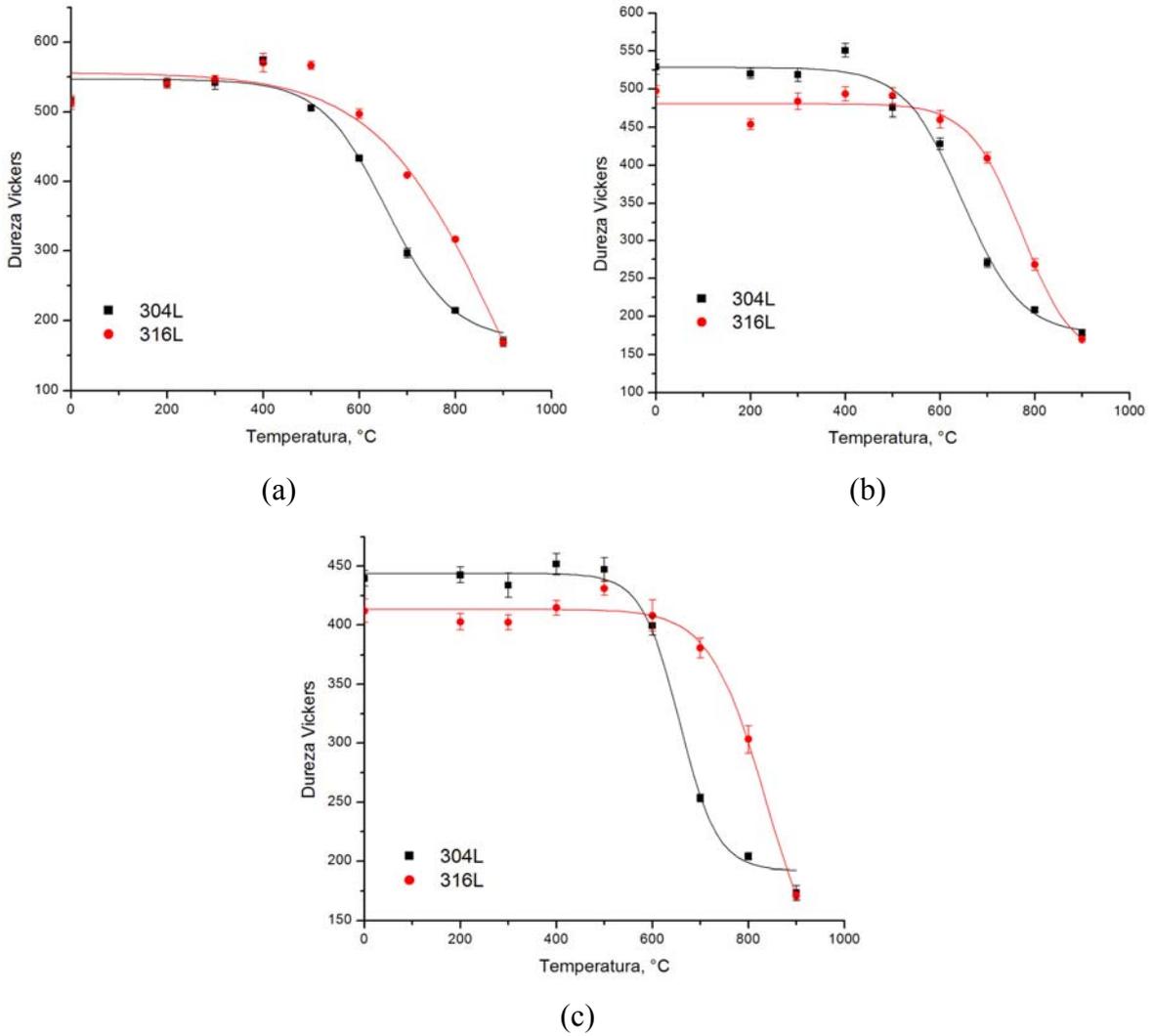


Figura 4.46 – Curvas de amolecimento dos aços 304L e 316L deformados 90% a (a) -196°C , (b) 25°C , (c) 200°C , para o tempo de recozimento de 1 hora.

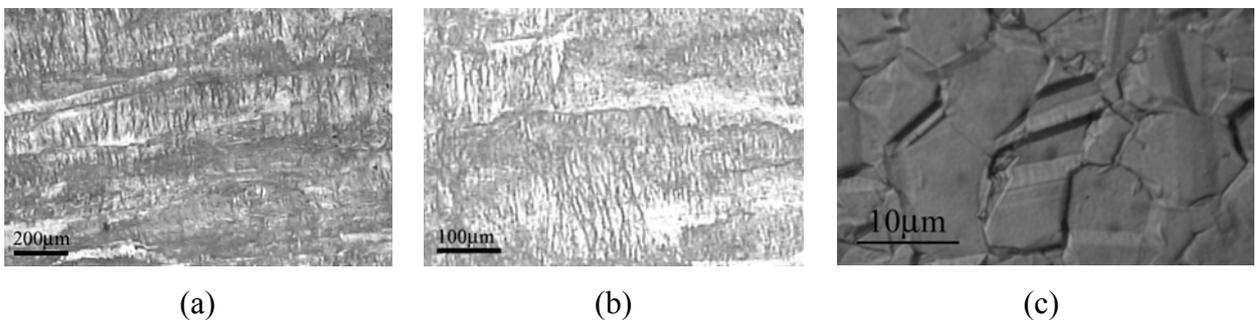


Figura 4.47 – Microestrutura do aço 304L deformado 90% a 25°C e recozido a (a) 500°C , (b) 700°C e (c) 900°C por 1 hora, na direção normal à direção longitudinal.

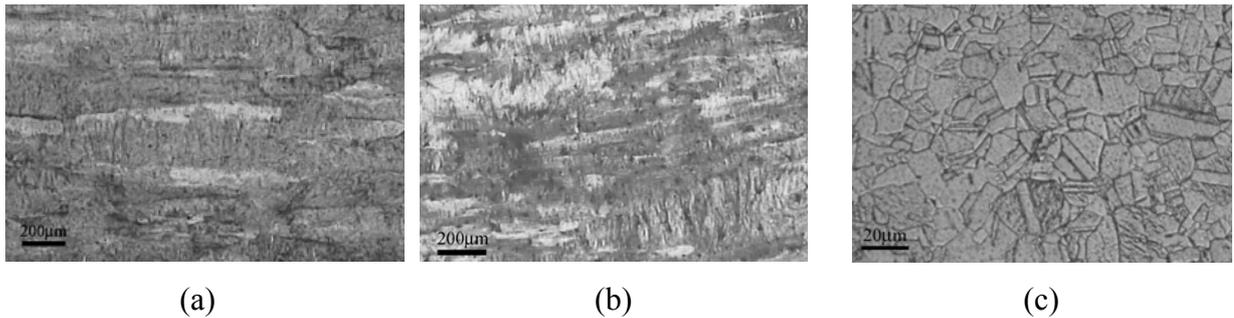


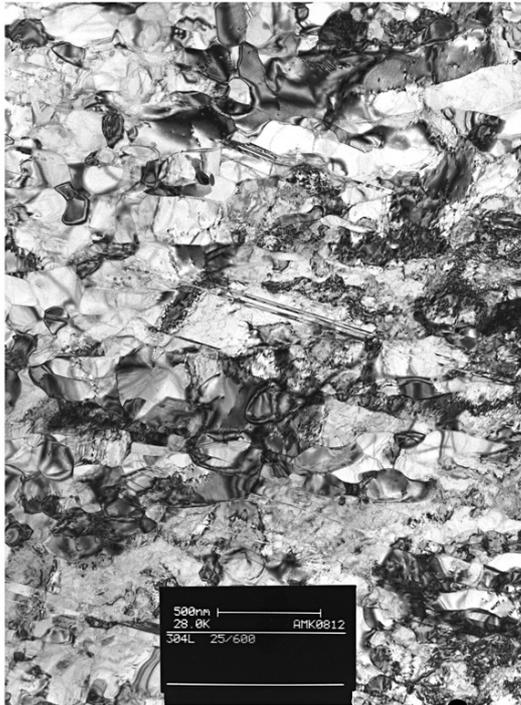
Figura 4.48 – Microestrutura do aço 316L deformado 90% a -196°C e recozido a (a) 500°C , (b) 700°C e (c) 900°C por 1 hora, na direção normal à direção longitudinal..

As figuras 4.49 e 4.50 apresentam alguns resultados obtidos por microscopia eletrônica de transmissão nos dois aços deformados a 25°C e recozidos a 600°C . Nos dois aços observaram-se uma microestrutura com grãos deformados, martensita α' e muitos subgrãos com dimensões nanométricas. Isto é confirmado pelos anéis presentes nos padrões de difração de elétrons dos dois aços nas figuras 4.49d e 4.50d.

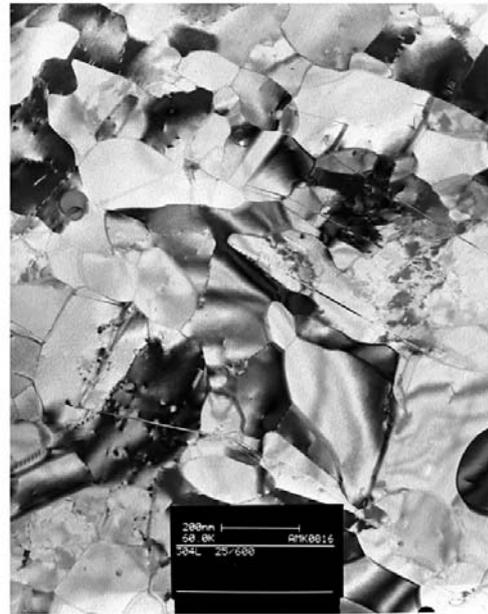
Em geral, a microestrutura dos aços depois do recozimento a 900°C é caracterizada por grãos recristalizados equiaxiais completamente austeníticos e maclas de recozimento. O tamanho de grão médio dos aços 304L e 316L nos diferentes estados após o tratamento de recozimento a 900°C , é apresentado na tabela 4.10. O tamanho de grão recristalizado varia com a temperatura de deformação, os aços deformados a 200°C onde a porcentagem de martensita α' é inferior a 5% apresentaram o maior tamanho de grão. O aço 304L deformado a -196 e 25°C , que possui porcentagem de martensita α' muito semelhante, aproximadamente 55%, apresentaram tamanho de grão semelhante. O aço 316L deformado a -196°C apresentou maior tamanho de grão em relação ao mesmo aço deformado a 25°C , a porcentagem de martensita α' no primeiro estado foi maior, 45%, em relação à deformação a 25°C , 25,8%, concluindo-se que para maiores quantidades de martensita α' o tamanho de grão recristalizado é menor.

TABELA 4.10 – Tamanho de grão recristalizado (μm) dos aços inoxidáveis 304L e 316L com deformação, de aproximadamente 90%, a -196 , 25 e 200°C e recozimento a 900°C .

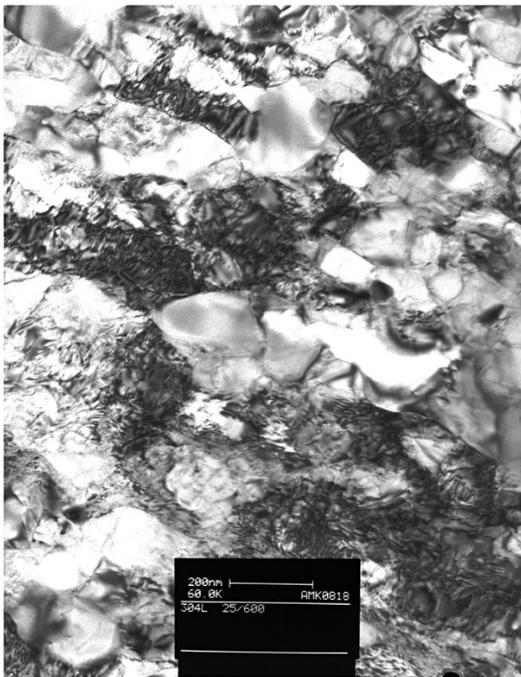
AÇO	Tamanho de grão recristalizado (μm) para as diferentes temperaturas de deformação		
	-196°C	25°C	200°C
304L	$9,6 \pm 1,0$	$9,4 \pm 1,1$	$18,0 \pm 2,7$
316L	$10,2 \pm 1,0$	$26,6 \pm 2,3$	$28,4 \pm 2,2$



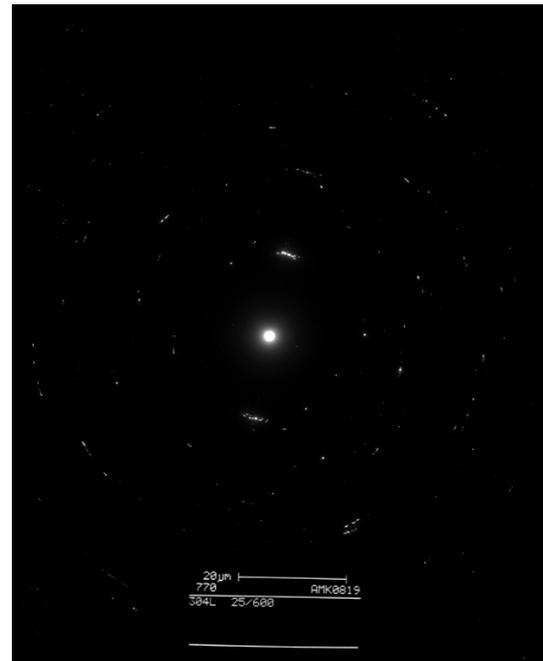
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.49 – Microestrutura do aço 304L deformado 90% a 25°C e recozido 600°C por 1 hora, obtidas por microscopia eletrônica de transmissão. A figura (d) é o padrão de difração de elétrons da austenita da figura (c).

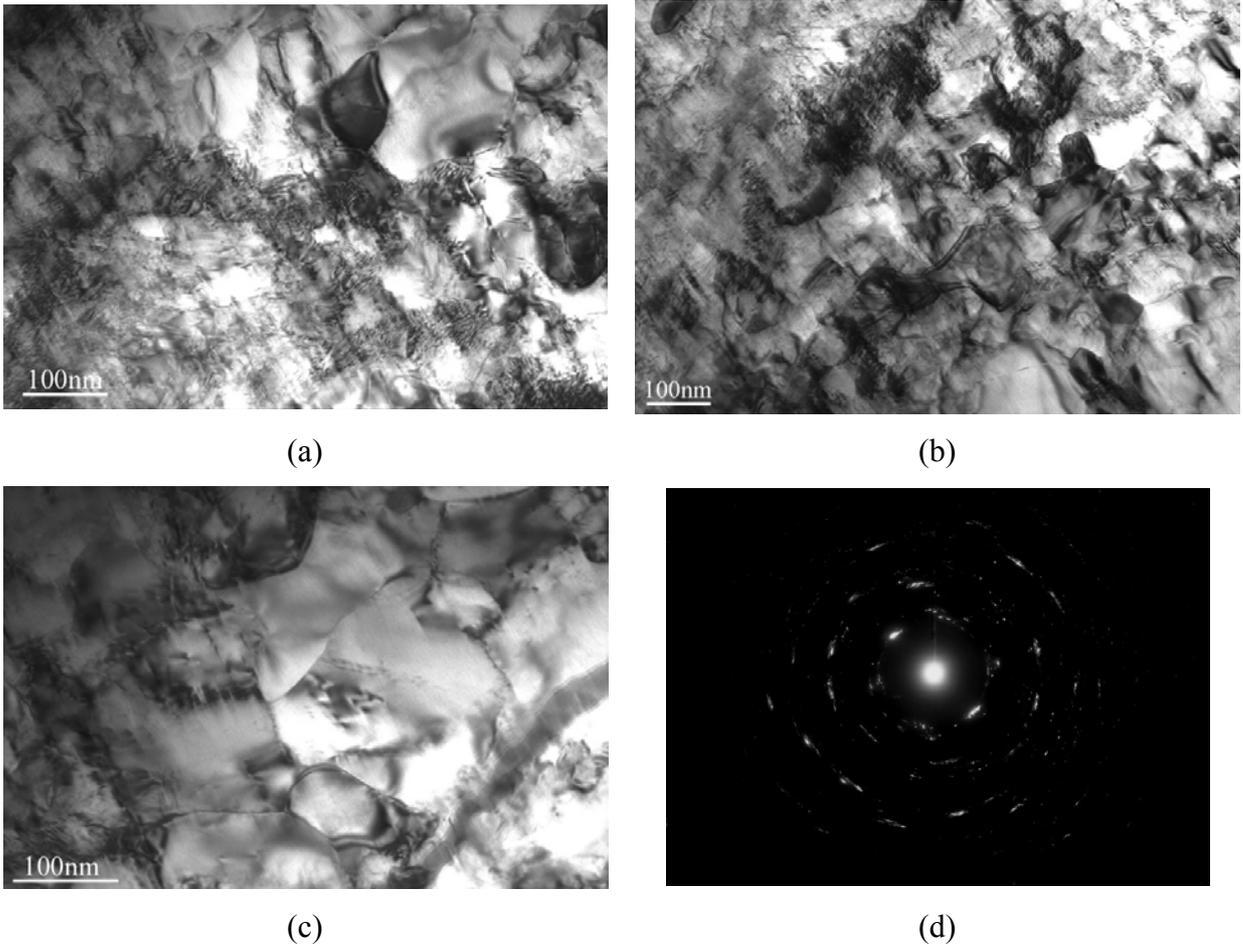


Figura 4.50 – Microestrutura do aço 316L deformado 90% a 25°C e recozido 600°C por 1 hora, obtidas por microscopia eletrônica de transmissão. A figura (d) é o padrão de difração de elétrons da austenita da figura (c).

As curvas de amolecimento em geral não são suficientes para determinar a temperatura de início da recristalização, porque o amolecimento devido à recuperação e os estágios iniciais de recristalização podem se sobrepor. A temperatura para ter 50% de recristalização e a temperatura final podem ser obtidas a partir dos dados de dureza determinando-se a derivada dH/dT e plotando esta contra a temperatura de recozimento [111]. A figura 4.51 apresenta a taxa de variação da dureza com a temperatura de recozimento (dH/dT) versus a temperatura de recozimento.

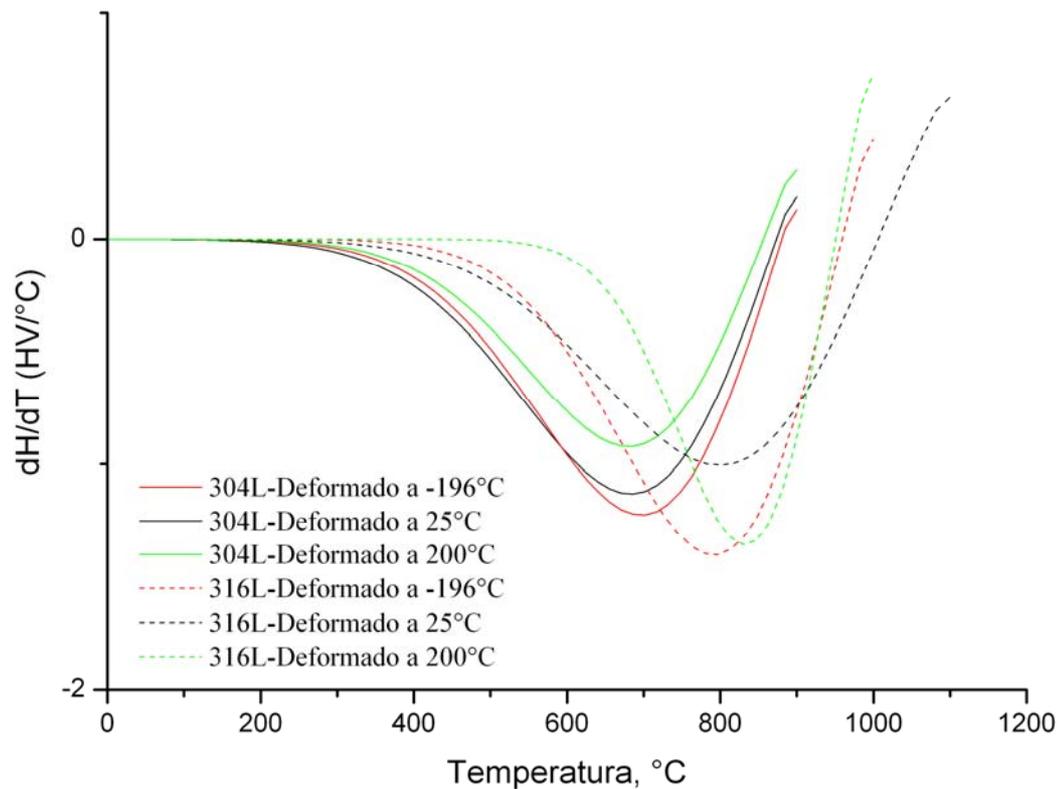
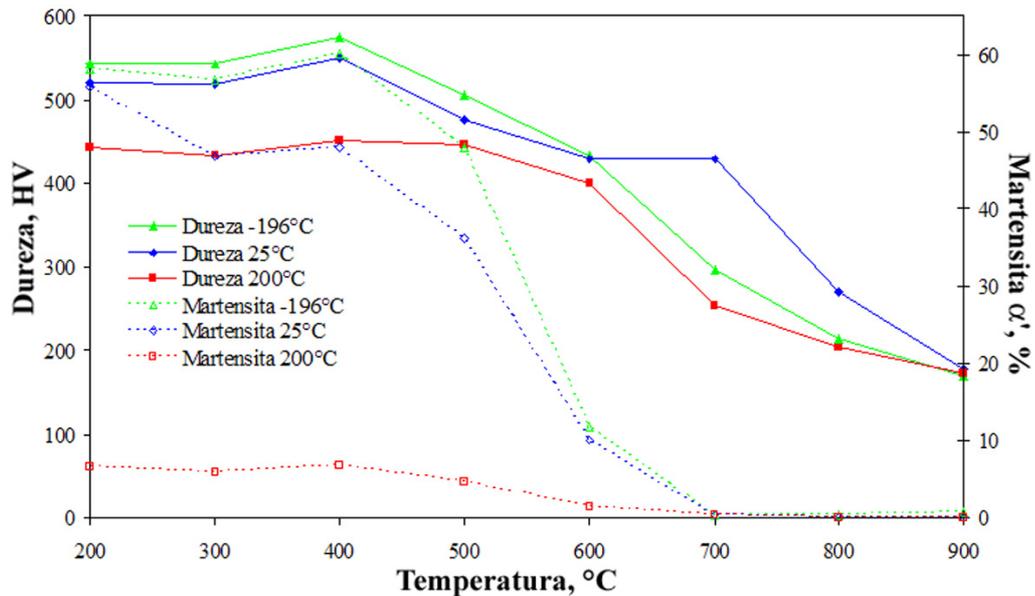


Figura 4.51 – Taxa de variação da dureza versus a temperatura de recozimento para os dois aços nos diferentes estados de deformação.

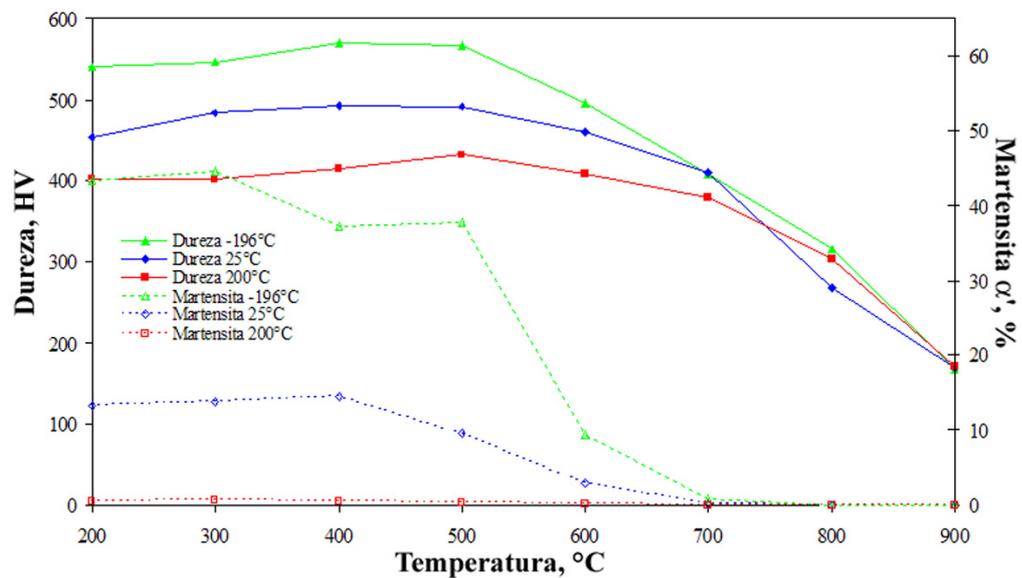
A temperatura para 50% de recrystalização no aço 304L é 700°C e para o aço 316L é 800°C, demonstrando-se que a recrystalização no aço 304L aconteceu mais facilmente. Uma das razões para que o aço 304L tenha uma rápida recrystalização pode ser sua baixa EDE, pois ele possui uma maior energia armazenada que age como potencial termodinâmico para a recrystalização. Yang e Spruiell [36] mostraram experimentalmente que a temperatura de início da recrystalização nos aços inoxidáveis austeníticos é mais rápida com o decrescimento da EDE.

A quantidade de martensita α' no estado deformado não influi na temperatura de recrystalização, pois a deformação a 200°C apresentou baixa quantidade de martensita α' , mas a temperatura de recrystalização é muito semelhante à da deformação a -196°C que apresentou quantidades de martensita α' superiores a 50% nos dois aços. A figura 4.52 apresenta a variação da dureza e da martensita α' para as diferentes temperaturas de recozimento, observou-se que o decrescimento da martensita α' não influi significativamente na dureza do material, então pode-se concluir que a recrystalização não depende da porcentagem de martensita α' , mas principalmente da energia armazenada na deformação na forma de defeitos

crystalinos. Observa-se nestas figuras que a % de martensita α' e a dureza aumentam levemente a 400°C nos dois aços, para em seguida decrescer. Este comportamento já foi reportado por outros autores [26, 43], mas ainda não existe uma explicação consensual ao respeito.



(a)



(b)

Figura 4.52 – Curvas da variação da dureza e da martensita α' deformados 90% a -196, 25 e 200°C, com a temperatura de recozimento, para o tempo de recozimento de 1 hora, para o aço (a) 304L e o aço (b) 316L.

4.4.3 Macrot textura de recristalização

A textura resultante do recozimento foi investigada nas amostras deformadas 90% a -196, 25 e 200°C e recozidas a 500 e 900°C durante 1 hora. A textura foi estudada usando Função de Distribuição de Orientação, FDO. As figuras 4.53 a 4.55 apresentam a Função de Distribuição de Orientação, FDO, do aço 304L nas três condições de deformação após recozimento a 500 e 900°C. As amostras deformadas a -196 e 25°C e recozidas a 500°C apresentaram as duas fases, austenita e martensita α' , enquanto, as recozidas a 900°C, as deformadas a 200°C e recozidas a 500 e 900°C apresentaram apenas austenita.

No aço 304L deformado a -196°C e recozido a 500°C, a austenita apresentou as fibras α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, com as componentes B- $\{011\} \langle 211 \rangle$ e G- $\{011\} \langle 100 \rangle$ mais fortes, TR = 7,8 e a fibra τ , $\langle 011 \rangle // TD$, com a componente C- $\{112\} \langle 111 \rangle$ mais intensa. A martensita apresentou as fibras γ , $\langle 111 \rangle // DN$, e α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // DL$ intensas e homogêneas, as componentes $\{111\} \langle 132 \rangle$ e $\{112\} \langle 110 \rangle$ foram as mais fortes, TR = 7,1. Após o recozimento a 900°C, a fibra α_{CFC} perdeu sua homogeneidade, apresentando uma componente forte em $\{023\} \langle 100 \rangle$ e a componente C mais fraca (Figura 4.53).

O aço 304L deformado a 25°C e recozido a 500°C por 1 hora apresentou na austenita uma fibra $\langle 010 \rangle // DT$, com a componente fortes próximas ao plano $\{032\}$, TR = 9,9, e as fibras α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, e $\langle 100 \rangle // DL$ e a componente G- $\{011\} \langle 100 \rangle$, mais fracas. A martensita apresentou as componentes $\{001\}$ nas direções $\langle 310 \rangle$ e $\langle 320 \rangle$ e a $\{332\}$ nas direções $\langle 133 \rangle$ e $\langle 023 \rangle$, o tratamento de recozimento diminuiu a intensidade destas componentes, TR=6,3, com relação ao estado deformado (Figura 4.54).

O aço 304L deformado a 25°C e recozido a 900°C apresentou apenas austenita. A textura da austenita apresentou o fortalecimento da fibra α_{CFC} e a fibra $\langle 100 \rangle // DL$ desapareceu, já a fibra $\langle 010 \rangle$ permaneceu invariável (Figura 4.54).

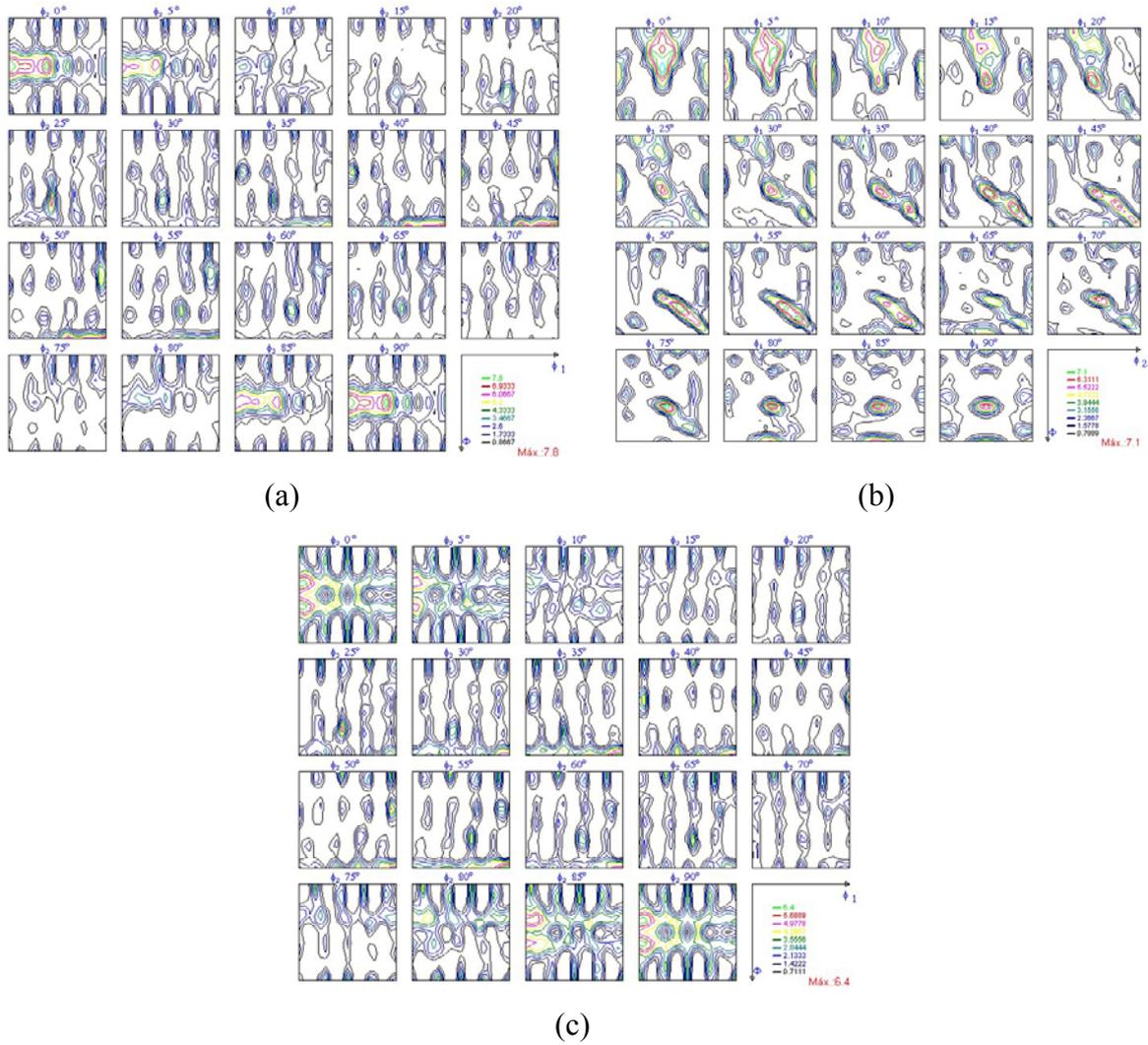


Figura 4.53 – FDO do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a -196°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.

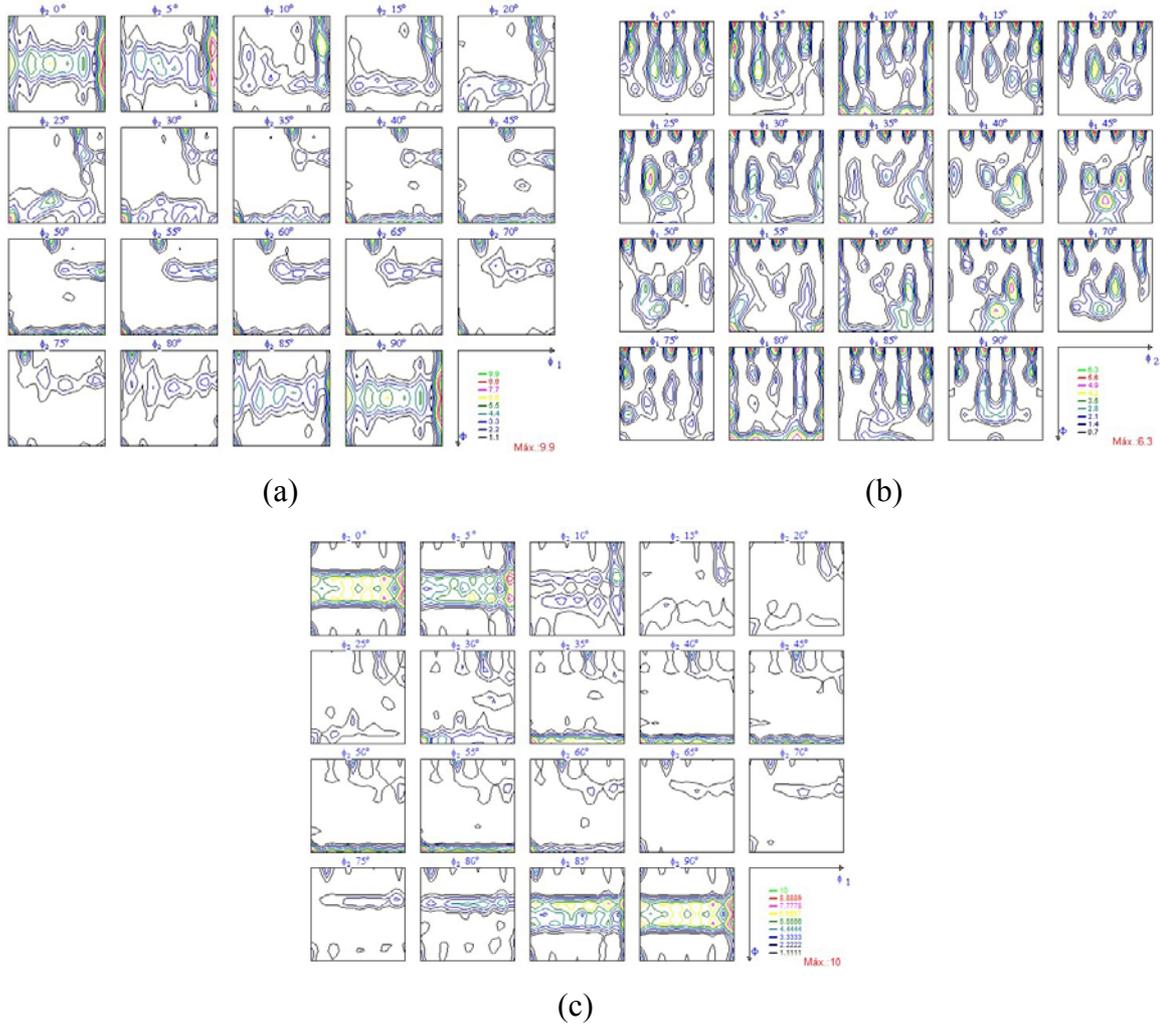


Figura 4.54 – FDO do aço 304L com uma redução de 90% na espessura a 25°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.

O aço 304L deformado a 200°C e recozido a 500°C apresentou na austenita as componentes fortes $\{023\}\langle 032\rangle$, e cubo, $\{100\}\langle 001\rangle$, TR = 5,9, e as fibras α_{CFC} , $\langle 010\rangle//\text{DT}$ e $\langle 100\rangle//\text{DL}$ com baixa intensidade, TR = 4,2. A textura da amostra deformada e recozida a 900°C por 1 hora apresentou um fortalecimento e homogeneização das fibras α_{CFC} , $\langle 100\rangle//\text{DL}$ e $\langle 010\rangle//\text{DT}$, TR = 9,7 (Figura 4.55).

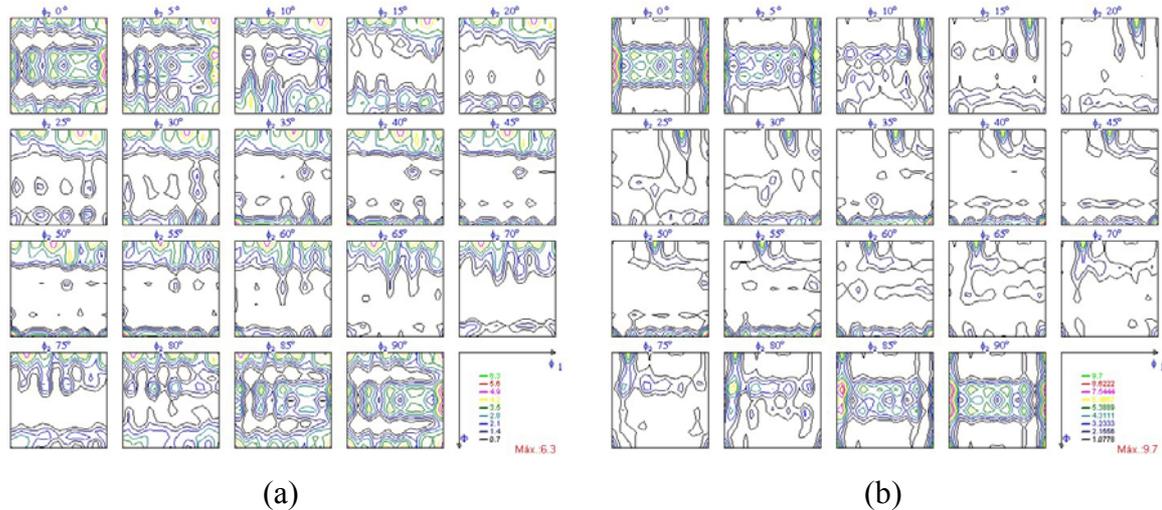


Figura 4.55 – FDO da austenita do aço 304L com uma redução de 88% na espessura a 200°C e tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: (a) 500°C e (b) 900°C.

As figuras 4.56 a 4.58 apresentam a Função de Distribuição de Orientação, FDO, do aço 316L nas três condições de deformação e recozido a 500 e 900°C.

No aço 316L deformado a -196°C e recozido a 500°C, a austenita apresentou uma semi-fibra α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, com as componentes G e B fortes, a fibra $\langle 110 \rangle // DL$ com a componente próxima a $\{112\} \langle 110 \rangle$ forte, $TR = 8,4$, e a fibra τ , $\langle 011 \rangle // DT$, com a componente C forte. A martensita apresentou a fibra γ muito intensa e homogênea, com a componente $\{111\} \langle 121 \rangle$ forte, $TR = 7,4$, e a fibra α_{CCC} muito heterogênea e de baixa intensidade. Após o recozimento a 900°C, a semi-fibra α_{CFC} , $\langle 110 \rangle // DN$, fica mais espalhada e a componente G aumenta sua intensidade, a fibra τ e $\langle 110 \rangle // DL$ continuam presentes (Figura 4.56).

O aço 316L deformado a 25°C e recozido a 500°C apresentou na austenita a fibra $\langle 010 \rangle // DT$, com a componente próxima ao plano $\{032\}$ mais intensa, $TR=9,8$. A martensita apresentou uma textura semelhante à textura de deformação caracterizada por as componentes próximas de $\{001\} \langle 310 \rangle$ e $\{001\} \langle 320 \rangle$ e surgiram as componentes $\{332\} \langle 133 \rangle$ e $\{332\} \langle 023 \rangle$, a intensidade da textura diminuiu com o recozido, $TR = 6,4$. A textura da amostra deformada a 25°C e recozida a 900°C por 1 hora apresentou o surgimento da fibra $\langle 100 \rangle // DL$, com os planos $\{032\}$ e $\{011\}$ mais intenso, e da fibra α_{CFC} fraca; já a fibra $\langle 010 \rangle // DT$ permaneceu invariável (Figura 4.57).

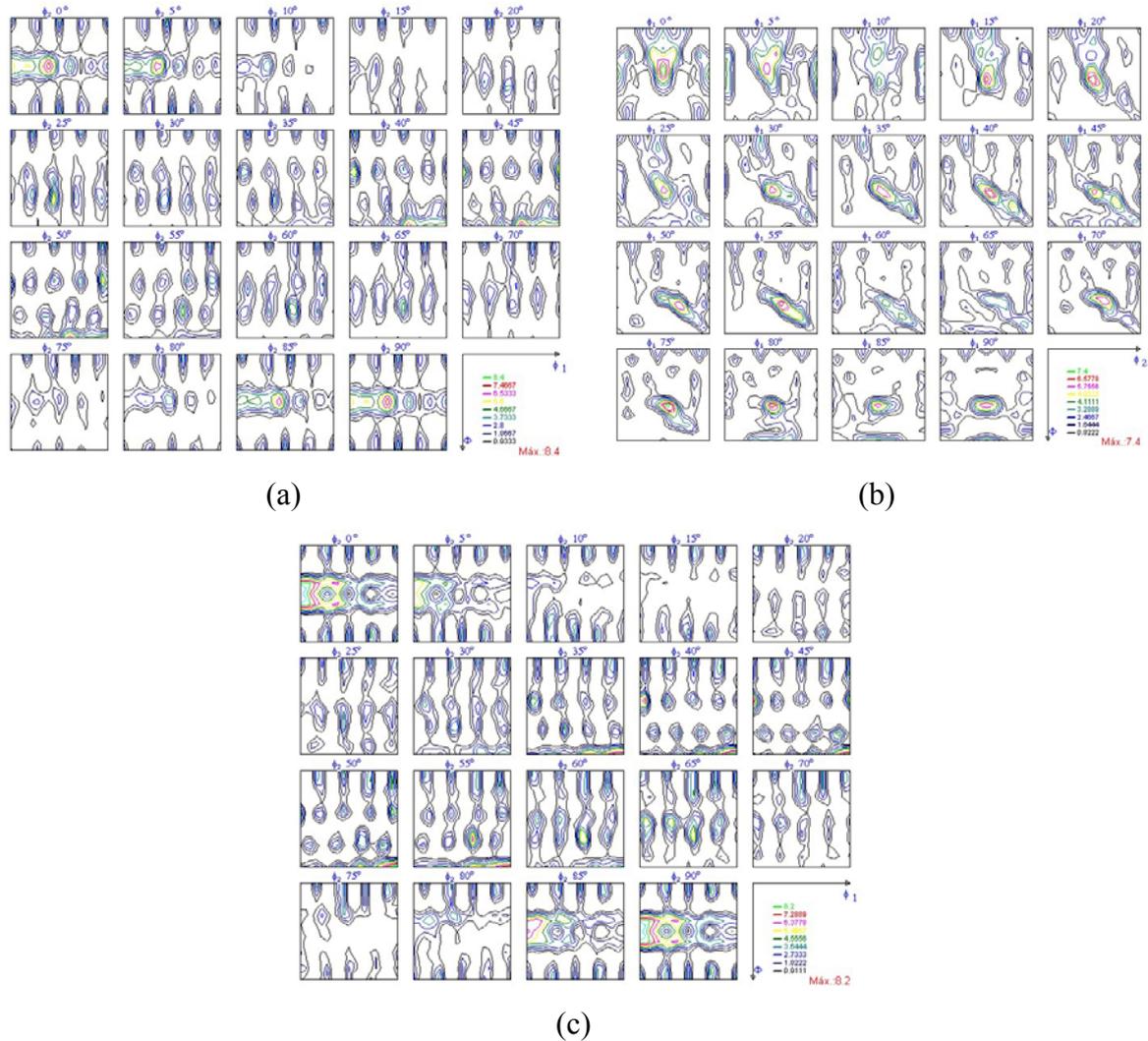


Figura 4.56 – FDO do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a -196°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.

O aço 316L deformado a 200°C e recozido a 500°C apresentou as componentes fortes $\{023\}\langle 032\rangle$, e cubo, $\{100\}\langle 001\rangle$, $\text{TR} = 10$, e as fibras α_{CFC} , $\langle 010\rangle // \text{DT}$ e $\langle 100\rangle // \text{DL}$ com baixa intensidade. A textura da amostra deformada a 200°C e recozida a 900°C por 1 hora apresentou um fortalecimento e homogeneização da fibras α_{CFC} , $\langle 011\rangle // \text{DN}$, com as componentes próximas a $\{011\}$, $\{112\}$ e $\{111\}$ mais intensas, $\text{TR} \approx 9,6$, as fibras $\langle 100\rangle // \text{DL}$ e $\langle 010\rangle // \text{DT}$ desapareceram (Figura 4.58).

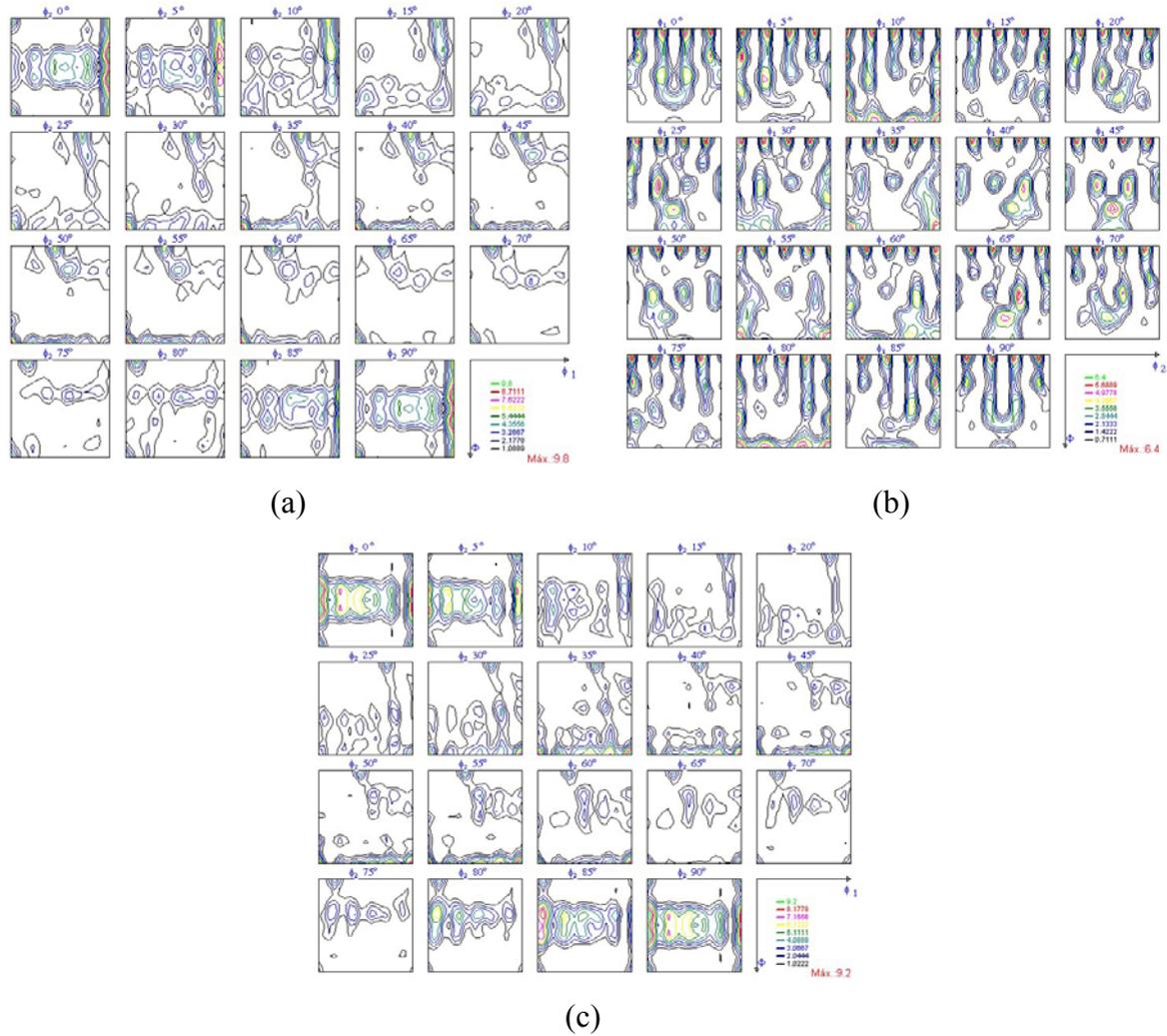


Figura 4.57 – FDO do aço 316L com uma redução de 90% na espessura a 25°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: 500°C (a) austenita e (b) martensita e a 900°C (c) austenita.

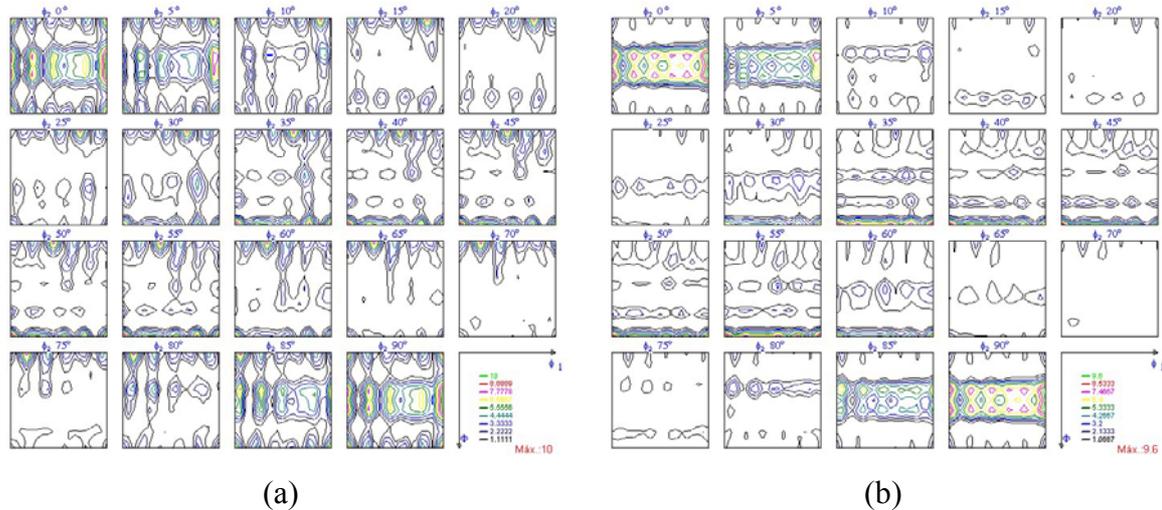
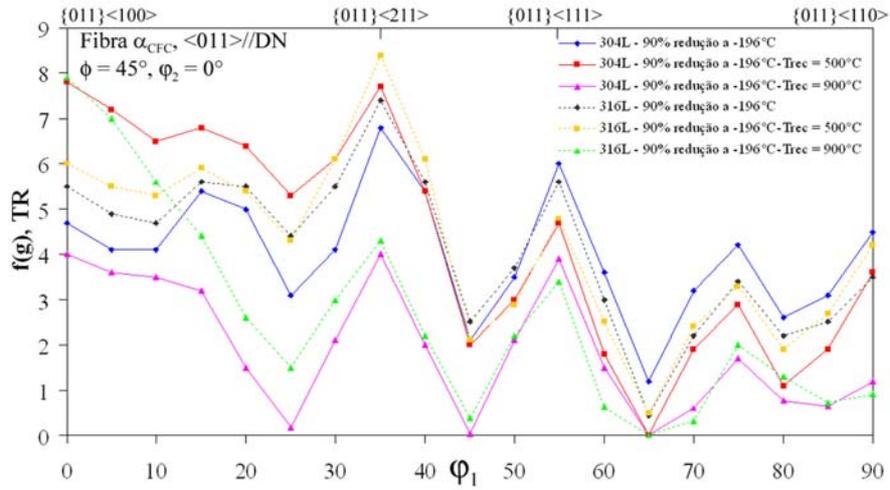


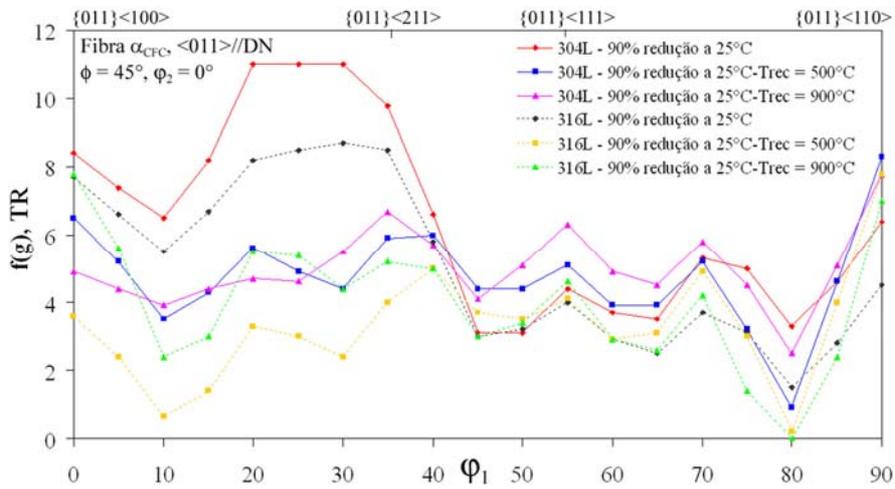
Figura 4.58 – FDO da austenita do aço 316L com uma redução de 86% na espessura a 200°C e um tratamento térmico de recozimento por 1 hora a: (a) 500°C e (b) 900°C.

As figuras 4.59 a 4.62 apresentam a evolução da textura da austenita para os diferentes processos aos que foram submetidos os dois aços, a partir das fibras presentes nos aços.

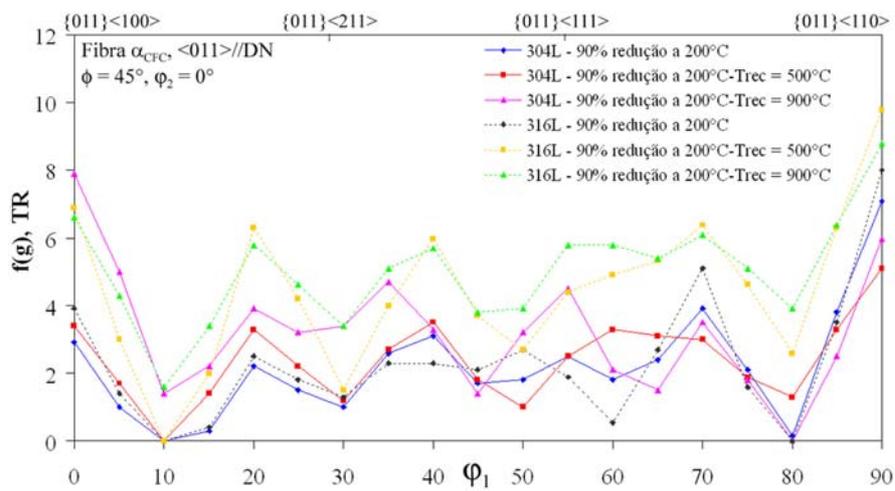
A figura 4.59 apresenta a evolução da fibra α_{CFC} nas diferentes condições de processamento. A fibra α_{CFC} nos dois aços deformados a -196°C aumentou com o recozimento a 500°C, para depois diminuir sua intensidade com o recozimento a 900°C; esta fibra no 316L foi mais intensa que no 304L e as componentes G e B foram as mais fortes para todas as temperaturas (Figura 4.59a). As amostras deformadas a 25°C apresentaram um decréscimo da intensidade da textura com o aumento da temperatura de recozimento, sendo a intensidade da fibra α_{CFC} no aço 304L maior (Figura 4.59b). Observando a componente B nos dois aços percebe-se que com o aumento da temperatura esta componente diminui, possivelmente, devido ao aumento da EDE. Nas amostras deformadas a 200°C o comportamento foi inverso em relação às deformadas a -196 e 25°C, a fibra tornou-se mais intensa com o aumento da temperatura de recozimento, a componente B é fraca, enquanto a componente G incrementou com a temperatura de recozimento (Figura 4.59c).



(a)



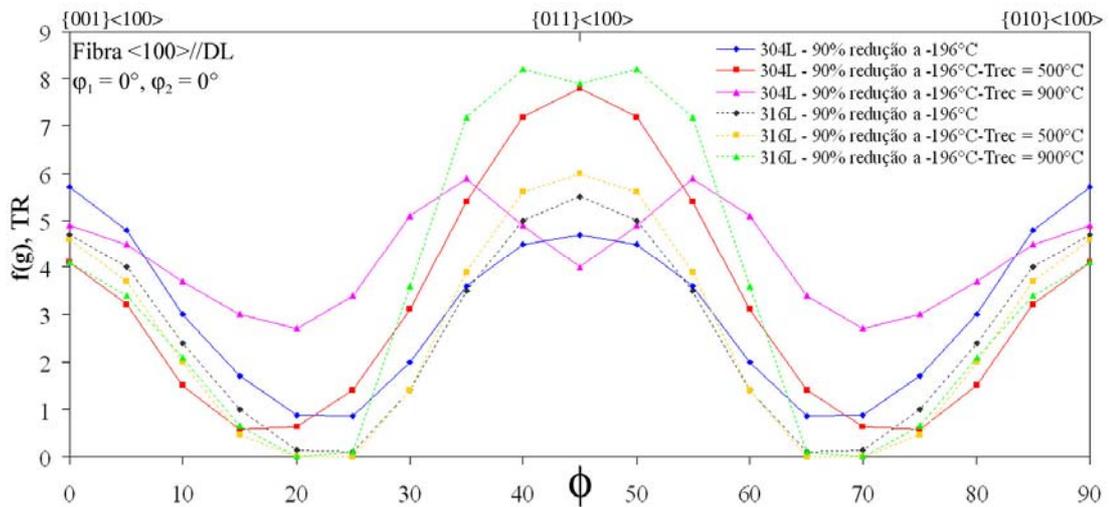
(b)



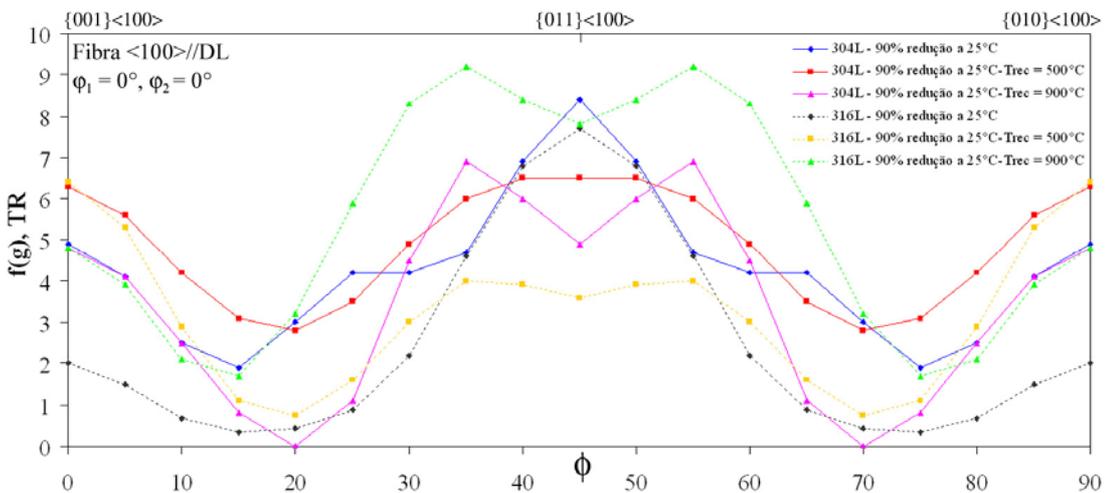
(c)

Figura 4.59 – Evolução de fibra α_{CFC} dos aços 304L e 316L deformados a (a) -196°C , (b) 25°C e (c) 200°C para as diferentes temperaturas de recozimento.

A figura 4.60 apresenta a evolução da fibra $\langle 100 \rangle // \text{DL}$ nas diferentes condições de processamento. A fibra $\langle 100 \rangle // \text{DL}$ no aço 304L deformado a -196°C aumentou sua intensidade com o recozimento a 500°C , para depois diminuir sua intensidade com o recozimento a 900°C , enquanto no aço 316L deformado a -196°C aumentou sua intensidade com a temperatura de recozimento e a componente a G é fortalecida e a cubo diminuiu (Figura 4.60a). No aço 304L deformado a 25°C a intensidade da fibra diminuiu com a temperatura de recozimento, enquanto no aço 316L diminuiu para o recozimento a 500°C e aumentou para o recozimento a 900°C . Nos dois aços a componente G decresceu com o aumento da temperatura de recozimento (Figura 4.60b). Nas amostras deformadas a 200°C , a fibra tornou-se mais intensa com o aumento da temperatura de recozimento, porem a componente $\{011\} \langle 100 \rangle$ não foi a mais intensa (Figura 4.60c).



(a)



(b)

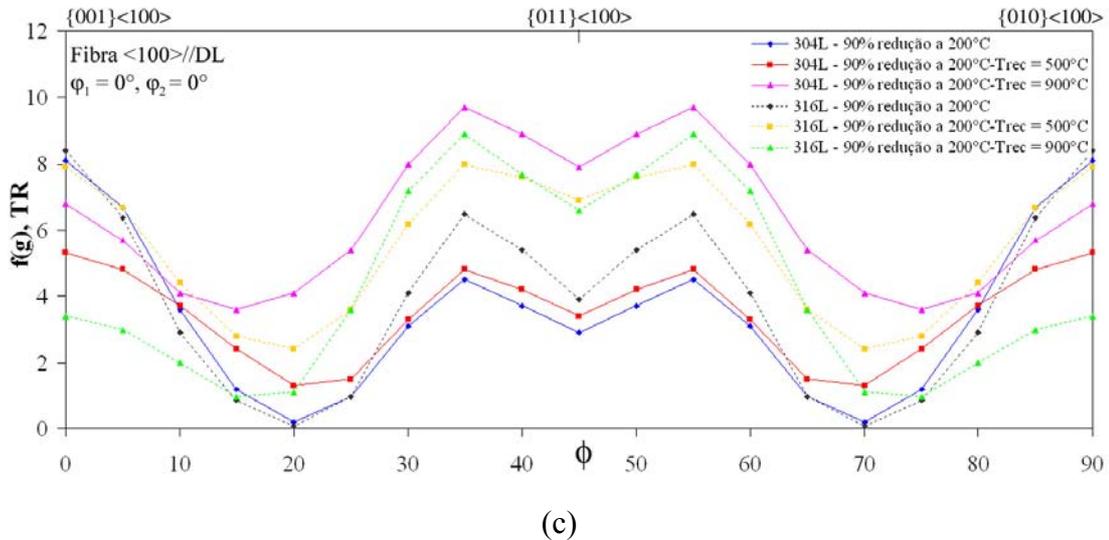
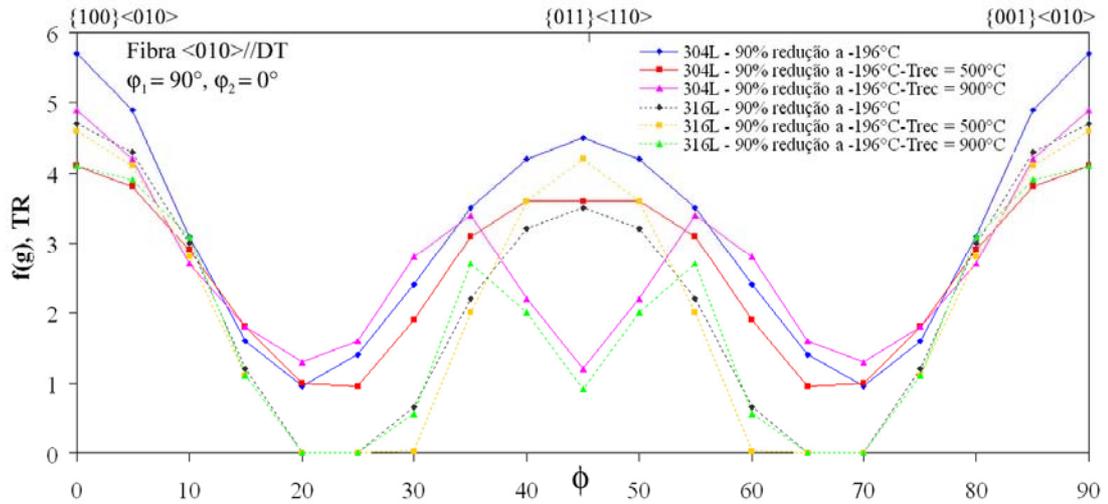


Figura 4.60 – Evolução de fibra $\langle 100 \rangle // DL$ dos aços 304L e 316L deformados a (a) -196, (b) 25 e (c) 200°C para as diferentes temperaturas de recozimento.

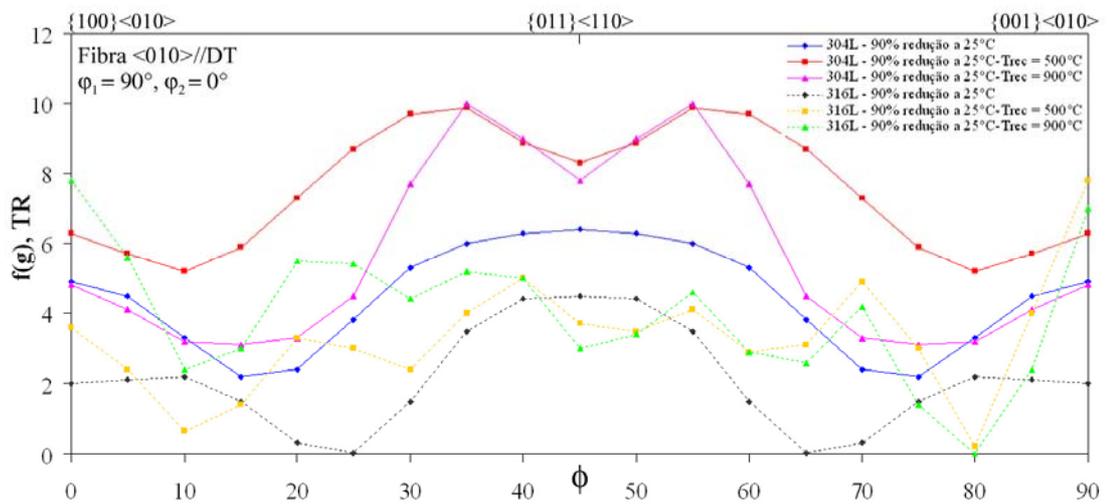
A figura 4.61 apresenta a evolução da fibra $\langle 010 \rangle // DT$ nas diferentes condições de processamento. No aço 304L deformado a -196°C ocorreu uma queda desta fibra com o aumento da temperatura de recozimento e a componente cubo foi a mais intensa para todas as temperaturas de recozimento. Esta fibra no aço 316L deformado a -196°C tornou-se mais intensa com o recozimento a 500°C, para depois ter uma queda de intensidade com o recozimento a 900°C (Figura 4.61a).

Os dois aços deformados a 25°C apresentam um máximo de intensidade no plano, $\{032\}$. Após os recozimentos, a intensidade da fibra se acentua com o aumento da temperatura de recozimento, mas no aço 304L a intensidade da fibra não é homogênea e continua com o plano $\{032\}$ mais intenso, já no aço 316L a intensidade da fibra vai ficando mais homogênea ao longo de ϕ (Figura 4.61b).

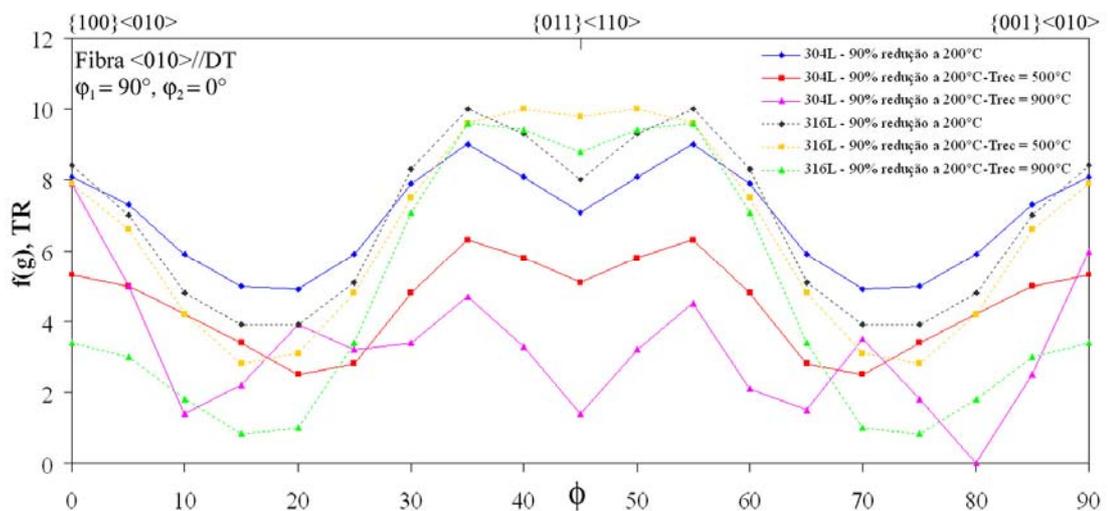
A fibra $\langle 010 \rangle // DT$ nos dois aços deformados a 200°C apresentou comportamentos diferenciados entre si. No aço 304L, a intensidade da fibra diminui com a temperatura de recozimento, enquanto no aço 316L, a fibra não apresenta mudanças significativas (Figura 4.61c)



(a)



(b)



(c)

Figura 4.61 – Evolução de fibra $\langle 010 \rangle // DT$ dos aços 304L e 316L deformados a (a) -196 , (b) 25 e (c) $200^\circ C$ para as diferentes temperaturas de recozimento.

Além destas três fibras, os dois aços deformados a -196°C apresentaram a fibra τ , $\langle 011 \rangle // \text{DT}$ (Figura 4.62). A textura de deformação permaneceu, mas diminuiu com a temperatura de recozimento nos dois aços, as componentes C e G foram as mais intensas.

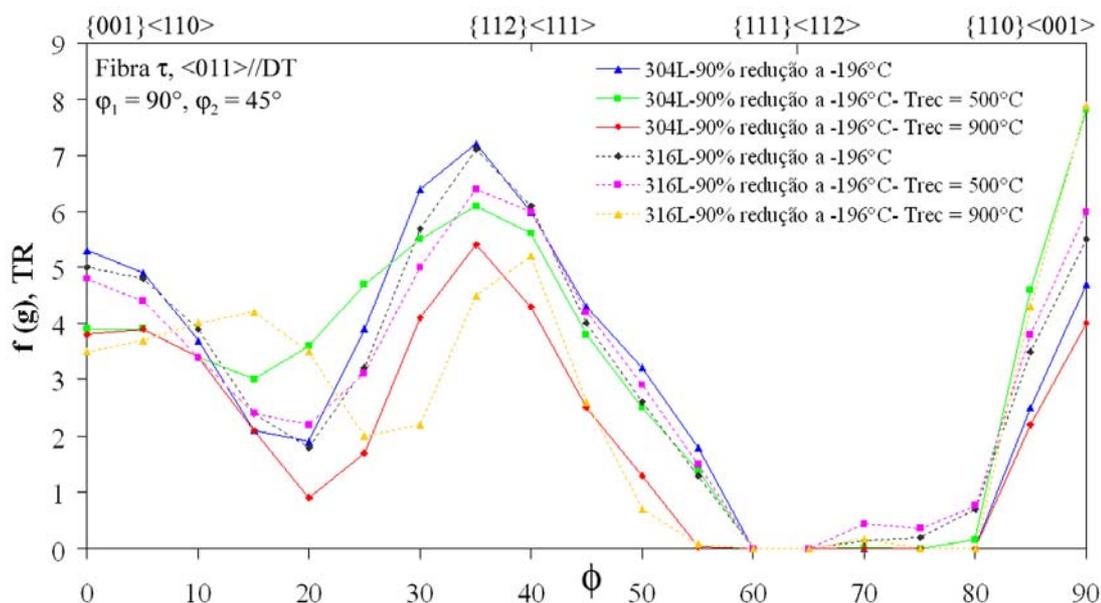


Figura 4.62 – Evolução de fibra τ , $\langle 011 \rangle // \text{DT}$ dos aços 304L e 316L deformados a -196°C para as diferentes temperaturas de recozimento.

As figuras 4.63 e 4.64 apresentam a evolução da textura da martensita α' para os dois aços deformados a -196 e 25°C e recozidos a 500°C por 1 hora. A fibra α_{CCC} apresentou o mesmo comportamento após o recozimento nas diferentes amostras, mostrando um aumento na sua intensidade e um pequeno deslocamento, aproximadamente de -5° , da componente forte $\{223\}\langle 110 \rangle$.

A fibra γ apresentou no estado deformado a -196°C o mesmo comportamento nos dois aços, mas ela foi mais intensa no aço 316L. Após o recozimento, a fibra γ aumentou sua intensidade, mas seu comportamento é quase igual nos dois aços. Nestes 4 estados de processamento a componente mais forte foi $\{111\}\langle 231 \rangle$. No aço 304L deformado a 25°C , a fibra γ foi fraca e a componente mais forte encontra-se em $\{111\}\langle 121 \rangle$, após o recozimento esta fibra desapareceu. No aço 316L deformado a 25°C esta fibra não apareceu.

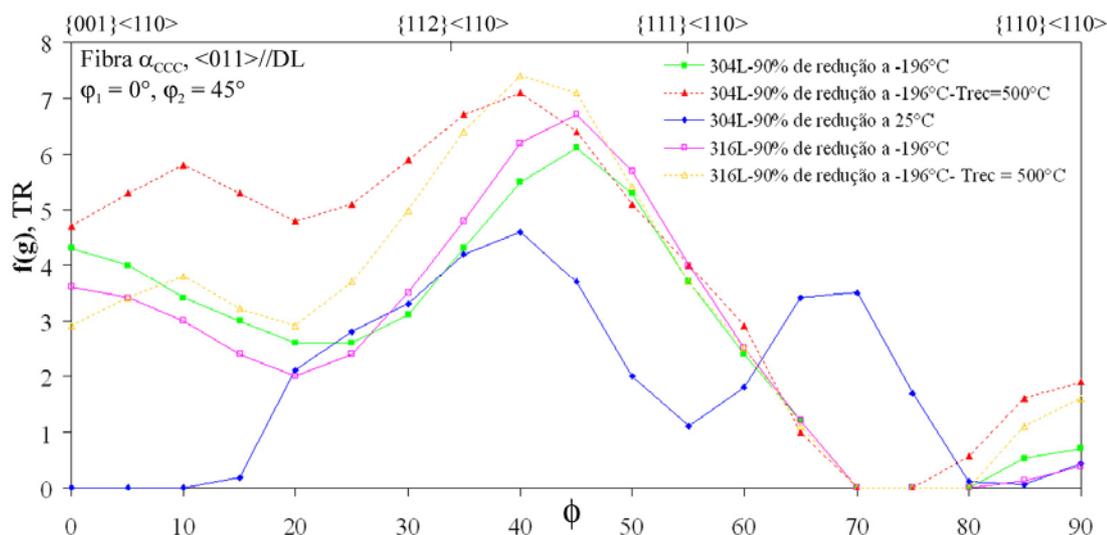


Figura 4.63 – Evolução de fibra α_{CCC} , $\langle 011 \rangle // DL$ dos aços 304L e 316L deformados a -196 e 25°C e recozidos a 500°C por 1 hora.

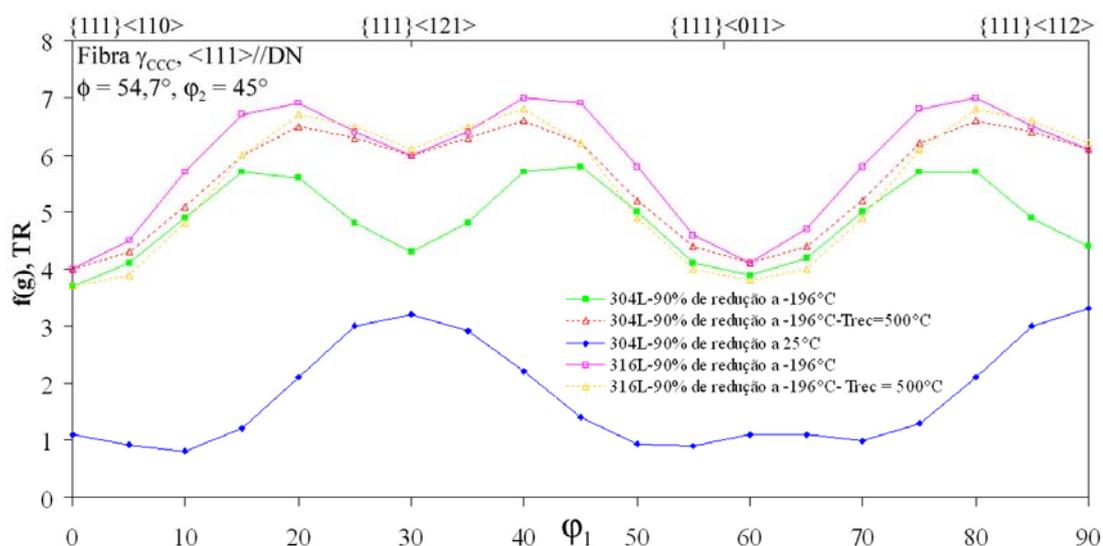


Figura 4.64 – Evolução de fibra γ , $\langle 111 \rangle // DN$ dos aços 304L e 316L deformados a -196 e 25°C e recozidos a 500°C por 1 hora.

A textura de recristalização na austenita nos dois aços é muito semelhante à reportada na literatura [63, 90]. Em geral, a textura de deformação permaneceu para as diferentes temperaturas de recozimento, as componentes principais, G e B, foram mantidas, mas a intensidade dela mudou dependendo do aço e da temperatura de deformação. A textura da martensita após o recozimento não apresentou mudanças significativas, mantendo-se invariável.

4.5 Propriedades mecânicas

Neste item serão apresentados os resultados e discutidos três aspectos do comportamento mecânico dos aços inoxidáveis austeníticos: i) o efeito da temperatura no comportamento em tração; ii) a formação de martensita α' durante o ensaio e iii) as possibilidades de se obter combinações interessantes de propriedades mecânicas via tratamentos mecânicos e térmicos.

4.5.1 Propriedades mecânicas no estado solubilizado a 1100°C.

As propriedades mecânicas dos aços 304L e 316L a -196, 25 e 200°C foram estudadas a partir dos resultados obtidos em ensaios de tração. A tabela 4.11 apresenta os resultados dos ensaios mecânicos e a porcentagem de martensita α' para os aços nas diferentes temperaturas. A figura 4.65 apresenta as curvas tensão - deformação dos aços 304L e 316L para as diferentes temperaturas de ensaio.

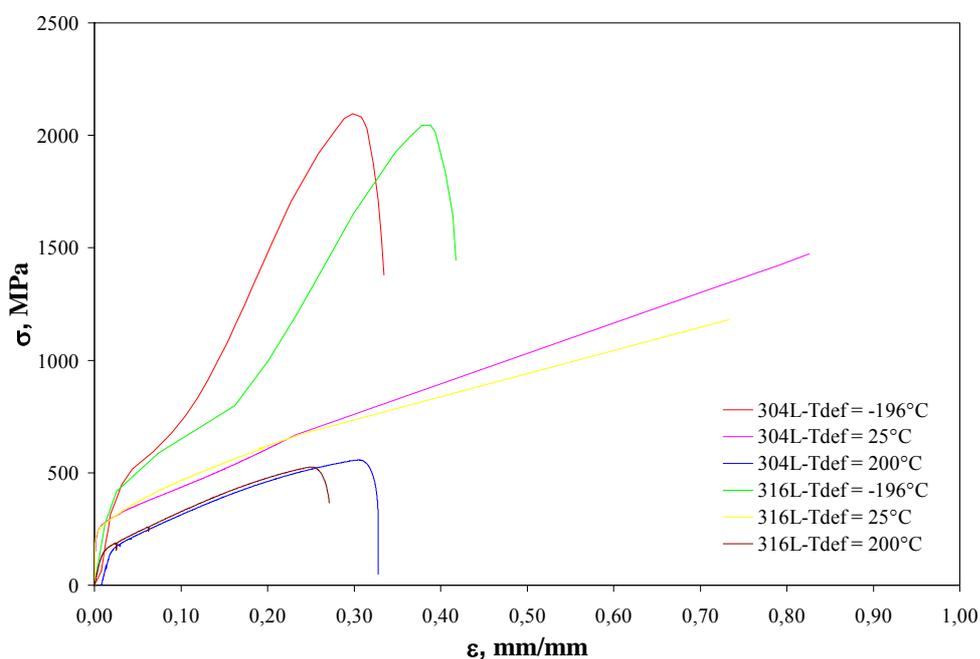


Figura 4.65 – Efeito da temperatura na curva tensão - deformação verdadeira nos aços 304L e 316L.

TABELA 4.11 – Propriedades mecânicas dos aços 304L e 316L solubilizados a 1100°C.

AÇO	T _{ensaio} , °C	LE, MPa	LR, MPa	AL, %	n	K	% Martensita α'
304L	-196	489,0	1252,5	28,54	0,72	4921,3	33,6
	25	223,97	638,7	54,43	0,39	1114,4	31,0
	200	134,77	405,17	35,01	0,48	987,9	-
316L	-196	457,0	1288,2	38,41	0,80	4122,7	29,9
	25	225,7	566,13	54,83	0,34	1068,1	8,0
	200	129,93	405,77	28,84	0,53	1077,8	-

LE = Limite de escoamento; LR = Limite de resistência; AL = Alongamento total; n = Coeficiente de encruamento; K = constante de deformação; % martensita α' na estrição.

As propriedades mecânicas dos aços variaram acentuadamente com a temperatura do ensaio. A -196°C, o aço 304L apresentou maior limite de escoamento, menor limite de ruptura e alongamento em relação ao aço 316L. A 25°C, o comportamento dos aços foi muito semelhante, o limite de escoamento e o alongamento total foram semelhantes, enquanto, o 304L apresentou um maior limite de ruptura, o coeficiente de encruamento, n, também é similar. A 200°C, o limite de escoamento e de ruptura dos dois aços não variaram e o alongamento apresentou uma pequena diferença. A martensita α' , medida na estrição, teve mudanças significativas no aço 316L, aumentando aproximadamente 28% para o ensaio realizado a -196°C; já no aço 304L a temperatura não influenciou na quantidade de martensita α' .

A variação da quantidade de martensita α' em função da deformação durante o ensaio a 25°C é apresentada na figura 4.66. Nos estágios iniciais da deformação a formação de martensita α' é muito baixa. O aço 304L apresentou uma taxa maior de formação desta fase que o aço 316L. Após o limite de escoamento, a formação de martensita α' é mais pronunciada no aço 304L e depois de aproximadamente $\epsilon=0,35\text{mm/mm}$ de deformação, a sua formação atinge um patamar, mantendo-se constante até a ruptura.

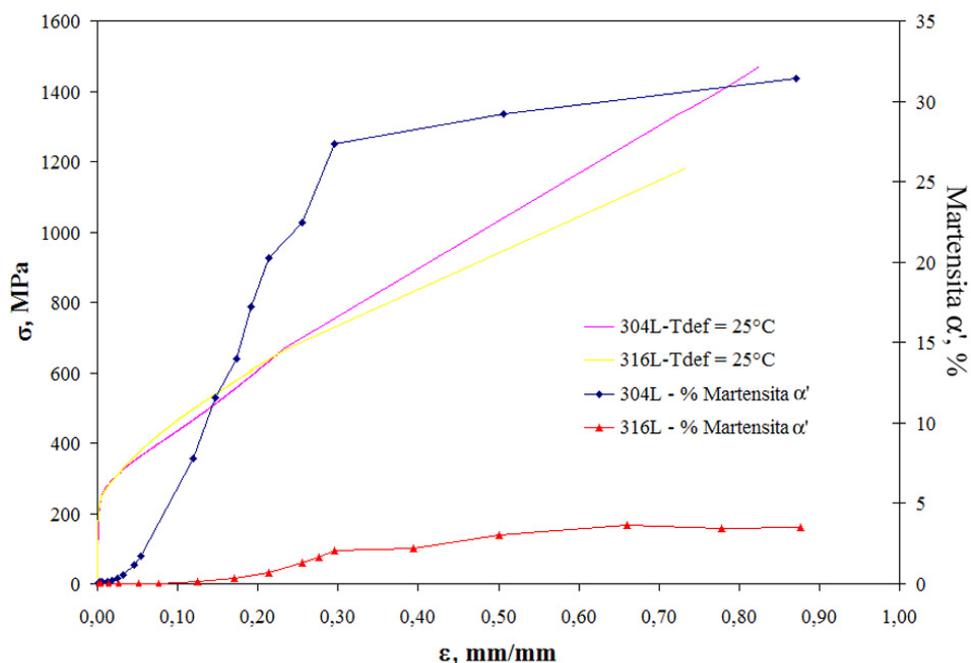


Figura 4.66 – Taxa de transformação da martensita α' em relação à curva de tensão - deformação verdadeira nos aços 304L e 316L.

4.5.2 Propriedades mecânicas depois da laminação a 25°C.

Com o objetivo de melhorar a ductilidade dos aços após uma redução na espessura de aproximadamente 90% a 25°C, foram realizados tratamentos térmicos de recozimento a 600 e 650°C. Das três temperaturas de laminação, -196, 25 e 200°C, foi escolhida a de 25°C porque a laminação a essa temperatura é muito mais fácil de ser realizada industrialmente.

A tabela 4.12 apresenta os resultados dos ensaios mecânicos e da porcentagem de martensita α' para os aços nos diferentes estados. Os aços deformados sem tratamento de recozimento apresentaram um limite de escoamento e de ruptura muito alto, mas o alongamento é baixo. Com o aumento da temperatura de recozimento ambos os limites apresentaram uma queda, mas o alongamento aumentou. A porcentagem de martensita α' não apresentou aumento significativo com a deformação no ensaio de tração nas diferentes amostras.

As propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L após a deformação podem ser melhoradas a partir de tratamentos termomecânicos que diminuam a quantidade de martensita α' , mas que apresentem uma subestrutura de sub-grãos e grãos muito finos. Esta microestrutura pode ser observada nas figuras 4.49 e 4.50.

TABELA 4.12 – Propriedades mecânicas dos aços 304L e 316L depois da laminação a 25°C nos diferentes estados.

AÇO	T _{Recozido} , °C	LE, MPa	LR, MPa	AL, %	% Martensita α'	
					Antes	Depois
304L	-	1517,0	1715,8	3,6	41,1±1,0	44,0±4,3
	600	1208,6	1333,3	5,62	10,8±0,4	11,3±0,5
	650	987,0	1120,7	9,07	5,2±0,9	5,7±0,2
316L	-	1384,03	1679,1	2,99	32,0±2,3	31,9±1,2
	600	1183,81	1344,5	5,61	8,5±0,4	9,8±0,3
	650	1073,99	1305,0	7,99	1,5±0,4	1,3±0

LE = Limite de escoamento; LR = Limite de resistência; AL = Alongamento total; % martensita α' na estrição antes e depois do ensaio.

Os resultados do presente trabalho sugerem que para se obter nos aços inoxidáveis austeníticos combinações atrativas de alta resistência mecânica com ductilidade razoável, por meio de tratamentos termomecânicos, duas diretrizes devem ser observadas: i) durante a deformação grandes quantidades de martensita α' devem ser produzidas e as principais variáveis neste aspecto são a EDE do aço e a quantidade e a temperatura de deformação; ii) durante o recozimento do material encruado deve ocorrer a reversão da martensita α' , mas a recristalização completa deve ser evitada, por meio do controle rigoroso da temperatura e do tempo de recozimento, obtendo-se uma microestrutura muito fina de grãos e sub-grãos. A possibilidade de tratamentos sucessivos de deformação/recozimento é promissora e deve ser explorada em trabalhos futuros.

5. CONCLUSÕES

As principais conclusões deste trabalho são:

- 1) Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304L e 316L apresentaram, na condição “como recebido”, uma microestrutura composta por grãos equiaxiais de austenita, com maclas de recozimento e ilhas de ferrita δ , especialmente no centro da chapa. A porcentagem de ferrita δ presente é maior no aço 316L.
- 2) Os aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L apresentaram uma distribuição de orientação fraca, com um gradiente de textura ao longo da espessura. A textura encontrada é uma textura característica de materiais CFC laminados.
- 3) O tratamento de solubilização produziu o desaparecimento da ferrita δ . A textura apresentou poucas variações.
- 4) O aço 304L apresenta maior endurecimento por deformação para todas as temperaturas de laminação, -196, 25, 100 e 200°C, em relação ao aço 316L. A deformação nas temperaturas sub-zero e ambiente ocasionam encruamento maior que a deformação a morno, nos dois aços.
- 5) A martensita induzida por deformação, α' , aumenta com o grau de deformação para os dois aços a -196, 25 e 100°C. O aço 304L apresenta maior porcentagem de martensita α' , para estas três temperaturas, em relação ao aço 316L. A deformação a -196°C aumentam levemente a porcentagem desta fase no aço 304L, enquanto, no aço 316L, a mesma aumenta em 30%. A 200°C a quantidade de martensita α' formada é muito baixa, inferior a 5%.
- 6) O endurecimento por deformação e a porcentagem de martensita α' formada dependem, entre outros fatores, da composição química e da temperatura de deformação. Materiais CFC com baixa EDE apresentam maior endurecimento por deformação e maior susceptibilidade para a formação da martensita α' que materiais com alta EDE, efeito que pode ser observado nos aços 304L e 316L, com baixa e média energia de defeito de empilhamento, respectivamente.

7) Os aços inoxidáveis austeníticos, AISI 304L e 316L, laminados a -196 e 25°C apresentam a textura de laminação a frio característica dos materiais CFC com baixa e média EDE. A textura da austenita foi caracterizada pela fibra α_{CFC} , $\langle 011 \rangle // \text{DN}$, com as componentes latão, B- $\{110\} \langle 211 \rangle$ e Goss, G- $\{110\} \langle 001 \rangle$, e a fibra τ , $\langle 011 \rangle // \text{DT}$, com a textura tipo cobre- $\text{C} \{112\} \langle 111 \rangle$ presente somente nas amostras com deformação mais severa, que é o caso da laminação a -196°C . A textura da martensita é uma textura característica dos materiais CCC laminados a frio, com as fibras α_{CCC} $\langle 110 \rangle // \text{DL}$ e γ $\langle 111 \rangle // \text{DN}$. A textura destes aços laminados a morno, a 200°C , apresenta componentes semelhantes, mas as componentes fortes são a textura cubo $\{100\} \langle 010 \rangle$ e $\{032\} \langle 010 \rangle$

8) A reversão da martensita α' praticamente não depende da quantidade presente no aço, nem da composição química dos aços 304L e 316L. A temperatura para 50% de reversão da martensita α' esta próxima de 550°C para os dois aços.

9) A temperatura para 50% de recristalização do aço 304L é menor que a do aço 316L, em torno de 700 e 800°C , respectivamente. O aço 316L apresenta uma maior resistência à recristalização, devido à maior EDE e menor energia armazenada na deformação em relação ao aço 304L. A temperatura de laminação não influenciou significativamente nesta temperatura. A temperatura de recristalização está aproximadamente 150°C acima da temperatura de reversão da martensita α' .

10) A microestrutura dos aços deformados nas diferentes temperaturas e recozidos muda com a temperatura de recozimento. Temperaturas inferiores a 700°C apresentam ainda uma microestrutura parcialmente deformada. A 900°C se tem uma microestrutura completamente recristalizada. A porcentagem de martensita α' tem uma forte influência no tamanho de grão recristalizado, quanto maior for a porcentagem desta fase menor será o tamanho de grão.

11) A textura de recristalização nos dois aços continuou sendo semelhante à textura de deformação.

12) As propriedades mecânicas de tração dos dois aços variaram acentuadamente com a temperatura do ensaio. A resistência mecânica dos aços diminui com o aumento da

temperatura. A temperatura ambiente, os aços apresentam um maior alongamento que nas outras temperaturas de ensaio.

13) No ensaio de tração à temperatura ambiente, a martensita α' inicia sua formação após o limite elástico, aumentando significativamente para deformações plásticas superiores a $\varepsilon = 0,1\text{mm/mm}$ aumenta acentuadamente. A partir da deformação $\varepsilon = 0,35\text{mm/mm}$, taxa de formação de martensita α' apresenta menores variações, tendendo à estabilização em um patamar.

14) Tratamentos mecânicos e térmicos adequados produziram combinações interessantes de propriedades mecânicas nos dois aços, tais como elevados limites de escoamento, em torno de 1000MPa, com alongamentos da ordem de 10%.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] LULA, R.A. Stainless steel. Metals Park, Ohio, ASM, 1989. 173p.
- [2] MARSHALL, P. Austenitic stainless steel – Microstructure and mechanical properties. New York, Elsevier Applied Science Publishers, 1984.
- [3] PADILHA, A.F.; GUEDES, L.C. Aços inoxidáveis austeníticos - Microestrutura e propriedades. São Paulo: Hemus, 1994. 170p.
- [4] ASM Speciality Handbook: Stainless Steels. Ed. by DAVIS, J.R. Metals Park, Ohio: ASM International, 1994. v. 1, 577P.
- [5] Handbook of stainless steels. Ed. by PECKNER, D; BERNSTEIN, I. M. New York: McGraw-Hill, c1977. 800p.
- [6] PADILHA, A.F.; RIOS, P.R. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ international*, v. 42, n. 4, p.325-337, 2002.
- [7] PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L., RIOS, P.R. Annealing of cold-work austenitic stainless steel. *ISIJ international*, v. 43, n. 2, p.135-143, 2003.
- [8] BROOKS, J.A.; LIPPOLD, J.C. Selection of wrought austenitic stainless steel. In: ASM Handbook. Metals Park, Ohio; ASM International, 1993. v. 1, p.456-470.
- [9] NOVAK, C.J. Structure and constitution of wrought austenitic stainless steels. In: PECKNER, D., ed. *Handbook of Stainless Steel*. New York: McGraw Hill, 1977. p.4-1 a 4-78.
- [10] PICKERING, F.B. Physical metallurgy of stainless steel developments. *International Metals Reviews*, v. 21, review 211, p. 227-268, 1976.
- [11] PICKERING, F.B. Physical metallurgy of stainless steel developments. In: *Stainless steels'84 Proceedings*, London: Institute of Metals, 1985. p.2-28.

- [12] SEDRIKS, A. J. Corrosion of stainless steels. 2 ed. New York: Wiley, c1996, 437p.
- [13] SPEICH, G.R. Cr-Fe-Ni (Chrom-Iron-Nickel). In: Metals Handbook, vol.: 8. Metallography, structure and phase diagrams. 8 Ed. Ed. by LYMAN, T. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1973, p.424-426.
- [14] Metals Handbook, vol.: 3. Phase diagrams. 9 Ed. Ed by BAKER, H. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1992.
- [15] RIVLIN, V.G.; RAYNOR, G.V. 1: Critical evaluation of constitution of chromium-iron-nickel system. *International Metals Reviews*, review 248, p. 21-38, 1980.
- [16] DEMO, J.J. Structure and constitution of wrought stainless steels. In: PECKNER, D., ed. *Handbook of Stainless Steel*. New York: McGraw Hill, 1977. p.5-1 a 5-70.
- [17] SUUTALA, N.; MOISIO, T. Use of chromium and nickel equivalents in considering solidification mode in austenitic stainless steel welds. In: *Solidification and casting of metals*. London, Metals Society, 1979. p.310-314.
- [18] BROOKS, J.A.; THOMPSON, A.W. Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel. *International Materials Review*, v. 36, n. 1, p.16-44, 1991.
- [19] ALLAN, G.K. Solidification of austenitic stainless steels. *Ironmaking and Steelmaking*, v. 22, n. 6, p.465-477, 1995.
- [20] ROBERTS, JTA. Structural materials in nuclear power system. Plenum Pub Co; 1983.
- [21] PADILHA, A.F.; SICILIANO, F. Jr. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3 ed. rev. ampl. São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. 232p.
- [22] DOHERTY, R.D. Nucleation. In: Haessner, F. (ed). *Recrystallization of metallic materials*. Stuttgart, Riederer-Verlag, 1978. p. 23-61.

- [23] EICHELMAN, G.H.; HULL, F.C. The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18-8-type stainless steel. *Transactions of the American Society for Metals*, v. 45, p.77-104, 1953.
- [24] ANGEL, T. Formation of martensite in austenitic stainless steels - effects of deformation, temperature, and composition. *Journal of the Iron and Steel Institute*, v. 177, n.1, p.165-&, 1954.
- [25] P. L. MANGONON, Jr.; GARETH, T. The martensite phases in 304 stainless steel. *Metallurgical Transactions* , v. 1, n. 6, p.1577-1586, 1970.
- [26] P. L. MANGONON, Jr.; GARETH, T. Structure and properties of thermal-mechanically treated 304 stainless steel. *Metallurgical Transactions* , v. 1, n. 6, p.1587-1594, 1970.
- [27] LECROISEY, F.; PINEAU, A. Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-S system. *Metallurgical Transactions*, v. 3, n. 2, p. 387-396, 1972.
- [28] SUZUKI, T.; KOJIMA, H.; SUZUKI, K.; HASHIMOTO, T.; ICHIHARA, M. Plastic-deformation and martensitic-transformation in an iron-base alloy. *Scripta Metallurgical*, v.10, n.4, p.353-358, 1976.
- [29] COLEMAN, T.H.; WEST, D.R.F. Deformation induced martensite and its reversion in a Fe-16Cr-12Ni alloy. *Metals Technology*, v. 3, n. 2, 1976. p. 49-53
- [30] REED, R.P. Austenitic steels at low temperatures, ed. By Reed, R.P. and HORIUCHI, T. Plenum Press, New York, 1983, 41p.
- [31] KUMAR, A.; SINGHAL, K.L. Effect of temperature and strain distribution on martensitic-transformation during uniaxial testing of aisi-304 stainless-steel. *Metallurgical Transactions A*, v. 19 n. 4, p.1021-1026, 1988.

- [32] LEE, W.S.; LIN, C.F. The morphologies and characteristics of impact-induced martensite in 304L stainless steel. *Scripta Materialia*, v. 43, n. 8, p.777-782, 2000.
- [33] TOURKI, Z.; BARGHI, H.; SIDHOM, H. The kinetic of induced martensitic formation and its effect on forming limit curves in the AISI 304 stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 166, n. 3, p. 330-336, 2005.
- [34] TALONE, J.; NENONEN, P.; PAPE, G.; HANNINEN, H. Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels. *Metallurgical And Materials Transactions A*, V. 36, n. 2, p.421-432, 2005.
- [35] SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 6, n. 7, p.1345-1351, 1975.
- [36] YANG, S.W.; SPRUIELL, J.E. Cold worked state and annealing behaviour of austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, v. 14, n.3, p. 677-690, 1982.
- [37] EL DANAF, E.; KALIDINDI, S.R.; DOHERTY, R.D. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in FCC metals *Metallurgical Transactions A*, v. 30, n.5, p.1223-1233, 1999.
- [38] MUMTAZ, K.; TAKAHASHI, S.; ECHIGOYA, J.; ZHANG, LF.; KAMADA, Y.; SATO, M. Detection of martensite transformation in high temperature compressively deformed austenitic stainless steel by magnetic NDE technique. *Journal of Materials Science*, v. 38, p. 3037-3050, 2003.
- [39] MITRA, A.; SRIVASTAVA, P.K.; DE, P.K.; BHATTACHARYA, D.K.; JILES, D.C. Ferromagnetic properties of deformation induced martensite transformation in AISI 304 stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 35, n.2, p. 599-605, 2004.
- [40] MUMTAZ, K.; TAKAHASHI, S.; ECHIGOYA, J.; KAMADA, Y.; ZHANG, LF.; KIKUCHI, H.; ARA, K.; SATO, M. Magnetic measurements of martensitic transformation in

austenitic stainless steel after room temperature rolling. *Journal of Materials Science*, v. 39, p. 85-97, 2004.

[41] BYUN, T.S.; HASHIMOTO, N.; FARRELL, K. Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviors in austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, v. 52, n.13, p. 3889-3899, 2004.

[42] SPENCER, K.; EMBURY, J.D.; CONLON, K.T.; VÉRON, M.; BRÉCHET, Y. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 387-389, p. 873-881, 2004.

[43] GUY, K.B.; BUTLER, E.P.; WEST, D.R.F. Reversion of bcc α' martensite in Fe-Cr-Ni austenitic stainless-steels. *Metal Science*, v. 17, n.4, p.167-176, 1983.

[44] MARTINS, L.F.M.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Effect of carbon on the cold-worked state and annealing behavior of two 18wt%Cr-8wt%Ni austenitic stainless steel. *ISIJ international*, v. 38, n. 6, p.572-579, 1998.

[45] TAVARES, S.S.M.; DA SILVA, M.R.; NETO, J.M.; MIRAGLIA, S.; FRUCHART, D. Ferromagnetic properties of cold rolled AISI 304L steel. *Journal Magnetism and Magnetic Materials*, v.242-245, p. 1391-1394, 2002.

[46] TAVARES, S.S.M.; FRUCHART, D.; MIRAGLIA, S. A magnetic study of the reversion of martensite α' in a 304 stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 307, p. 311 – 317, 2000.

[47] MARTINS, Luis Fernando M. Efeito do carbono na recristalização dos aços inoxidáveis austeníticos do tipo 18%Cr-9%Ni. 1996. 111p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo. 1996.

[48] MUMTAZ, K.; TAKAHASHI, S.; ECHIGOYA, J.; KAMADA, Y.; ZHANG, LF.; KIKUCHI, H.; ARA, K.; SATO, M. Magnetic measurements of the reverse martensite to austenite transformation in a rolled austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, v. 39, p. 1997-2010, 2004.

- [49] ANDRADE, M. S.; VILELA, J. M. A.; GOMES, O.; CASTRO, A.L.; PINTO, T.; OLIVEIRA, N.; SERRANO, A. MORAES, J. Reversão de martensita em aços inoxidáveis tipo ABNT 304. In: Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 58., Rio de Janeiro. Anais do 58º Congresso Anual da ABM, 2003. p.3155-3163. (CD)
- [50] HAESSNER, F. Systematic survey and basic problems of recrystallization. In: *Recrystallization of metallic materials*. Ed. by HAESSNER, F. Stuttgart, Riederer-Verlag, 1978. p. 1-21.
- [51] GORELIK, S.S. Recrystallization in metals and alloys. Moscow, Mir, 1981, pp. 71-89.
- [52] TALONE, J.; NENONEN, P.; HÄNNINEN, H. Static strain ageing of cold austenitic stainless steel. In: International Conference on High Nitrogen Steels, 7., Ostend, Belgium. HNS 2004: proceedings of the 7th International Conference on High Nitrogen Steels, 2004, ed. by AKDUT, N.; DE COOMAN, B.C.; FOCT, J. Bad Harzburg: GRIPS media, c2004. v. 2, p. 113-122, 2004.
- [53] RATHBUN, R. W.; MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G. Strain aging behavior of austenitic stainless steels containing strain induced martensite. *Scripta Materialia*, v. 42, n. 9, p. 887-891, 2000.
- [54] CHO, S-H.; YOO, Y-C.; JONAS, J. J. Static and dynamic strain aging in 304 austenitic stainless steel at elevated temperatures. *Journal of Materials Science Letters*, v.19, n.22, p.2019-2022, 2000.
- [55] COTTERILL, P.; MOULD, P. R.; Recrystallization and grain growth in metals. Surrey University Press, London, 1976.
- [56] Recrystallization of metallic materials. 2 ed. Ed. by HAESSNER, F. Stuttgart, Riederer-Verlag, 1978. 293p.
- [57] HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 5ed. Oxford: Pergamon, 1995. 497p.

- [58] MARTIN, J.W.; DOHERTY, R.D.; CANTOR, B. Stability of microstructure in metallic systems. 2 ed. U.K., Cambridge University Press, 1997. p. 426.
- [59] DOHERTY, R. D.; HUGHES, D.A.; HUMPHREYS, F.J.; JONAS, J.J.; JENSEN, D.J.; KASSNER, M.E.; KING, W.E.; McNELLEY, T.R.; McQUEEN, H.J.; ROLLETT, A.D. Current issues in recrystallization. *Materials Science and Engineering A*, v.238, p.219-274, 1997.
- [60] CAHN, R.W. Recovery and recrystallization In: Physical metallurgy. Ed. by CAHN, R.W.; HAASEN, P. Amsterdam; New York: North-Holland Physics Pub.: Sole distributors for the USA and Canada, Elsevier Science Pub. Co., 1983. p 1595-1670.
- [61] PADILHA, A.F.; SCHANZ, G.; ANDERKO, K. Precipitation behavior of titanium stabilized 15% Cr, 15% Ni, 1% Mo-Ti-B austenitic steel (DIN-material number 1.4970). *Journal of Nuclear Materials*, v.105, n.1, p.77-92, 1982.
- [62] BECKER, H. et. All. Nichtrostende Stähle, 2nd Ed., Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, 1989, 139p.
- [63] DONADILLE, C.; VALLE, R.; DERVIN, P.; PENELLE, R. Development of texture and microstructure during cold-rolling and annealing of FCC alloys: example of an austenitic stainless steel. *Acta metallurgica*, v.37, n.6, p. 1547-1571, 1989.
- [64] KELLY, G.L.; HODGSON, P.D. Grain refinement through thermomechanical processing. In: Bott, Ivani, ed. *Aços: perspectivas para os próximos 10 anos*. Rio de Janeiro: S.C.P., 2002. p.89-94
- [65] TOMIMURA, K.; TAKAKI, S.; TOKUNAGA, Y. Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless-steels. *ISIJ International*, v. 31, n.12, p.1431-1437, 1991.
- [66] DI SCHINO, A.; BARTERI, M.; KENNY, J.M. Development of ultra fine grain structure by martensitic reversion in stainless steel. *Journal of Materials Science Letters*, v. 21, p.751-753, 2002.

- [67] DI SCHINO, A.; SALVATORI, I.; KENNY, J.M. Effects of martensite formation and austenite reversion on grain refining of AISI 304 stainless steel. *Journal of Materials Science*, v. 37, p.4561-4565, 2002.
- [68] VALIEV, R.Z.; KORZNIKOV, A. V.; MULYUKOV, R. R. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic-deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 168, n. 2, p. 141-148, 1993.
- [69] VALIEV, R.Z.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, v. 45, n. 2, p. 103-189, 2000.
- [70] SAITO, Y.; TSUJI, N.; UTSUNOMIYA, H.; SAKAI, T.; HONG, R.G. Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, v. 39, n. 9, p. 1221-1227, 1998.
- [71] TSUJI, N.; SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TANIGAWA, S. Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, v. 40, n. 7, p. 795-800, 1999.
- [72] MA, Y.; JIN, J-E.; LEE, Y-K. A repetitive thermomechanical process to produce nano-crystalline in a metastable austenitic steel. *Scripta Materialia*, v. 52, p.1311-1315, 2005.
- [73] WANG, T.S.; PENG, J.G.; GAO, Y.W.; ZHANG, F.C.; JING, T.F. Microstructure of 1Cr18Ni9Ti stainless steel by cryogenic compression deformation and annealing. *Materials Science and Engineering A*, v. 407, n. 1-2, p. 84-88, 2005.
- [74] CHIN, G.Y. Textured structures. In: *Metal Handbook*. 9 ed, Metals Park, Ohio, ASM, 1985. v. 9, p.700-705.
- [75] CULLITY, B.D.; STOCK, S.R. *Elements of X-Ray diffraction*. 3 ed. Upeer Saddle River, NJ, Prentice Hall, 2001. p.402-433.

- [76] CAHN, R.W. Measurement and control of texture. In: CAHN, R.W., ed. *Materials Science and Technology: A comprehensive Treatment*. Weinheim, VCH, 1991, v. 15. p.429-484.
- [77] RANDLE, V.; ENGLER, O. *Introduction to texture analysis. Macrotexture, microtexture and orientation mapping*. Singapore, Gordon and Breach Science Publishers, 2000, 388p.
- [78] RANDLE, V. *Microtexture determination and its applications*. London, Institute of Metals, 1992, 174p.
- [79] BUNGE, H. -J. Zur Darstellung allgemeiner Texturen. *Zeitschrift für Metallkunde*, v. 56, n. 12, p.872-874, 1965.
- [80] BUNGE, H. -J. *Mathematische Methoden der Texturanalyse*. Berlin, Akademie Verlag, 1969.
- [81] RAABE, Dierk. Overview on basic types of hot rolling textures of steels. *Steel research international*, v.74, n. 5, p 327-337, 2003.
- [82] RAABE, D.; LUCKE K. Textures of ferritic stainless-steels. *Materials Science and Technology*, v. 9, n. 4, p. 302-312, 1993.
- [83] HIRSCH J.; LUCKE K. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline fcc metals .2. Simulation and interpretation of experiments on the basis of taylor-type theories. *Acta Metallurgica*, v. 36, n. 11, p. 2883-2904, 1988.
- [84] STÜWE, H.P.; FAUSTMANN, J. *Introducción a las texturas de los materiales metálicos*. Madrid, Ed. Montecorvo, 1969, 290p.
- [85] RAABE, D. Inhomogeneity of the crystallographic texture in a hot rolled austenitic stainless steel. *Journal of materials science*, v. 30, p. 47-52, 1995.

- [86] RAABE, D. Microstructure and crystallographic texture of strip cast and hot rolled austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions*, v.26, p. 991-998, 1995.
- [87] RAABE, D. Textures of strip cast and hot rolled ferritic and austenitic stainless steel. *Materials science and technology*, v. 11, p. 461-468, 1995.
- [88] RAABE, D. Texture and microstructure evolution during cold rolling of a strip cast and hot rolled austenitic stainless steel. *Acta materialia*, v. 45, n. 3, p. 1137-1151, 1997.
- [89] VIANA, C.S. da C., PAULA, A dos S. Texturas de deformação. In: Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. 2 ed. Ed. by TSCHIPTSCHIN, A.P.; PADILHA, A.F.; SCHÖN, C.G.; et al. São Paulo: EPUSP: IPEN, 2003. p.35-54.
- [90] YUSHKOV, V.I.; et. All. The developments in texture in stainless-steels. *Materials Science and Engineering*, v. 64, n.2, p.157-169, 1984.
- [91] GOODMAN, R.S.; HU, H. Texture transition in austenitic stainless steel. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, v. 230, October, p. 1413-1419, 1964.
- [92] DICKSON, M.J.; GREEN, D. The cold-rolling and primary-recrystallization textures of 18% chromium steels containing 10%, 12% and 14% nickel. *Materials Science and Engineering*, v. 4, p.304-312, 1969.
- [93] KUMAR, B.R.; SINGH, A.K.; DAS, S.; BHATTACHARYA, D.K. Cold rolling texture in AISI 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 364, p. 132-139, 2004.
- [94] LIMA, N. B. de; LIMA, L. G. de; PADILHA, A. F. Texturas de recristalização. In: Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. 2 ed. Ed. by TSCHIPTSCHIN, A.P.; PADILHA, A.F.; SCHÖN, C.G.; et al. São Paulo: EPUSP: IPEN, 2003. p. 107-128.

- [95] PADILHA, A.F.; DUTRA, J.C.; RANDLE, V. Interaction between precipitation, normal grain growth, and secondary recrystallization in austenitic stainless steel containing particles. *Materials Science and Technology*, v. 15, n. 9, p.1009-1014, 1999.
- [96] WASNIK, D.N., GOPALAKRISHNAN, I.K., YAKHMI, J.V., KAIN, V., SAMAJDAR, I. Cold rolled texture and microstructure in types 304 and 316L austenitic stainless steels. *ISIJ International*, v.43, n.10, p. 1581-1589, 2003.
- [97] KUMAR, B.R., MAHATO, B., BANDYOPADHYAY, N.R., BHATTACHARYA, D.K. Comparison of rolling texture in low and medium stacking fault energy austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, v.394, n.1-2, p. 296-301, 2005.
- [98] CHOWDHURY, S.G., DAS, S., DE, P.K. Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, v. 53, p. 3951-3959, 2005.
- [99] IDCC – INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA. Ficha número 06-0696, 1995.
- [100] IDCC – INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA. Ficha número 31-0619, 1995.
- [101] DYSON, D.J.; HOLMES, B. Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite. *Journal of the Iron and Steel Institute*, May, p.469-474, 1970.
- [102] CHARLES, J. Structure and mechanical properties of duplex stainless steel. In: *Conference Duplex Stainless Steel'94*, Glasgow-Scotland, 1991. Proceedings. England, TWI, 1994. Paper k1.
- [103] CHEN, T.H.; YANG, J.R. Effects of solution treatment and continuous cooling σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 311, p.28-41, 2001.

- [104] LAI, J.K.L.; WONG, K.W.; LI, D.J. Effect of solution treatment on the transformation behaviour of cold-rolled duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 203, p. 356-364, 1995.
- [105] BLANC, G. TRICOT, R. Solidification segregation and homogenisation of austenitic stainless steels containing delta ferrite. *Memories Scientifiques Rev. Métallurgie*, v. 68, n.11, p. 735-753, 1971.
- [106] GAZIRE, Regina. Efeito da velocidade de resfriamento na microestrutura de solidificação de aço inoxidável austenítico tipo AISI 316L com adições de boro. 1993. 100p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo. 1993.
- [107] LLEWELLYN, D.T. Work hardening effects in austenitic stainless steel. *Materials Science and Technology*, v. 13, n. 5, p.389-400, 1997.
- [108] TOMIMURA, K.; TAKAKI, S.; TANIMOTO, S.; TOKUNAGA, Y. Optimal chemical composition in Fe-Cr-Ni alloys for ultra grain refining by reversion from deformation induced martensite. *ISIJ International*, v. 31, n.7, p.721-727, 1991.
- [109] CHIKAZUMI, S. Physics of Magnetism. New York: John Wiley and Sons, 1964, p. 273-274.
- [110] MOULD, P.R.; COTTERILL, P. The effect of particle content and matrix grain size on the recrystallization of two-phase aluminium-iron alloy. *Journal of Materials Science*, v. 2, p. 241-255, 1967.

ANEXO 1: PONTO DE FUSÃO

O ponto de fusão é uma referência importante nos materiais e foi determinado pela técnica de análise térmica diferencial (DTA). A curva resultante da análise é mostrada na figura A.1. Observa-se que o início (onset) da fusão ocorre em torno de 1443,2°C para o 304L e 1432,3°C para o 316L. O término da fusão ocorre por volta de 1462,9°C e 1451,3°C, respectivamente. O abaixamento do ponto de fusão do ferro (1537°C) é habitual nos aços inoxidáveis e é causado pelos elementos de liga.

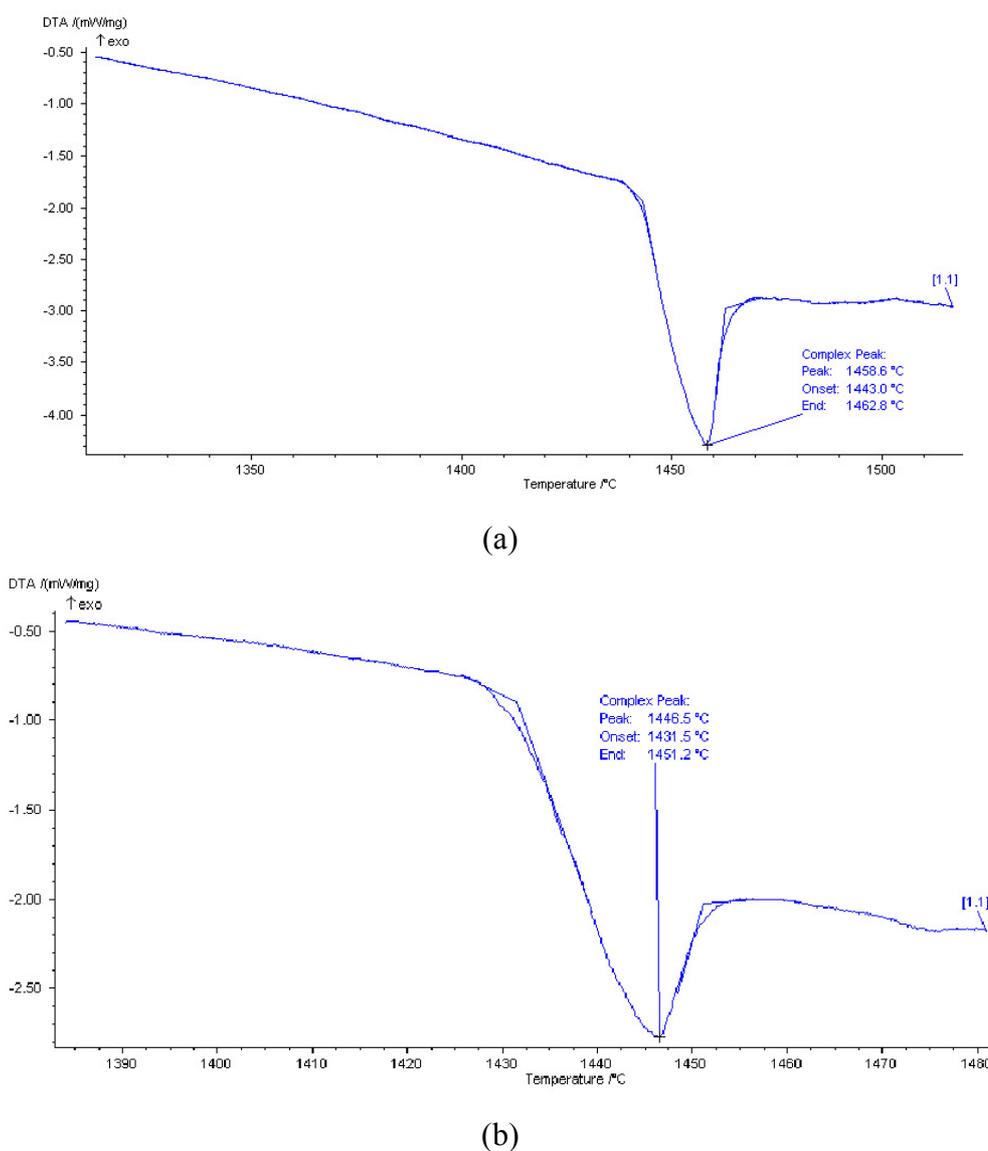


Figura A.1 Análise térmica diferencial (DTA) do aço (a) 304L e do (b) 316L.