UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

ISNALDI RODRIGUES DE SOUZA FILHO

**Estudo da evolução microestrutural e das propriedades magnéticas do aço inoxidável
austenítico AISI 201 laminado a frio**

Lorena

2015

ISNALDI RODRIGUES DE SOUZA FILHO

**Estudo da evolução microestrutural e das propriedades magnéticas do aço inoxidável
austenítico AISI 201 laminado a frio**

**Dissertação apresentada à Escola de
Engenharia de Lorena da Universidade de
São Paulo para obtenção do título de Mestre
em Ciências do Programa de Pós-Graduação
em Engenharia de Materiais na área de
materiais metálicos, cerâmicos e
poliméricos.**

**Orientadora: Profa. Dra. Maria José Ramos
Sandim**

Edição reimpressa e corrigida

Lorena

Agosto, 2015

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 elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Souza Filho, Isnaldi Rodrigues de
Estudo da evolução microestrutural e das
propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico
AISI 201 laminado a frio / Isnaldi Rodrigues de
Souza Filho; orientadora Maria José Ramos Sandim -
ed. reimp., corr. - Lorena, 2015.
132 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós
Graduação em Engenharia de Materiais na Área de
Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) -
Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de
São Paulo. 2015
Orientadora: Maria José Ramos Sandim

1. Aço inoxidável austenítico aisi 201. 2.
Martensita induzida por deformação. 3. Reversão da
martensita. 4. Propriedades magnéticas. 5. Evolução
microestrutural. I. Título. II. Sandim, Maria José
Ramos, orient.

:

*Ao meu irmão, Irving, como um exemplo de
persistência.*

AGRADECIMENTOS

À Aperam South America (Timóteo – MG) pelo fornecimento do material estudado neste Mestrado;

Ao CNPq pela concessão da bolsa de Mestrado;

Ao banco Santander pela concessão da bolsa Mobilidade Santander para estágio no exterior;

À Profa. Dra. Maria José R. Sandim pela orientação;

Ao Prof. Dr. Hugo R. Z. Sandim pelas valiosas colaborações;

Aos Profs. Drs. Luiz C. C. M. Nagamine e Antônio D. dos Santos e aos Srs. Sérgio Romero e Renato Cohen (Instituto de Física – USP) pela colaboração com relação às medidas de magnetização;

Ao Prof. Dr. Raúl E. Bolmaro (Instituto de Física de Rosário, Rosário – Argentina) pela colaboração com relação às medidas de EBSD e microtextura;

Ao Prof. Dr. Anton Möslang (Karlsruher Institute für Technologie, Karlsruhe – Alemanha) pelo estágio técnico no KIT;

Ao Dr. Jan Hoffmann (Karlsruher Institute für Technologie, Karlsruhe – Alemanha) pela colaboração com relação às medidas de EBSD;

Ao Prof. Dr. Paulo A. Suzuki (DEMAR – EEL – USP) pela colaboração com relação às medidas de DRX.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPGEM) e à Escola de Engenharia de Lorena (EEL – USP) pelo suporte para a realização desse Mestrado.

Aos meus pais Isnaldi e Denise e ao meu irmão Irving pelo apoio incondicional.

“Digo: o real não está na saída nem na chegada:
ele se dispõe para a gente é no meio da
travessia.”

Guimarães Rosa

RESUMO

SOUZA FILHO, I. R. **Estudo da evolução microestrutural e das propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio**. 2015. 132p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

Nos últimos anos, devido ao elevado preço do níquel, uma nova série de aços inoxidáveis austeníticos com um menor teor de níquel foi criada. A essa nova série foi dado o nome de série 200. Dentre os aços dessa classe, o AISI 201 tem sido utilizado em aplicações onde a elevada resistência à corrosão não é tão necessária. Neste trabalho de Mestrado investigou-se a formação e a reversão da martensita induzida por deformação em um aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em 20, 40 e 60% de redução em espessura. Das chapas laminadas foram retiradas amostras que foram recozidas em várias temperaturas (200-800°C) por 1 hora. Amostras do material laminado em 60% de redução em espessura também foram recozidas por várias temperaturas (200-800°C) e por vários tempos (5-180min). Com isso, avaliou-se a evolução microestrutural do material durante a laminação a frio e durante o recozimento por meio de medidas de microdureza Vickers, microscopias óptica, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão, difração de elétrons retroespalhados, difração de raios X e medidas de magnetização. Além disso, foram realizados cálculos termodinâmicos para a previsão da formação de fases nesse material. Constatou-se que o material de partida não era completamente austenítico, possuindo uma pequena fração de ferrita δ residual em sua microestrutura. Com relação às medidas de magnetização, observou-se que a fração de fase ferromagnética (martensita) aumenta com o aumento da deformação, aumentando a magnetização de saturação (M_s) do material. Para pequenas deformações (20% de redução em espessura) houve a ocorrência de um pico no valor de campo coercivo do material (H_c). Com o aumento da deformação (40 e 60%) os valores de H_c diminuíram. Com relação à reversão da martensita induzida por deformação durante os recozimentos, observou-se que ela ocorre na faixa de temperatura de 500-700°C para o material laminado em 60% de redução em espessura. O comportamento do material nesse estudo corrobora o que tem sido reportado na literatura para os aços da série 300. Entretanto, pouco tem sido publicado com relação às propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 201, principalmente com relação ao campo coercivo. Neste trabalho também foram realizadas medidas de magnetização durante o recozimento das amostras (condição *in situ*). Os parâmetros obtidos desses experimentos *in situ* foram comparados com aqueles obtidos para as amostras recozidas isotermicamente.

Palavras-chave: Aço inoxidável austenítico AISI 201. Martensita induzida por deformação. Reversão da martensita. Propriedades magnéticas. Evolução microestrutural.

ABSTRACT

SOUZA FILHO, I. R. **Study of the microstructural evolution and magnetic properties of a cold rolled AISI 201 austenitic stainless steel.** 2015. 132p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

In the last years, since nickel price increased, another series of austenitic stainless steel with less amount of nickel has emerged: the series 200. The AISI 201 stainless steel has been used where intermediated corrosion resistance is needed. In this work, the formation of strain-induced martensite and its reversion in an AISI 201 austenitic stainless steel were studied. The material was characterized in terms of microstructure and then cold rolled up to 20, 40 and 60% of thickness reduction. For all degree of reduction, samples were annealed at several temperatures (200-800°C) for 1 hour. Additional samples taken from the 60% cold-rolled material were also annealed at several temperatures (200-800°C) for several times (5-180minutes). The microstructural evolution during cold rolling and annealing was evaluated using microhardness Vickers testing, light optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, electron backscatter diffraction, X-Ray diffraction and magnetization measurements. Phase predictions were also performed using software Thermo-calc©. It was observed that the *as-received* material was not fully austenitic. It has a small fraction of δ -ferrite within its matrix. The amount of ferromagnetic phase (martensite) increases with increasing deformation. For small deformation (20%), there is a peak in the coercive field of the material (H_c). As deformation increases, H_c values decrease. It was also observed that the martensite reversion takes place at 500-700°C. The behavior of the material is in accordance with what has been reported in the literature for the 300 series. However, only few works have been reported concerning AISI 201 stainless steel and its magnetic properties. In this work, magnetic measurements were also carried out during annealing (*in situ* condition). The obtained parameters from the *in situ* magnetic measurements were compared to those ones obtained from the isothermally annealed samples.

Keywords: AISI 201 austenitic stainless steel. Strain induced martensite. Martensite reversion. Magnetic properties. Microstructural evolution.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estabilidade relativa das fases de um aço inoxidável 301LN, prevista por Thermo-calc© para a pressão atmosférica de acordo com Maréchal (2011). (a) Evolução da energia livre de Gibbs para as fases CFC (γ), HC (ϵ) e CCC (α'), na temperatura ambiente. (b) Variação da temperatura T_0 em função do teor de níquel.....	29
Figura 2. Seção do diagrama de fases Fe-Ni-Cr, com o teor de Cr fixo em 19% em massa. Os quatro possíveis modos de solidificação dos aços inoxidáveis austeníticos são evidenciados: modos A, B, C e D. Nessa imagem $Ni_{eq} = Ni + 0,3Mn + 22C + 14,2N + Cu$	31
Figura 3. Microestrutura de um aço inoxidável austenítico AISI 304, evidenciando uma placa de ferrita δ residual na microestrutura. Imagem obtida via microscopia eletrônica de transmissão	32
Figura 4. Representação esquemática das falhas de empilhamento que levam à formação de (a) macla e (b) martensita ϵ	36
Figura 5. Formação de martensita α' a partir da intersecção de duas placas de martensita ϵ . 37	
Figura 6. Correspondência proposta por Bain entre uma célula unitária austenítica γ (em cinza) e uma célula unitária martensítica (α') CCC tetragonalmente distorcida (em preto)	39
Figura 7. Representação esquemática da transformação martensítica. (a) distorção proposta pelo modelo de Bain; (b) cisalhamento (S) na interface entre austenita e martensita α' ; (c) maclação entre a austenita e a martensita α'	40
Figura 8. Evolução de algumas componentes de textura em um aço inoxidável austenítico laminado a frio em 30 e 90% de redução em espessura.	44

Figura 9. Comportamento da magnetização em função do campo magnético aplicado a um material desmagnetizado. Também é mostrada a evolução da configuração dos domínios magnéticos ao longo da magnetização do material.....	49
Figura 10. Representação esquemática de um laço de histerese para um material ferromagnético. Também são mostrados os valores de remanência (+ R e – R), campo coercivo (+ H _c e – H _c) e saturação (S e S').....	49
Figura 11. Representação esquemática da formação de martensita para (a) baixas deformações; (b) deformações intermediárias e (c) elevadas deformações em um aço inoxidável austenítico 304.....	51
Figura 12. Representação esquemática mostrando a redução em espessura das chapas do aço inoxidável austenítico AISI 201. Também são indicadas as espessuras das chapas, a redução sofrida e a respectiva deformação (ε).	53
Figura 13. Representação esquemática dos cortes realizados para caracterização microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201.....	54
Figura 14. Representação esquemática do corte das amostras para medidas de magnetização do aço inoxidável austenítico AISI 201.	56
Figura 15. Representação esquemática do corte das amostras para a primeira etapa das medidas de magnetização <i>in situ</i> . O campo foi aplicado paralelo à DL para a amostra cortada como mostrado em (a) e perpendicular à DL para a amostra cortada como em (b).	58
Figura 16. Representação esquemática dos cortes das amostras utilizadas para medidas de difração de raios X.	59
Figura 17. Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição “como recebido”. Micrografia obtida via microscopia óptica com um aumento de 500x.	62
Figura 18. Microestrutura do material de partida, após ataque eletroquímico com NaOH para revelação apenas da ferrita δ. Imagem obtida via MO.	63

Figura 19. Variação da composição química da ferrita δ em função da temperatura, obtida via Thermo-Calc®. As linhas pontilhadas abaixo da temperatura indicada mostram que a ferrita δ encontra-se fora do seu campo termodinâmico de estabilidade.	64
Figura 20. Laço de histerese obtido para o material na condição “como recebido”.	65
Figura 21. Evolução da dureza do aço inoxidável austenítico AISI 201 em função da deformação verdadeira (ϵ).....	67
Figura 22. Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio com redução em espessura de (a) 20%, (b) 40% e (c) 60%. Imagens obtidas via MO..	69
Figura 23. (a) microestrutura do material laminado em 60% de redução em espessura. (b) Detalhe da região circulada em (a). Imagens obtidas via MET. As maclas de deformação são indicadas por setas.....	70
Figura 24. Laços de histerese do aço inoxidável austenítico AISI 201 nas condições “como recebido” (0% de redução em espessura) e deformado em 20, 40 e 60% em redução de espessura.....	71
Figura 25. Variação da magnetização de saturação (M_s) em função da deformação (ϵ) para o aço inoxidável austenítico AISI 201. Também são indicadas na figura os correspondentes graus de redução em espessura do material.	72
Figura 26. Procedimento para obtenção do valor do campo coercivo (H_c).....	72
Figura 27. Comportamento do campo coercivo (H_c) em função da deformação (ϵ) para o aço inoxidável austenítico AISI 201..	75
Figura 28. Evolução da fração volumétrica de martensita α' em função da deformação e suas correspondentes curvas de ajuste sigmoidal.....	75

Figura 29. Comportamento das curvas da taxa de formação de martensita α' mostrando que o máximo de formação é encontrado em $\varepsilon \sim 0,31$. Os graus de redução em espessura e a evolução da fração volumétrica de martensita α' também são mostrados.....	75
Figura 30. Difratomogramas em perspectiva do aço inoxidável austenítico AISI 201 para todas as condições de redução em espessura. Difratomogramas obtidos com radiação de molibdênio.....	76
Figura 31. Difratomogramas do aço inoxidável austenítico AISI 201 (a) na condição “como recebido” (0%) e laminado a frio em (b) 20%, (c) 40% e (d) 60% de redução de espessura. Difratomogramas obtidos com radiação de molibdênio..	77
Figura 32. ODF para o aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição como recebido. Nessa representação, apenas os ângulos $\varphi_2 = 0, 45$ e 65° do espaço de Euler são mostrados.....	78
Figura 33. Evolução das componentes de textura para a austenita e martensita α' no aço inoxidável austenítico AISI 201.....	79
Figura 34. Mapeamentos de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em (a) 0%, (b) 20%, (c) 40% e (d) 60% de redução em espessura.	82
Figura 35. Evolução da desorientação das fases austenítica e martensítica α' para todos os graus de laminação do aço inoxidável austenítico AISI 201.	85
Figura 36. Distribuição de desorientação entre as fases CCC e CFC no aço inoxidável austenítico AISI 201 para todos os graus de redução em espessura.	87
Figura 37 (a). Distribuição de energia estocada nas fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 20% de redução em espessura.	89
Figura 37 (b). Distribuição de energia estocada nas fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 40% de redução em espessura.	90
Figura 37 (c). Distribuição de energia estocada nas fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura.	91

Figura 38. Curvas de amolecimento para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio (20, 40 e 60% de redução em espessura), recozido por 1 hora em várias temperaturas e resfriado ao ar.	92
Figura 39. Previsão das possíveis fases formadas durante recozimentos do aço inoxidável austenítico AISI 201 e suas respectivas frações volumétricas.	93
Figura 40. Cinética de amolecimento do aço inoxidável austenítico AISI 201, laminado em 60% de redução em espessura.	95
Figura 41. Evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201 deformado (60%) e recozido em várias temperaturas por 180 min. Imagens obtidas via MEV.	96
Figura 42. Mapeamento de fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 600°C por 1 hora.	98
Figura 43. Distribuição de desorientações entre austenita e martensita α'	99
Figura 44. ODFs para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 600°C por 1 hora. As ODFs são divididas para as fases austenita e martensita α' . Somente as seções de interesse são representadas nessa figura.	100
Figura 45. Mapeamento de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 700°C por 1 hora.	101
Figura 46. Distribuição de desorientações entre austenita e martensita α'	101
Figura 47. ODFs para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 700°C por 1 hora. As ODFs são divididas para as fases austenita e martensita α' . Somente as seções de interesse são representadas nessa figura.	102
Figura 48. Laços de histerese para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura, recozido por vários tempos em várias temperaturas: (a) 400°C, (b) 600°C, (c) 700°C e (d) 800°C.	103

Figura 49. Comportamento de M_s em função do tempo de recozimento para várias temperaturas (200 a 800°C), para o aço AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura.	104
Figura 50. Comportamento do campo coercivo em função do tempo para várias temperaturas de recozimento (200 a 800°C), para o aço AISI 201 com 60% de redução em espessura.....	106
Figura 51. Variação da magnetização de saturação e do campo coercivo em função da temperatura, para 1 hora de recozimento, para o aço AISI 201 com 60% de redução em espessura.	107
Figura 52. Comportamento da dureza e da magnetização de saturação do aço inoxidável austenítico AISI 201 (com redução em espessura de 60%) para 1 hora de recozimento em várias temperaturas.	108
Figura 53. (a) Magnetização em função da temperatura ($M \times T$) para o aço AISI 201 na condição “como recebido” e (b) derivada de $M \times T$	109
Figura 54. (a) magnetização em função da temperatura ($M \times T$) para o aço AISI 201 com redução em espessura de 60% e (b) derivada de $M \times T$	110
Figura 55. Curvas de $M \times H$ obtidas para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos experimentos <i>in situ</i> . (a) $H // DL$; (b) $H \perp DL$. Nos <i>insets</i> são mostradas as curvas de $M \times H$ para 600, 700 e 800°C.....	111
Figura 56. Valores de M_s para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos experimentos de magnetização <i>in situ</i>	112
Figura 57. Valores de H_c para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos experimentos de magnetização <i>in situ</i>	112

Figura 58. Microestrutura do aço AISI 201 (60% de redução em espessura) ao final do ciclo de recozimento até 800°C para medidas de magnetização <i>in situ</i> . (a) amostra para a qual $H // DL$ e (b) amostra para a qual $H \perp DL$ (MEV).....	113
Figura 59. Curvas de $M \times H$ obtidas durante o recozimento do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura, para os ciclos até (a) 500°C, (b) 600°C, (c) 700°C e (d) 800°C.....	114
Figura 60. Comportamento da (a) magnetização de saturação e (b) campo coercivo para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em 60% de redução em espessura durante a segunda etapa de magnetização <i>in situ</i>	115
Figura 61. (a) Laços de histerese obtidos em temperaturas ambiente para as quatro amostras utilizadas na segunda etapa de magnetização <i>in situ</i> . (b) Comportamento de H_c e M_s obtidos dos laços de histerese mostrados em (a).	115
Figura 62. Microestrutura das amostras após os ensaios de magnetização <i>in situ</i> . (a) amostra submetida ao ciclo até 500°C; (b) até 600°C; (c) até 700°C e (d) até 800°C.	117
Figura 63. Valores de dureza das quatro amostras do aço AISI 201 utilizadas na segunda etapa dos experimentos de magnetização <i>in situ</i>	118

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Principais tipos de aços inoxidáveis disponíveis comercialmente	28
Tabela 2. Resumo das relações de orientações entre martensita α' e austenita.....	40
Tabela 3. Composição química (em % mássica) do aço inoxidável austenítico AISI 201	52
Tabela 4. Microdureza Vickers e tamanho médio de grão do aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição “como recebido”	62
Tabela 5. Composição química da ferrita δ em $\sim 1220^{\circ}\text{C}$	64

LISTA DE SIGLAS

DEMAR	Departamento de Engenharia de Materiais
EEL	Escola de Engenharia de Lorena
USP	Universidade de São Paulo
IF-USP	Instituto de Física - USP
IFIR	Instituto de Física de Rosário
KIT	<i>Karlsruhe Institute für Technologie</i>
AIISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
CCC	Cúbico de corpo centrado
CFC	Cúbico de faces centradas
HC	Hexagonal compacto
MO	Microscopia óptica
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
EBSD	<i>Electron backscatter diffraction</i>
EDE	Energia de falha de empilhamento
AOD	<i>Argon oxygen decarburization</i>
UFG	<i>Ultrafine grain</i>
B	Bain
KS	Kurdjumov-Sachs
NW	Nishiyama-Wasserman
P	Pitsch
GT	Greninger-Troiano
GT'	Greninger-Troiano'

TRIP	<i>Transformation induced plasticity</i>
ODF	<i>Orientation distribution functions</i>
M _s	Magnetização de saturação
H _c	Campo coercivo
M	Magnetização
H	Campo magnético
R	Remanência
S	Saturação
DL	Direção de laminação
DT	Direção transversal
DN	Direção normal
VSM	Magnetômetro de amostra vibrante
KAM	<i>Kernel average misorientation</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Austenita
α'	Martensita α'
ε	Martensita ε
d	Tamanho de grão (μm)
ρ	Densidade de discordâncias (m^{-2})
e	Espessura (mm)
(ε)	Deformação
H	Campo magnético (Oe)
M	Magnetização (emu/g)
HV	Microdureza Vickers (HV)
T	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	25
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	27
2.1 Aços inoxidáveis	27
2.1. Aços inoxidáveis austeníticos.....	28
2.1.1.1 Microestrutura e formas de solidificação dos aços inoxidáveis austeníticos	30
2.1.1.2 Aços inoxidáveis austeníticos da série 200	32
2.1.2 Martensita induzida por deformação	34
2.1.2.1 Relações de orientações entre austenita, martensita e martensita α'	38
2.1.2.2 Cinética da transformação martensítica induzida por deformação.....	41
2.1.2.3 Textura desenvolvida nos aços inoxidáveis austeníticos durante a laminação a frio ...	43
2.1.3 Técnicas para determinação da quantidade de martensita induzida por deformação.....	45
2.1 Reversão da martensita induzida por deformação	46
2.2 Materiais ferromagnéticos e suas propriedades magnéticas.....	48
2.3 Propriedades magnéticas e as transformações microestruturais nos aços inoxidáveis austeníticos	50
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	52
3.1 Material utilizado.....	52
3.2 Corte e laminação do material de partida	52
3.3 Corte, recozimento isotérmico e preparação metalográfica	53
3.4 Ataques químicos e caracterização microestrutural via microscopias óptica e eletrônica de varredura	54
3.5 Caracterização microestrutural via metalografia quantitativa	55
3.6 Caracterização microestrutural via medidas de microdureza Vickers.....	55
3.7 Corte de amostras, recozimento e medidas de magnetização.....	55
3.8 Corte de amostras para determinação da temperatura de Curie	56
3.9 Corte de amostras e medidas de magnetização <i>in situ</i>	57
3.10 Corte de amostras e medidas de difração de raios X.....	56
3.11 Corte e caracterização via EBSD.....	59
3.12 Corte e caracterização via microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	61
3.13 Thermo-calc©.....	61
3.14 Textura.....	61
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	62

4.1 Material de partida	62
4.2 Material laminado a frio.....	66
4.2.1 Dureza e caracterização microestrutural (MO e MET).....	66
4.2.2 Caracterização por meio de medidas de magnetização.....	71
4.2.3 Difração de raios X	76
4.2.4 Textura	77
4.2.5 Análises via EBSD do material como recebido e laminado a frio.....	80
4.2.5.1 Mapeamento de fases	80
4.2.5.2 Desorientação.....	84
4.2.5.2.1 Desorientação entre fases.....	86
4.2.5.3 Distribuição de energia estocada nas fases – “ <i>Kernel average misorientation (KAM)</i> ”.	88
4.2.6 Material laminado a frio e recozido em várias temperaturas	92
4.2.6.1 Análise via EBSD das amostras recozidas em 600 e 700°C por 1 hora.....	97
4.3 Propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio (60%) e recozido isotermicamente até 800°C.....	103
4.3.1 Temperatura de Curie das fases CCC	108
4.3.2 Magnetização <i>in situ</i>	110
4.3.2.1 Primeira etapa dos experimentos de magnetização <i>in situ</i>	110
4.3.2.2 Segunda etapa dos experimentos de magnetização <i>in situ</i>	114
5 CONCLUSÃO	119
REFERÊNCIAS	122

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis austeníticos são amplamente utilizados em aplicações que envolvem alta resistência à corrosão, alta resistência mecânica e boa ductilidade. Em consequência da deformação plástica, além de intensa multiplicação de discordâncias, aços inoxidáveis austeníticos apresentam a formação de falhas de empilhamento, martensita induzida por deformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) e maclas de deformação (LO et al., 2009; PADILHA et al., 2003). Com relação à martensita induzida por deformação, dois tipos distintos podem ser formados: a martensita ϵ (HC) e a martensita α' (CCC) (MERTINGER et al., 2008). Assim como a fase austenítica, a martensita ϵ é paramagnética, enquanto que a martensita α' é ferromagnética (MERTINGER et al., 2008). As técnicas comumente utilizadas para a quantificação do teor de martensita induzida por deformação são a difração de raios X e as medidas magnéticas. Já que a martensita α' é ferromagnética, a fração dessa fase martensítica presente no aço é proporcional à magnetização de saturação (M_s) da amostra (TAVARES et al., 2000). Além de M_s , outro parâmetro magnético importante para o estudo da evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico sob deformação é o campo coercivo (H_c). O campo coercivo reflete o aprisionamento das paredes de domínios magnéticos do material (ARZT et al., 1998). Em consequência, pode-se obter informações sobre a forma e distribuição da fase martensítica no espécime a partir do comportamento do campo coercivo.

Dentre os aços inoxidáveis austeníticos, o aço AISI 304 é, seguramente, um dos aços mais utilizados (ZIETEK et al., 2011). Entretanto, nos últimos anos, devido ao aumento do preço do níquel, o aço AISI 201, com menor teor de níquel em comparação com o AISI 304, tem substituído esse aço em algumas aplicações que requerem uma menor resistência à corrosão (TAVARES et al., 2009). Nesse trabalho foi realizado um estudo da transformação martensítica induzida por deformação e sua reversão em um aço inoxidável austenítico AISI 201 e sua relação com as propriedades magnéticas. Além da importância tecnológica do aço em questão, esse trabalho se justifica no sentido de que ainda existem algumas questões em aberto com relação às transformações $\gamma \rightarrow \alpha'$ e $\alpha' \rightarrow \gamma$, as quais são reportadas em trabalhos recentes sobre o assunto (HAMADA et al., 2015; HERRERA; PONGE; RAABE, 2011; KISKO et al., 2013; LÜ et al., 2010; MARÉCHAL, 2011; MATSUOKA et al., 2013; SHIRDEL; MIRZADEH; PARSA, 2015). Além do mais, em comparação aos aços da série 300, poucos trabalhos relacionam a transformação martensítica e sua reversão no aço AISI 201 às propriedades magnéticas, principalmente com relação ao campo coercivo (TAVARES et al., 2009). Neste trabalho, a caracterização microestrutural do aço AISI 201

foi realizado por meio das seguintes técnicas experimentais: microscopias ópticas, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão, difração de elétrons retroespalhados, difração de raios X e medidas de microdureza Vickers. Com relação às propriedades magnéticas do material laminado a frio e também recozido, estas foram feitas tanto em temperatura ambiente como durante o recozimento do material (medidas de magnetização *in situ*).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis constituem uma importante classe de materiais no mundo moderno em função da sua vasta gama de aplicações. Esses materiais são indispensáveis desde aplicações mais cotidianas como utensílios domésticos até aplicações mais sofisticadas como veículos espaciais (LO; SHEK; LAI, 2009).

Aços inoxidáveis são aços cuja composição química é baseada nos elementos químicos Fe-C-Cr-Ni. Entretanto, outros elementos de ligas são igualmente essenciais para sua constituição. Essa classe de aço possui como principal característica a resistência à corrosão e à oxidação. O desenvolvimento do primeiro aço inoxidável é atribuído ao inglês Harry Brearly em 1912. Ao caracterizar metalograficamente uma liga de ferro com aproximadamente 13% de cromo, ele percebeu que a liga não era atacada quimicamente pela maioria dos reagentes químicos utilizados para revelação de microestruturas. Com isso, àquelas ligas denotaram o nome, em inglês, *Stainless Steel*, cuja tradução literal significa “aço sem mancha” (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2006).

Após o elemento ferro, o cromo é o segundo elemento mais importante na constituição de um aço inoxidável. O papel do cromo é formar uma camada passivadora de óxido de cromo contínua ao longo da superfície do material. Essa camada é a responsável por conferir a principal característica dessa classe de material: a resistência à oxidação e à corrosão em diferentes meios e temperaturas de serviço (MORAIS, 2010). Embora os modernos aços inoxidáveis sejam baseados no sistema Fe-Cr, outros elementos também fazem parte de sua constituição e sua presença é essencial para o melhoramento de certas propriedades. Por exemplo, a adição de molibdênio melhora a resistência à corrosão por pites, enquanto que o elemento níquel é um estabilizador da fase austenítica. No total, a soma das quantidades dos demais elementos não deve ultrapassar a quantidade de ferro do material, a fim de que a liga ainda seja classificada como “aço”. A Tabela 1 mostra os principais elementos de liga presentes nas diferentes classes dos aços inoxidáveis, bem como sua composição em porcentagem em massa (PLAUT et al., 2007).

A microestrutura de um aço inoxidável pode ser influenciada pela composição química do aço. Dessa maneira, é possível obter basicamente três tipos de microestrutura em aços inoxidáveis: ferrítica, austenítica e martensítica. Tendo em vista esses três tipos de microestruturas, os aços inoxidáveis podem ser classificados nos seguintes grupos: aços

inoxidáveis ferríticos; aços inoxidáveis austeníticos; aços inoxidáveis martensíticos; aços inoxidáveis duplex; aços inoxidáveis endurecidos por precipitação (HEDSTRÖM, 2005; HAN et al., 2014; HAUŠILD et al., 2010; MA et al., 2012; MORAIS, 2010; TAVARES et al., 2006; YU-RONG et al., 2011).

Tabela 1. Principais tipos de aços inoxidáveis disponíveis comercialmente.

Tipo	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
AISI 201	≤0,15	5,50-7,50	≤1,00	16,00-18,00	3,50-5,50	-	≤0,25
AISI 202	≤0,15	7,50-10,00	≤1,00	17,00-19,00	4,00-6,00	-	≤0,25
AISI 205	0,12-0,25	14,0-15,5	≤1,00	16,50-18,00	1,0-1,75	-	0,32-0,40
AISI 301	≤0,15	≤2,00	≤1,00	16,00-18,00	6,00-8,00	-	-
AISI 302	≤0,15	≤2,00	≤1,00	17,00-19,00	8,00-10,00	-	-
AISI 303	≤0,15	≤2,00	≤1,00	17,00-19,00	8,00-10,00	0,6	-
AISI 304	≤0,08	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	8,00-10,50	-	-
AISI 304H	0,04-0,10	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	8,00-10,50	-	-
AISI 304L	≤0,03	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	8,00-12,00	-	-
AISI 304N	≤0,08	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	8,00-10,50	-	0,10-0,16
AISI 304LN	≤0,03	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	8,00-12,00	-	0,10-0,16
AISI 308	≤0,08	≤2,00	≤1,00	19,00-21,00	10,00-12,00	-	-
AISI 309	≤0,20	≤2,00	≤1,00	22,00-24,00	12,00-15,00	-	-
AISI 310	≤0,25	≤2,00	≤1,00	24,00-26,00	19,00-22,00	-	-
AISI 316	≤0,08	≤2,00	≤1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,0-3,0	-
AISI 316H	≤0,08	≤2,00	≤1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,0-3,0	-
AISI 316L	≤0,03	≤2,00	≤1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,0-3,0	-
AISI 316LN	≤0,03	≤2,00	≤1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,0-3,0	0,10-0,16
AISI 316N	≤0,08	≤2,00	≤1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,0-3,0	0,10-0,16
AISI 317	≤0,08	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	11,00-15,00	3,0-4,0	-
AISI 317L	≤0,03	≤2,00	≤1,00	18,00-20,00	11,00-15,00	3,0-4,0	-

Fonte: adaptado de (PLAUT et al., 2007).

2.1.1 Aços inoxidáveis austeníticos

Aços inoxidáveis são ligas à base de ferro contendo entre 10,5% e 30% de Cr (em massa) e baixos teores de carbono. O teor de Cr é o fator responsável pela alta resistência à oxidação e corrosão desses aços (MARÉCHAL, 2011). Aços inoxidáveis austeníticos são aços que, em virtude de sua composição, retêm a fase austenítica γ (CFC, estável em altas

temperaturas) quando resfriados até a temperatura ambiente. O níquel é um dos principais elementos que contribuem para essa retenção da fase austenítica. Além dele, outros elementos como manganês, cobre e elementos intersticiais como carbono e nitrogênio também contribuem para a retenção da fase austenítica (MARÉCHAL, 2011). O uso de carbono como elemento estabilizador da austenita tem sido evitado, tendo em vista que a precipitação de carbeto de cromo diminui a concentração de cromo nas regiões próximas aos contornos de grão podendo levar o material à corrosão intergranular (sensitização) (SEDRIKS, 1996).

A clássica classe austenítica, a série 300, contém de 8 a 10% de níquel. Entretanto, maiores teores de níquel são necessários para estabilizar a austenita em outros aços com maiores teores de elementos de liga como cromo e molibdênio. Dentre os aços inoxidáveis austeníticos, o 304 é o mais popular no mercado e é um dos que possui os menores teores de elementos de liga dentre os aços inoxidáveis austeníticos (se não considerados os aços inoxidáveis austeníticos que contêm nitrogênio). Entretanto, o aço 316, que possui 2% de molibdênio, tem sua composição química como padrão para as propriedades de resistência à corrosão (CHARLES et al., 2008).

A retenção da fase austenítica em temperatura ambiente não significa que ela seja a fase termodinamicamente mais estável do sistema em questão. Na verdade, na temperatura e pressão ambientes, para todos os aços inoxidáveis austeníticos, a fase ferrítica é a mais estável. De fato, até mesmo a martensita ε (HC) apresenta uma estabilidade ligeiramente maior que a austenita, conforme mostra a Figura 1 (a). A adição de elementos estabilizantes da austenita (como o níquel, por exemplo) diminui a diferença entre a energia livre da

Figura 1. Estabilidade relativa das fases de um aço inoxidável 301LN, prevista por Thermo-calc© para a pressão atmosférica de acordo com Maréchal (2011). (a) Evolução da energia livre de Gibbs para as fases CFC (γ), HC (ε) e CCC (α'), na temperatura ambiente. (b) Variação da temperatura T_0 em função do teor de níquel.

Fonte: adaptado de (MARÉCHAL, 2011).

austenita e da ferrita, conforme pode ser visto na Figura 1 (a) (MARÉCHAL, 2011). Nesse contexto, outro fator importante é T_0 , a temperatura na qual as energias livres da austenita e ferrita são iguais. A força motriz para a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ aumenta com o resfriamento abaixo de T_0 . A partir da Figura 1 (b), pode-se observar que, com o aumento do teor de níquel ocorre uma diminuição de T_0 . Isso faz com que, a uma temperatura fixa (temperatura ambiente) ocorra uma diminuição da força motriz para a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$. Além disso, como a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ é difusional, com a diminuição de T_0 , diminui-se também a cinética para tal transformação. Uma vez sendo baixas a força motriz e a cinética da transformação, o material pode permanecer na fase metaestável γ em temperatura ambiente (MARÉCHAL, 2011).

2.1.1.1 Microestruturas e formas de solidificação dos aços inoxidáveis austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos podem se solidificar de acordo com alguns mecanismos, que também podem ser denominados de “modos”: mecanismo ferrítico ou modo A ($L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta$); mecanismo ferrítico-austenítico ou modo B ($L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \delta + \gamma$); mecanismo austenítico-ferrítico ou modo C ($L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$); mecanismo austenítico ou modo D ($L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$).

No modo de solidificação A, a ferrita é a única fase formada durante a solidificação. A austenita somente se formaria posteriormente no estado sólido. Com relação ao modo B, a ferrita é a primeira fase a se solidificar na forma de dendritas. A austenita, por sua vez, forma-se na interface ferrita/líquido por meio de uma reação peritética. Após nucleação, a austenita cresce em detrimento da ferrita e do líquido expulsando elementos de liga ferritizantes para o interior das dendritas e líquido. Isso pode levar à estabilização da ferrita dendrítica e ainda promover a formação de ferrita nos espaços interdendríticos. No modo C, a austenita nucleia e cresce sob a forma de dendritas expulsando elementos ferritizantes que podem promover a formação de ferrita nos braços das dendritas austeníticas. Por fim, no modo D, a solidificação inicia-se com dendritas de austenita e ao término do processo de solidificação apenas a fase austenítica está presente na microestrutura do material (PADILHA; GUEDES, 2004).

O modo de solidificação é determinado pelos elementos ferritizantes e austenitizantes que constituem a composição química do aço inoxidável austenítico, principalmente cromo e níquel, respectivamente (PLAUT, et al., 2007).

Uma maneira de se prever o modo de solidificação de aços inoxidáveis austeníticos é reduzir as suas complexas composições químicas ao diagrama ternário Fe-Ni-Cr (DI SCHINO et al., 2000). Para tanto, os teores de níquel e cromo são recalculados com base naqueles elementos presentes no material que possuem caráter austenitizante e ferritizante, respectivamente. A esses novos teores de níquel e cromo recalculados, dá-se o nome de níquel e cromo equivalentes. As equações (1) e (2) são exemplos de algumas fórmulas empíricas utilizadas para a determinação de cromo e níquel equivalentes. Os elementos são introduzidos na fórmula em porcentagem em massa (DI SCHINO et al., 2000; PLAUT, et al., 2007).

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

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

Uma vez determinados os teores de cromo e níquel equivalentes, a complexa composição química do aço inoxidável austenítico é reduzida para Fe-Ni_{eq}-Cr_{eq} e o seu modo de solidificação pode ser observado em um simples diagrama ternário Fe-Ni-Cr. A Figura 2 mostra uma seção do diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Cr em 19% em massa de Cr,

Figura 2. Seção do diagrama de fases Fe-Ni-Cr, com o teor de Cr fixo em 19% em massa. Os quatro possíveis modos de solidificação dos aços inoxidáveis austeníticos são evidenciados: modos A, B, C e D. Nessa imagem $\text{Ni}_{\text{eq}} = \text{Ni} + 0,3\text{Mn} + 22\text{C} + 14,2\text{N} + \text{Cu}$.

Fonte: retirado de (DI SCHINO et al., 2000).

Figura 3. Microestrutura de um aço inoxidável austenítico AISI 304, evidenciando uma placa de ferrita δ residual na microestrutura. Imagem obtida via microscopia eletrônica de transmissão.

Fonte: retirado de (KIM et al., 2003).

evidenciando os quatro modos de solidificação possíveis para os aços inoxidáveis austeníticos (DI SCHINO et al., 2000).

A maioria dos aços inoxidáveis austeníticos apresentam ferrita delta (δ) em sua microestrutura ao longo do seu processo de solidificação. Aços inoxidáveis austeníticos que se solidificam com o aparecimento primário da ferrita têm se mostrado menos susceptíveis às trincas durante a solidificação e em processos de soldagem (VITEK; DASGUPTA; DAVID, 1983). Entretanto, a ferrita tem uma influência negativa sobre a ductilidade a quente destes materiais, já que ferrita e austenita possuem diferentes mecanismos de amolecimento durante deformações em elevadas temperaturas: enquanto a ferrita sofre recuperação, a austenita se recristaliza levando a fraturas interfaciais entre essas duas fases (KIM; SHIN; KIM, 1995; MYLLYKOSKI; SUUTALA, 1983). A Figura 3 mostra a microestrutura de um aço inoxidável austenítico AISI 304 com uma placa de ferrita δ (KIM et al., 2003). Na maioria dos casos, a ferrita δ pode ser eliminada da microestrutura por meio de um longo tratamento térmico de solubilização no intervalo entre 1050 e 1250°C. Entretanto, devido a razões econômicas, esse tratamento não é realizado de forma completa nas siderúrgicas (PLAUT et al., 2007).

2.1.1.2 Aços inoxidáveis austeníticos da série 200

A presença de níquel na composição química de um aço inoxidável austenítico eleva significativamente o preço total da produção desses aços. Manganês, cobre, carbono e nitrogênio também podem ser utilizados para a estabilização da austenita com um aceitável

compromisso entre custo de produção e propriedades do aço (HAMADA et al., 2015; PLAUT et al., 2007; TAVARES et al., 2009). Além do mais, o nitrogênio possui um papel fundamental no encruamento e nas propriedades mecânicas desses aços. Tendo em vista o elevado preço do níquel nos últimos anos, este tem sido substituído parcialmente por outros elementos austenitizantes na composição química dos aços inoxidáveis dando origem a uma nova série, conhecida como série 200 (CHARLES et al., 2008; CUTLER; COATES; JENKINSO, 2008).

Com isso, muitos aços inoxidáveis austeníticos da série 200 que são baseados no sistema Fe-Cr-Mn-N têm sido desenvolvidos para substituir os clássicos aços da série 300 e encontram uma ampla gama de aplicações na indústria automotiva, utensílios de cozinha e em aplicações criogênicas (CHARLES et al., 2008; HAMADA et al., 2015). De fato, alguns aços como os 201, 202 e 205 possuem propriedades mecânicas 30% superiores aos aços do tipo 304, permitindo que peças sejam confeccionadas com menor massa. Entretanto, ao se reduzir o teor de níquel no material, limita-se o valor máximo de cromo permitido no mesmo material. Com isso, reduz-se a resistência à corrosão do material e limita suas aplicações às situações de menor agressividade em termos de oxidação e corrosão (NEW..., 2005).

Os aços inoxidáveis austeníticos da série 200 foram descobertos na década de 30. Embora a primeira caracterização em termos de composição química tenha ocorrido para um aço dessa categoria do tipo 205, os primeiros aços a serem classificados pela AISI (*American Iron and Steel Institute*) foram os aços 201 e 202, na metade da década de 50. Eles se tornaram mais populares durante a guerra da Coreia, quando o elemento níquel foi restringido a aplicações militares (CHARLES et al., 2008; NEW..., 2005).

O aço AISI 214 contendo apenas 2% de níquel e 0,35% de nitrogênio foi produzido no final da década de 50. Os aços austeníticos contendo manganês e molibdênio para melhorar suas propriedades de resistência à corrosão apareceram na metade da década de 60 nos EUA e Europa (NEW..., 2005).

O uso simultâneo de manganês e cobre permitiram a produção de aços contendo teores de níquel entre 4-6% em massa e quantidades relativamente pequenas de nitrogênio (<0,06%). Com isso, foram produzidos aços cuja estampabilidade eram semelhantes à estampabilidade do aço 304. Devido à uma nova escassez de níquel no mercado, os aços da série 200 tornaram-se populares na década de 70. O desenvolvimento da tecnologia AOD (*Argon oxygen decarburization*) ainda permitiu a inserção de nitrogênio nos aços da série 200, fazendo com que a produção dessa série fosse facilitada e mais barata (CHARLES et al., 2008).

Com a posterior diminuição da escassez do níquel, seu preço diminuiu novamente e durante 30 anos, o aço 304 foi considerado o padrão dos aços inoxidáveis. A série 200 continuou possuindo aplicações marginais nas décadas de 80 e 90. Com o novo século, o preço do níquel novamente elevou-se e a Ásia, particularmente a China, tornou-se a maior consumidora de aços inoxidáveis. Parte da produção dos aços inoxidáveis eram produzidas naquele continente, sendo que o restante era importado da Índia (CHARLES et al., 2008). A contínua pressão para se produzir aços inoxidáveis com baixos custos, propiciou a produção de aços inoxidáveis austeníticos com baixos teores de elementos de liga, principalmente o níquel e até mesmo o cromo. Isso fez com que as produções marginais se elevassem a centenas de milhares de toneladas (CHARLES et al., 2008).

2.1.2 Martensita induzida por deformação

Em consequência da deformação plástica, além de intensa multiplicação de discordâncias, aços inoxidáveis austeníticos apresentam a formação de falhas de empilhamento, martensita induzida por deformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) e maclas de deformação (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; LO; SHEK; LAI, 2009). O tipo de mecanismo de deformação, por sua vez, está relacionado com a energia de falha de empilhamento (EDE) do material (KISKO et al., 2013). Tipicamente, a EDE de aços inoxidáveis austeníticos é baixa ou moderada ($\leq 30 \text{ mJ/m}^2$) (TALONEN; HÄNNIEN, 2007; LEE et al., 2010; CURTZE et al., 2011).

Schramm e Reed (1975) relacionaram os principais elementos da composição química dos principais aços inoxidáveis com a EDE, de acordo com a equação (3).

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

Vitos e colaboradores (2006) mencionam em seu trabalho que nenhuma equação universal para a determinação do valor de EDE pode ser estabelecida, pois um único elemento pode causar efeitos distintos no valor da EDE dependendo da composição química do material em questão (TAVARES et al., 2009; VITOS; NILSSON; JOHANSSON, 2006). Entretanto, a literatura de modo geral reporta o trabalho de Schramm e Reed (1975) como referência para o cálculo de EDE de aços inoxidáveis (MORAIS, 2010).

Para as ligas do sistema Fe-Cr-Mn-C, a maclação tem sido observada como o modo de deformação preferencial quando a EDE varia entre 10 e 40 mJ/m². Para valores de EDE menores que 10 mJ/m² e maiores que 40 mJ/m², ocorrem respectivamente a formação de martensita ϵ e a formação de células de discordâncias (REMY; PINEAU, 1977). No sistema Fe-Cr-Mn-N-C, a formação de martensita induzida por deformação tem sido observada para valores de EDE menores que 15 mJ/m², enquanto que a maclação mecânica ocorre para valores superiores a 12 mJ/m² (KISKO et al., 2013). A ocorrência da transformação direta em martensita α' em um aço inoxidável austenítico 304 é reportada para valores de EDE menores que 18 mJ/m². Por outro lado, a transformação austenita (γ) $\rightarrow$ maclação $\rightarrow$ martensita α' é observada para valores de EDE entre 18-45 mJ/m² (SHEN et al., 2012).

Com relação à martensita induzida por deformação, dois tipos distintos podem ser formados: a martensita ϵ (HC) e a martensita α' (CCC) (MERTINGER et al., 2008). De acordo com vários autores a deformação de um aço inoxidável austenítico leva primeiramente à transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$, sendo que a martensita ϵ precede a nucleação da martensita α' .

Com relação a estrutura da martensita ϵ , ela é tal que em todo segundo plano $\{111\}$ da austenita existe uma falha de empilhamento paralelamente alinhada a estes planos (MARÉCHAL, 2011). É sabido que seis discordâncias parciais de Shockley passando em todo segundo plano (111) da austenita transformam doze planos (111) da austenita em doze planos (0001) de martensita ϵ (OLSON; COHEN, 1972). Shen e colaboradores (2012) ainda observaram por medidas de microscopia eletrônica de transmissão que a martensita ϵ forma-se nos planos $\{111\}$ da austenita.

A formação de uma macla, por sua vez, requer uma falha de empilhamento em todos os planos (111) adjacentes da austenita. Isso leva a crer que o mecanismo de formação de uma macla de deformação é semelhante ao mecanismo de formação de uma placa de martensita ϵ . A semelhança entre as estruturas de uma martensita ϵ e uma macla de deformação foi proposta por Maréchal (2011) e é mostrada esquematicamente na Figura 4.

A formação de martensita ϵ é um processo localizado e associado à uma grande quantidade de falhas de empilhamento. Muitos pesquisadores entendem que as falhas de empilhamento estão arranjadas em simetria hexagonal com relação às células CFC, como no caso da martensita ϵ . Portanto, n falhas de empilhamentos podem formar um cristal de

Figura 5. Formação de martensita α' a partir da intersecção de duas placas de martensita ϵ .

Fonte: retirado de (VENABLES, 1962).

para martensita α' (VENABLES, 1962). Outra possibilidade de ocorrência de nucleação de martensita α' é a intersecção entre uma placa de martensita ϵ com uma macla ou um contorno de grão (OLSON; COHEN, 1972).

De fato, vários pesquisadores estabelecem que a martensita α' nucleia-se a partir da intersecção de sítios formados pela deformação plástica (MÉSZÁROS; PROHÁSZKA, 2005; REZAEI et al. 2013; TALONEN; HÄNNINEN, 2007). Entretanto, as intersecções de defeitos criados durante a deformação plástica não correspondem unicamente aos sítios de nucleação da martensita α' . Gey e colaboradores (2005), por exemplo, observaram por meio de medidas de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – do inglês “*electron backscatter diffraction*”) a nucleação da martensita α' em uma placa isolada de martensita ϵ . Mais recentemente, Yeddu e colaboradores (2014) mostraram através de simulações que a martensita em aços inoxidáveis submetidos a cargas transientes se formam a partir dos contornos de grãos. Outros sítios de nucleação da martensita α' também são reportados na literatura (HUANG et al., 2007; NAKADA et al., 2010; MARÉCHAL, 2011).

Em um recente trabalho (MARÉCHAL, 2011) foi mostrado que o tipo de martensita formado em consequência de deformação depende do tamanho de grão austenítico. Para grãos com tamanho da ordem de submícron (UFG – do inglês, “*ultrafine grain*”) a martensita α' é nucleada predominantemente nos contornos de grão e não está necessariamente vinculada à existência da fase ϵ . Já para grãos austeníticos mais grosseiros a fase ϵ é uma fase intermediária que precede a nucleação de α' . A propagação da martensita α' , por sua vez, ocorre pela repetida nucleação de novos embriões e seus coalescimentos (SURKIALIABAD; HEDAYATI; ALAM, 2010; TALONEN; HÄNNINEN, 2007).

Outros trabalhos recentes também reportaram sobre o efeito do tamanho de grão sobre a martensita induzida por deformação em aços inoxidáveis austeníticos (KISKO et al., 2013; MATSUOKA et al., 2013). Para esse estudo, Kisko e Matsuoka (2013) utilizaram tratamentos térmicos específicos para a reversão da martensita em aços inoxidáveis austeníticos laminados a frio, visando a obtenção de microestruturas com faixas específicas de tamanho de grão austenítico. Posteriormente, essas amostras foram submetidas a deformação adicional (tração), o que permitiu o estudo da formação da martensita induzida por deformação em função do tamanho de grão inicial da fase austenítica (KISKO et al., 2013; MATSUOKA et al., 2013). Seguindo esse procedimento, ao investigar um aço inoxidável austenítico com composição 15Cr-9Mn-Ni-Cu (em % massa), Kisko e colaboradores (2013) observaram que os sítios de nucleação da martensita induzida por deformação dependem do tamanho de grão austenítico (KISKO et al., 2013). Esses autores ainda observaram que o tamanho de grão austenítico também influencia a taxa de formação da martensita induzida por deformação (KISKO et al., 2013). Em especial eles observaram que com o refinamento de grão a taxa de formação da martensita diminui (KISKO et al., 2013). Por outro lado, ao investigar um aço com composição 16Cr-10Ni (em % massa), Matsuoka e colaboradores (2013) concluíram que não existe efeito do tamanho de grão sobre a martensita induzida por deformação para esse aço. Estes trabalhos recentes mostram que apesar de muito já ter sido publicado com relação à martensita induzida por deformação e sua reversão, ainda existem questões em aberto com relação a esse tema.

2.1.2.1 Relações de orientações entre austenita, martensita ε e martensita α'

Com relação ao mecanismo de transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, uma das relações de orientação cristalográfica dessas fases é tal que (HUMBERT et al., 2007):

$$\begin{aligned} \{111\}_{\gamma} // \{0002\}_{\varepsilon} // \{011\}_{\alpha'} \\ \langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 1120 \rangle_{\varepsilon} // \langle 111 \rangle_{\alpha'} \end{aligned}$$

Tais relações de orientação entre as fases austenítica e martensítica (ε e α') são esperadas, pois a transformação martensítica é displaciva ocorrendo por meio do movimento coordenado de átomos sem que haja a difusão deles. Portanto, a martensita formada conserva relações de orientação com relação à austenita.

Bain introduziu uma teoria sobre como a austenita se transforma em martensita CCC ou HC pelo movimento coordenado de átomos (BHADESHIA; KUNDU; ABREU, 2009). Essa relação é esquematicamente mostrada na Figura 6 e assume que uma célula de martensita α' pode surgir de uma célula de austenita quando esta última contrai-se ao longo de uma direção $\langle 100 \rangle_\gamma$ e expande-se ao longo das outras duas direções $\langle 100 \rangle_\gamma$.

No caso de ferro puro à temperatura ambiente, a contração e expansão proposta por Bain corresponde a 12 e 20%, respectivamente. Entretanto, a extensão dessas distorções depende da composição química do material. Essa teoria proposta por Bain foi adotada, pois ela conseguiu explicar teoricamente a transformação martensítica por meio de movimentos mínimos de átomos (JASWON; WHEELER, 1948). Apesar de o modelo de Bain propor a correspondência entre as células de austenita e martensita, ele não infere de maneira apropriada as relações de orientação entre essas fases (HUMBERT et al., 2007).

Mais tarde, Kurdjumov e Sachs e Nishiyama e Wasserman determinaram as relações de orientação entre austenita e martensita α' experimentalmente (HEDSTRÖM, 2005). Essas descobertas experimentais indicaram que o modelo de Bain era incompleto, já que ele não previa planos invariantes. Sendo assim, um cisalhamento invariante na rede cristalina deve acompanhar a distorção de Bain. A teoria fenomenológica da transformação martensítica, portanto, estabelece que essa transformação ocorre pela transformação de Bain e um subsequente cisalhamento nas interfaces entre austenita e martensita. Esse cisalhamento, por sua vez, pode ocorrer ou por deslizamento ou por maclação. Essa teoria é esquematicamente representada na Figura 7.

Figura 6. Correspondência proposta por Bain entre uma célula unitária austenítica γ (em cinza) e uma célula unitária martensítica (α') CCC tetragonalmente distorcida (em preto).

Fonte: adaptado de (MARÉCHAL, 2011).

Figura 7. Representação esquemática da transformação martensítica. (a) distorção proposta pelo modelo de Bain; (b) cisalhamento (S) na interface entre austenita e martensita α' ; (c) maclação entre a austenita e a martensita α' .

Fonte: adaptado de (HEDSTRÖM, 2005).

Tabela 2. Resumo das relações de orientações entre martensita α' e austenita.

Nome	Relação de orientação	Número de variantes	$\langle uvw \rangle \omega_{\min}$
Bain (B)	$\{100\}_{\gamma} // \{100\}_{\alpha'}$ $\langle 100 \rangle_{\gamma} // \langle 110 \rangle_{\alpha'}$	3	$\langle 100 \rangle 45^{\circ}$
Kurdjumov-Sachs (KS)	$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha'}$ $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 111 \rangle_{\alpha'}$	24	$\langle 0,97 \ 0,18 \ 0,18 \rangle 42,85^{\circ}$
Nishiyama-Wasserman (NW)	$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha'}$ $\langle 112 \rangle_{\gamma} // \langle 110 \rangle_{\alpha'}$	12	$\langle 0,98 \ 0,08 \ 0,20 \rangle 45,98^{\circ}$
Pitsch (P)	$\{100\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha'}$ $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 111 \rangle_{\alpha'}$	12	$\langle 0,08 \ 0,20 \ 0,98 \rangle 45,98^{\circ}$
Greninger-Troiano (GT)	$\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha'}$ $\langle 123 \rangle_{\gamma} // \langle 133 \rangle_{\alpha'}$	24	$\langle 0,97 \ 0,19 \ 0,13 \rangle 44,23^{\circ}$
Greninger-Troiano' (GT)	$\{110\}_{\gamma} // \{111\}_{\alpha'}$ $\langle 133 \rangle_{\gamma} // \langle 123 \rangle_{\alpha'}$	24	$\langle 0,19 \ 0,97 \ 0,13 \rangle 44,23^{\circ}$

Fonte: adaptado de (VERBEKEN; BARBÉ; RAABE, 2009)

No que se refere às relações de orientação entre austenita e martensita α' , a Tabela 2 resume algumas informações sobre essas relações que já foram extensivamente estudadas e reportadas na literatura. A Tabela 2 ainda mostra o número de variantes para cada relação.

Por exemplo, na relação KS cada um dos quatro planos da família $\{111\}_\gamma$ pode ser paralelo a um plano da família $\{110\}_{\alpha'}$. Um plano $\{111\}_\gamma$ contém três diferentes direções $\langle 110 \rangle_\gamma$. Cada uma destas direções, por sua vez, pode ser paralela a duas direções diferentes da família $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$. Portanto, a relação KS prevê 24 diferentes variantes para a transformação martensítica. De fato, a relação de orientação entre austenita e martensita α' representa a desorientação de duas orientações cristalográficas. Essa desorientação, por sua vez, é representada normalmente por meio de um par eixo/ângulo $\langle uvw \rangle \omega$. Estas representações são mostradas na última coluna da Tabela 2 (VERBEKEN; BARBÉ; RAABE, 2009).

Para a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$, a relação Shoji-Nishiyama é extensivamente reportada na literatura (AHN et al., 2014; HERRERA; PONGE; RAABE, 2011; OGAWA; SAWAGUCHI; KAJIWARA, 2009; SEOL et al., 2013a; SEOL et al., 2013b; UEJI et al., 2013). Esta relação de orientação preconiza que $(111)_\gamma // (0001)_\epsilon$ e $[1\bar{1}0]_\gamma // [\bar{2}110]_\epsilon$.

2.1.2.2 Cinética da transformação martensítica induzida por deformação

A transformação martensítica em aços inoxidáveis austeníticos promove o aumento de resistência mecânica destes por meio da elevação da capacidade de encruamento durante a deformação plástica. Esse fenômeno é conhecido como efeito TRIP (TRIP – do inglês “*Transformation induced plasticity*”). Materiais que sofrem esse tipo de transformação possuem em geral elevada resistência mecânica, ductilidade e tenacidade e são amplamente utilizados na indústria automobilística ou como materiais estruturais (IWAMOTO; TSUTA; TOMITA, 1998; SHIRDEL; MIRZADEH; PARSA, 2015; LÜ et al., 2010; HERRERA; PONGE; RAABE, 2011; HAMADA et al., 2015). Entretanto, a transformação martensítica depende de uma série complexa de parâmetros microestruturais e do ensaio mecânico ao qual o material é submetido. Portanto, a fim de se avaliar a cinética da transformação e a consequente resposta do material, vários autores reportam na literatura modelos que avaliam quantitativamente a cinética da formação da martensita induzida por deformação. Maréchal (2011) traz um resumo dos principais modelos reportados na literatura. Esses modelos são resultados de observações empíricas e relacionam a fração volumétrica de martensita formada em função da deformação. Esses modelos ainda tentam elucidar as influências de temperatura, taxa de deformação, tamanho de grão entre outros sobre a transformação.

Entretanto, a influência da transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon$ não é explícita nesses modelos (MARÉCHAL, 2011).

Neste contexto, Tavares e colaboradores (2009) propõem um modelo de quantificação de martensita α' em função da deformação (ε) para um aço inoxidável austenítico 201 modificado laminado a frio. Para isso, esses autores determinaram a fração volumétrica de martensita α' por meio de medidas de magnetização (vide item 2.1.3) e correlacionaram esses valores às suas respectivas deformações por meio da seguinte função sigmoideal:

$$C_{\alpha'} = C_s \cdot e^{-e(-n(\varepsilon-K))} \quad (4)$$

Onde $C_{\alpha'}$ é a fração volumétrica de martensita α' ; C_s é magnetização de saturação para o material completamente martensítico; n é uma constante relacionada à velocidade de precipitação; ε é a deformação verdadeira e K é uma contante de tempo, relacionada ao estágio inicial da deformação.

O trabalho de Tavares e colaboradores (2009) mostra ainda que existe uma boa concordância entre os valores experimentais e a equação (4). Entretanto, tendo em vista todos os modelos propostos na literatura, um dos mais utilizados para a quantificação da cinética da transformação martensítica é o modelo de Olson-Cohen (BRACKE; KESTENS; PENNING, 2007; MIRZADEH; NAJAFIZADEH, 2009; PIERCE et al., 2014; SHIRDEL; MIRZADEH; PARSA, 2015). Esse modelo considera que a cinética é comandada pela taxa com a qual os sítios de nucleação da martensita α' são formados. O modelo de Olson-Cohen também assume que os sítios de nucleação são formados durante a deformação plástica. Essa suposição permite relacionar o grau de deformação à formação da martensita α' . A equação 5 mostra a lei de Olson-Cohen.

$$f\alpha' = 1 - \exp(-\beta(1 - \exp(-\alpha\varepsilon))^n) \quad (5)$$

Onde $f\alpha'$ é a fração volumétrica de martensita α' formada para uma deformação ε . De acordo com os próprios autores, esse modelo é baseado em dois parâmetros dependentes da temperatura: α e β . O parâmetro α define o curso da formação dos sítios de nucleação da martensita α' durante a deformação. Este parâmetro ainda é sensível à temperatura devido a sua dependência com relação à energia de falha de empilhamento (EDE). O parâmetro β ,

por sua vez, é proporcional à probabilidade com a qual uma intersecção de defeitos irá se tornar um embrião. Essa probabilidade também é dependente da temperatura devido à sua relação com a força motriz química (OLSON; COHEN, 1975). O modelo ainda depende de um parâmetro fixo n (constante geométrica). Para esta constante geométrica, 4,5 é o valor encontrado na literatura que melhor ajusta o modelo teórico aos resultados obtidos experimentalmente (IWAMOTO; TSUTA; TOMITA, 1998; OLSON; COHEN, 1975).

O modelo de Olson-Cohen é baseado na premissa de que a nucleação ocorre por meio de sítios criados durante a deformação plástica, não levando em consideração o importante papel da martensita ϵ , por exemplo, como um sítio em potencial para a formação da martensita α' . Apesar disso, o modelo de Olson-Cohen é amplamente utilizado para a elucidação da transformação martensítica induzida por deformação (MARÉCHAL, 2011).

2.1.2.3 Textura desenvolvida nos aços inoxidáveis austeníticos durante a laminação a frio

As texturas desenvolvidas durante a laminação a frio em metais CFC são altamente dependentes da composição química do material e da temperatura de deformação. Estes dois fatores também influenciam fortemente a EDE do material. No caso de aços inoxidáveis austeníticos, os valores típicos de EDE encontrados são baixos ou moderados ($< 30 \text{ mJ/m}^2$) (TALONEN; HÄNNINEN, 2007; LEE et al., 2010; CURTZE et al., 2011). Neste caso, os defeitos formados durante a deformação a frio são falhas de empilhamento, maclas de deformação e estrutura planar de discordâncias. Estes defeitos afetam fortemente o comportamento tensão-deformação do material e também influenciam a evolução da textura no material durante a laminação a frio (CHOWDHURY; DAS; DE, 2005).

Para a maioria dos aços inoxidáveis austeníticos, os quais possuem baixos (ou moderados) valores de EDE, a textura esperada é do tipo Brass que é desenvolvida pelos seguintes mecanismos de deformação: maclação mecânica e formação de bandas de cisalhamento. Entretanto, para um aço inoxidável austenítico 304L, é sabido que durante a deformação a energia de deformação é consumida pela transformação martensítica. Nesse caso, a textura desenvolvida nesse material é uma mistura de componentes Brass e Cobre (textura para metais CFC com elevada EDE). De fato, as componentes de textura Goss $\{011\}\langle 100 \rangle$, Brass $\{011\}\langle 211 \rangle$, Cobre $\{112\}\langle 111 \rangle$ e S $\{123\}\langle 634 \rangle$ são componentes

típicas de laminação a frio na fase austenítica em aços inoxidáveis austeníticos (KUMAR et al., 2006).

Kumar e colaboradores (2004) estudaram a evolução da textura em um aço inoxidável austenítico 304 laminado a frio. Esses autores observaram que em 30% de redução em espessura, a fase austenítica apresenta como principais componentes de textura as componentes Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ e Brass $\{011\}\langle 211\rangle$. Maiores reduções (50%) não alteraram significativamente a textura do material. Entretanto, para 70% de redução em espessura, a componente Goss sofreu uma diminuição em sua intensidade ao passo que para a componente Brass foi observado um aumento em sua intensidade. A persistência da componente Brass mesmo em elevadas deformações indica a ausência de ampla atividade de deslizamento com desvio. A formação de Brass e o enfraquecimento de Goss são reportadas como sendo assistidas por maclação mecânica (KUMAR et al., 2004).

Com relação à martensita induzida por deformação, as componentes de textura esperadas são $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{111\}\langle 123\rangle$, cubo girado $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$ (KUMAR et al., 2006). No trabalho de Kumar e colaboradores (2004), para 50% de redução em espessura, a principal componente de textura da martensita foi observada como sendo a cubo girado $\{001\}\langle 110\rangle$. Esses autores ainda comentam que essa componente é oriunda da componente Brass da austenita. Essa correspondência viria, então, pela

Figura 8. Evolução de algumas componentes de textura em um aço inoxidável austenítico laminado a frio em 30 e 90% de redução em espessura.

Fonte: adaptado de (KUMAR et al., 2004).

relação de orientação de Kurdjumov-Sachs. A outra principal componente observada é a $\{112\}\langle 110\rangle$, pertencente à fibra α . Esta componente é o produto da transformação de grãos austeníticos com orientação Goss. A componente $\{332\}\langle 113\rangle$ pertencente à fibra γ também provém da orientação Brass da austenita.

Kumar e colaboradores (2004) ainda observaram que a partir de 70% de redução em espessura não há mudanças nas componentes de textura da austenita e martensita α' . A Figura 8 mostra as funções de distribuição de orientação (em inglês “*Orientation distribution functions*” – ODF) para a austenita e martensita α' em um aço inoxidável austenítico laminado em 30 e 90% de redução em espessura (KUMAR et al., 2004). Nesta figura são apresentados somente os ângulos $\varphi_2 = 0$ e 45° do espaço de Euler.

De forma geral, segundo a relação de orientação KS, é esperado que as quatro componentes de textura mais intensas na austenita, Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, Brass $\{110\}\langle 112\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$ e Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ se transformem, respectivamente, nas componentes de textura $\{112\}\langle 110\rangle$, $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{211\}\langle 113\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ na martensita α' (KUMAR et al., 2004).

2.1.3 Técnicas para determinação da quantidade de martensita induzida por deformação

As técnicas comumente utilizadas para a quantificação do teor de martensita induzida por deformação são a difração de raios X, metalografia quantitativa realizada em conjunto com microscopias óptica e eletrônica, EBSD e as medidas magnéticas. A difração de raios X pode detectar as martensitas α' e ϵ , mas é limitada a frações volumétricas maiores do que cerca de 5% (CULLITY, 1978). A detecção de martensita por metalografia quantitativa, apesar de fornecer informações referentes à distribuição, morfologia e quantidade dessa fase, fornece resultados referentes às superfícies das amostras investigadas.

Assim como a fase austenítica, a martensita ϵ é paramagnética, enquanto que a martensita α' é ferromagnética (Mertinger et al., 2008). Já que a martensita α' é ferromagnética, a fração dessa fase martensítica presente no aço é proporcional à magnetização de saturação (M_s) da amostra (TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000). Dessa maneira a quantidade de martensita induzida por deformação pode ser obtida por meio de medidas de magnetização. Além do mais, os resultados obtidos provêm do volume da amostra e não apenas da sua superfície.

Em comparação aos aços inoxidáveis austeníticos da série 300, existem poucos trabalhos que correlacionam a evolução microestrutural com as propriedades magnéticas para os aços da série 200 (REZAEI et al., 2013; TAVARES et al., 2009).

2.1.4 Reversão da martensita induzida por deformação

A martensita induzida por deformação pode ser revertida mediante tratamento térmico e a faixa de temperatura definida para reversão é diferente para cada fase martensítica. Martins e colaboradores (1998) estudaram a reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 304L. Eles observaram que a reversão é um fenômeno pouco sensível ao tipo do aço, à deformação e a tratamentos térmicos de precipitação prévios à deformação plástica do material. Entretanto, Tavares e colaboradores (2000) reportaram que o efeito da deformação prévia no material influencia as temperaturas de início e término de reversão da martensita induzida por deformação. Esses autores mostraram que as temperaturas de início e término da reversão aumentam com a diminuição da deformação do material (TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000).

Vários trabalhos na literatura reportam diferentes faixas de temperatura onde ocorre a reversão da martensita (ϵ e α') (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003). Segundo Moraes (2010), a reversão da martensita ϵ ocorre no intervalo de temperatura entre 150 e 400°C e a reversão da martensita α' ocorre entre 400 e 800°C. Padilha e colaboradores (2003) ainda listam várias temperaturas de reversão da martensita encontradas por vários pesquisadores e concluem que as temperaturas de reversão da martensita induzida por deformação são muito menores que as temperaturas de recristalização dos materiais investigados (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003).

De acordo com Poulon-Quintin e colaboradores (2009) o mecanismo de reversão da martensita induzida por deformação depende da composição química do aço inoxidável austenítico, principalmente dos teores de Ni e Cr. Guy e colaboradores (1983) encontraram que as temperaturas de início e término da reversão da martensita diminuem com o aumento do teor de níquel. Muitos trabalhos evidenciam que a reversão da martensita induzida por deformação pode ocorrer através de mecanismos de cisalhamento atômicos e mecanismos difusionais isotérmicos (GUY; BUTLER; WEST, 1983; LO; SHEK; LAI, 2009; MARTINS; PLAUT; PADILHA, 1998; PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000).

A austenita revertida pelo mecanismo de cisalhamento herda da martensita α' antecedente as elevadas densidades de discordâncias. Essas discordâncias se rearranjam com a continuação do tratamento térmico de reversão, formando células e subgrãos na fase austenítica revertida. Isso leva a um refinamento microestrutural. Pelo mecanismo difusional, a austenita se reverte pela nucleação de embriões de austenita na fase martensítica. A medida que o tratamento de reversão prossegue, esses embriões crescem (LO; SHEK; LAI, 2009).

Segundo Guy e colaboradores (1983) a nucleação da austenita revertida pode ocorrer nas interfaces entre a martensita α' e a austenita remanescente ou nos contornos entre martensitas α' . No primeiro caso, os novos grãos nucleados crescem com a orientação da austenita deformada. Entretanto, no segundo caso a austenita nucleada não possui traços da austenita deformada. Por isso, durante o recozimento de reversão, a austenita revertida pode ou não apresentar textura (CHOWDHURY et al., 2007; ESKANDARI et al., 2014; KUMAR et al., 2006). Como a reversão atérmica é dada pelo movimento coordenado de átomos, existe uma correspondência entre as redes cristalinas da martensita α' e a austenita revertida. Dessa maneira, a textura da austenita revertida pode se manter como aquela textura da austenita deformada. No caso da reversão dada por difusão, a ordem de arranjo dos átomos na austenita revertida é diferente da martensita α' devido ao maior fluxo de átomos ocorrido durante a transformação. Até mesmo a composição química entre austenita revertida e martensita α' pode ser diferente. Portanto, aquela correspondência atômica observada na reversão atérmica deixa de existir e a austenita revertida pode apresentar outras componentes de textura ou mesmo textura aleatória (ESKANDARI et al., 2014; KUMAR et al., 2006). Chowdhury e colaboradores (2007) avaliaram os efeitos da reversão e recristalização sobre a textura de um aço inoxidável austenítico 304L laminado a frio. Estes autores inferiram que a austenita revertida conserva a textura da austenita deformada durante a laminação. Entretanto, a recristalização promove mudanças significativas na textura do material. Eskandari e colaboradores (2014) também observaram que a reversão da martensita em austenita fortalece as componentes de textura Goss e Brass desenvolvidas durante a laminação a frio.

Como já dito anteriormente, a reversão da martensita leva ao refino de grão austenítico. Esse efeito melhora as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos e recentemente muitos autores têm dado atenção ao refino de grão por meio da reversão da martensita em aços inoxidáveis austeníticos deformados a frio (BAGHBADORANI et al., 2015; HAMADA et al., 2015; KUMAR; SHARMA; MAHATO, 2011; KUMAR et al.,

2015; SRIKANTH et al., 2013). De fato, somente o uso de deformação plástica para refinar a microestrutura dos materiais não é, por si só, benéfico devido à inserção de anisotropias nas propriedades mecânicas do material. Entretanto, o refino microestrutural pela reversão leva a uma melhora das propriedades mecânicas de maneira isotrópica nos aços inoxidáveis austeníticos (HAMADA et al., 2015). Além disso, a boa combinação de resistência e plasticidade oferecida pelos aços inoxidáveis austeníticos com estrutura ultra-fina de grão também é atribuída à capacidade desses materiais encruarem durante a deformação por meio da formação da martensita induzida por deformação (efeito TRIP) (KUMAR; SHARMA; MAHATO, 2011;).

2.2 Materiais ferromagnéticos e suas propriedades magnéticas

Os materiais ferromagnéticos são constituídos de pequenos volumes no seu interior onde existe um alinhamento mútuo dos momentos de dipolo magnético. Esses volumes, por sua vez, são conhecidos como domínios. Cada domínio é separado por regiões conhecidas como contornos ou paredes de domínio que não necessariamente correspondem aos contornos de grão do material. Sendo assim, em um material policristalino um único grão pode possuir vários domínios magnéticos (CALLISTER, 2008). Essa configuração, entretanto, é observada apenas quando esse material encontra-se abaixo de uma temperatura específica, chamada de temperatura de Curie. Acima dessa temperatura, o material torna-se paramagnético.

Para uma amostra não-magnetizada (ou desmagnetizada), a soma vetorial de todos os dipolos magnéticos, considerando-se todos os domínios magnéticos existentes no material, é nula. Para esse material, a magnetização (M) varia com o campo magnético (H) conforme mostrado na Figura 9. Para a condição $H = 0$ temos que a magnetização no material é nula (ponto 0 na Figura 9). Com o aumento do campo magnético aplicado, os domínios, cujos dipolos magnéticos se encontram favoravelmente alinhados ao campo, crescem em detrimento dos domínios para os quais essa condição não se verifica. Esse processo ocorre com o aumento do campo aplicado até que o material se torne um único domínio (4). A magnetização de saturação (M_s) é atingida quando os dipolos desse domínio ficam orientados em relação ao campo (5) (CALLISTER, 2008).

A partir da saturação, ao se diminuir o campo magnético aplicado, a curva de $M \times H$ não segue o trajeto original, produzindo um efeito de histerese, como pode ser visto na

Figura 9. Comportamento da magnetização em função do campo magnético aplicado a um material desmagnetizado. Também é mostrada a evolução da configuração dos domínios magnéticos ao longo da magnetização do material.

Fonte: adaptado de (CALLISTER, 2008).

Figura 10. Representação esquemática de um laço de histerese para um material ferromagnético. Também são mostrados os valores de remanência ($+R$ e $-R$), campo coercivo ($+H_c$ e $-H_c$) e saturação (S e S').

Fonte: adaptado de (CALLISTER, 2008)

Figura 10 (CALLISTER, 2008). À curva mostrada na Figura 10 é dado o nome de laço de histerese. Quando o campo aplicado atinge zero, existe uma magnetização residual no material chamada de remanência (R). Em outras palavras, o material nesse ponto encontra-se magnetizado na ausência de um campo aplicado. Para se reduzir essa magnetização

residual a zero no material, é necessário que seja aplicado um campo H_c na direção oposta à do campo original. O campo H_c é conhecido como campo coercivo. Com um maior aumento do campo aplicado na direção oposta, o material atinge novamente a saturação (S), na direção oposta àquela atingida inicialmente. Uma posterior diminuição do valor do campo aplicado leva a um valor negativo de magnetização remanente. A partir desse ponto, com o aumento do campo magnético na direção oposta se completa o laço de histerese (CALLISTER, 2008).

2.3 Propriedades magnéticas e as transformações microestruturais nos aços inoxidáveis austeníticos

A magnetização de saturação (M_s) está diretamente relacionada ao teor de fase ferromagnética presente no material. O campo coercivo (H_c), por sua vez, é um dos parâmetros magnéticos mais utilizados para a detecção de mudanças microestruturais em diferentes materiais (MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004; OYARZÁBAL et al., 2007; RENZETTI et al., 2011; OLIVEIRA et al., 2013). A coercividade reflete a intensidade de aprisionamento das paredes dos domínios magnéticos, sendo fortemente afetada pelo tamanho de grão (d) e densidade de discordâncias (ρ) (ARZT et al., 1998). Diversos trabalhos reportam que, para aços ferríticos, valem as seguintes relações (MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004; OYARZÁBAL et al., 2007):

$$H_c \propto \sqrt{\rho} \quad (6)$$

$$H_c \propto \frac{1}{d} \quad (7)$$

Essas equações refletem o fato de que o aumento na densidade de discordâncias e o decréscimo de tamanho de grão acarretam um maior aprisionamento das paredes dos domínios e, portanto, aumentam a coercividade do material (ZHANG et al., 2005).

No que se refere à transformação martensítica induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos, M_s aumenta proporcionalmente ao teor de fase martensítica no material, já que essa fase é ferromagnética. Entretanto, o comportamento do campo coercivo não é regido pelas equações (6) e (7). Nesse caso, o comportamento do campo coercivo é ditado pela forma e distribuição da fase martensítica, como observado por diversos autores (MUMTAZ et al., 2004; ZHANG et al., 2005; MITRA et al., 2004).

Figura 11. Representação esquemática da formação de martensita para (a) baixas deformações; (b) deformações intermediárias e (c) elevadas deformações em um aço inoxidável austenítico 304.

Fonte: adaptado de (MITRA et al., 2004).

Para pequenas deformações de um aço inoxidável austenítico, um notável aumento no valor de H_c tem sido reportado (BREDDA, 2012; MIURA et al., 2014; MUMTAZ et al., 2004). Após esse pico no valor de H_c , maiores deformações levam a uma diminuição do mesmo. Essas observações são justificadas com base no tamanho médio da martensita induzida por deformação. Para baixos níveis de deformação, a martensita formada se apresenta na forma de agulhas finas distribuídas na matriz austenítica. Devido ao grande número de interfaces entre as fases austenita e martensita, nesse regime existe um aumento de H_c com a deformação. Com o posterior aumento da deformação mais agulhas de martensita se formam e coalescem na matriz austenítica na forma de ilhas, facilitando o movimento das paredes de domínios magnéticos, o que resulta na diminuição de H_c . Ainda de acordo com Mumtaz e colaboradores (2004), a magnitude do campo coercivo é dependente do ângulo entre a direção de laminação e a direção do campo aplicado.

Mitra e colaboradores (2004) propuseram um mecanismo para explicar esse comportamento não usual de H_c (diferente do previsto pelas Equações (6) e (7)), conforme representado na Figura 11. Nessa figura é mostrada uma representação esquemática relativa à martensita induzida por deformação em um aço inoxidável austenítico. Enquanto a deformação é tal que não existe uma conexão entre as regiões de martensita (Figura 11 (a)), o H_c tende a aumentar com a deformação até atingir uma saturação. Entretanto, para altas deformações, onde existe uma conexão entre as regiões martensíticas, o H_c tende a diminuir com a deformação (Figura 11 (c)) (MITRA et al., 2004).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material utilizado

O material investigado nesse trabalho foi o aço inoxidável austenítico AISI 201, gentilmente cedido pela *Aperam South America* (Timóteo – MG), cuja composição química nominal é apresentada na Tabela 3.

Tabela 3. Composição química (em % mássica) do aço inoxidável austenítico AISI 201.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al
0,0237	7,018	0,382	0,037	0,0014	17,06	4,07	0,0429	0,0047
Cu	Co	V	Nb	Ti	Sn	W	N	O
0,0717	0,0616	0,0408	0,0038	0,0041	0,0064	0,0147	0,164	0,0029

3.2 Corte e laminação do material de partida

A chapa do material utilizada neste trabalho possuía inicialmente 3 mm de espessura e cerca de 20 mm de largura. Para a caracterização do material de partida, foram retiradas dessa chapa três amostras com dimensões iguais a 5 x e x 5 mm, onde “e” é a espessura da chapa. Essas amostras foram embutidas em resina fenólica de modo a permitir a preparação metalográfica das faces perpendiculares à direção de laminação (DL), à direção transversal (DT) e à direção normal (DN), respectivamente. Após preparação metalográfica e a determinação do tamanho médio de grão, foram feitas medidas de microdureza Vickers nessas três amostras. Ainda do material de partida foram retiradas amostras específicas com dimensões de 1 x e x 5 mm, sendo a maior dimensão paralela à DL e “e” a espessura da chapa. Essas amostras foram utilizadas para medidas de magnetização. Após a caracterização do material de partida e partindo-se da chapa de 3 mm de espessura, o material foi laminado a frio utilizando-se um laminador DUO-FENN de tal modo a se obter chapas com 20, 40 e 60% de redução na espessura. O procedimento para essas reduções foi o seguinte: parte da chapa recebida foi laminada a frio até atingir uma redução na espessura de 20%. A chapa com redução em espessura de 20% foi cortada ao meio. Metade dessa chapa reduzida foi guardada para posterior caracterização. A outra metade, por sua vez, foi laminada a frio até que sua espessura atingisse uma redução em espessura de 40% em relação à espessura da chapa inicial. Analogamente ao que foi feito anteriormente, a chapa com

Figura 12. Representação esquemática mostrando a redução em espessura das chapas do aço inoxidável austenítico AISI 201. Também são indicadas as espessuras das chapas, a redução sofrida e a respectiva deformação (ϵ).

Fonte: elaborado pelo autor

redução em espessura de 40% foi cortada em duas metades. Uma das metades foi utilizada para caracterização, enquanto a outra foi laminada a frio novamente até que sua espessura atingisse uma redução em espessura de 60% em relação à chapa inicial. Devido ao elevado encruamento do material, não foi possível obter reduções em espessura superiores à 60%. A Figura 12 mostra esquematicamente as chapas reduzidas, as espessuras de cada chapa e a deformação (ϵ) imposta em cada processo de redução.

3.3 Corte, recozimento isotérmico e preparação metalográfica

Para caracterização microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201, amostras com dimensões iguais a 1 x e x 5 mm, onde “e” é a espessura da chapa, foram obtidas para cada grau de redução do material (0, 20, 40 e 60%). A maior dimensão (5 mm) foi obtida paralelamente à DL, conforme mostrado esquematicamente na Figura 13. Para isso, utilizou-se uma cortadeira de baixa velocidade Isomet 1000 (Buehler) com disco diamantado.

Na sequência, essas amostras foram imersas em acetona e submetidas a ultra-som por 10 min. Após esse procedimento de limpeza, as amostras obtidas das chapas laminadas a frio foram encapsuladas sob vácuo, recozidas na faixa de temperaturas de 200 a 800°C por 60 min e resfriadas ao ar. Amostras adicionais, obtidas do material laminado a frio com redução na espessura de 60%, foram também obtidas conforme descrito acima, recozidas nas temperaturas de 400-800°C por vários tempos (5-180 min) e resfriadas ao ar. Todos os recozimentos mencionados foram realizados em um forno resistivo Lindberg Blue.

Figura 13. Representação esquemática dos cortes realizados para caracterização microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201.

Fonte: elaborado pelo autor.

As amostras foram embutidas a quente em resina fenólica, utilizando-se uma embutidora Termopress 2. O embutimento foi realizado de tal modo a permitir a preparação metalográfica da face perpendicular à DT.

Após o embutimento as amostras foram lixadas, utilizando-se uma politriz Arotec Aropol 2V, com lixas das seguintes granaturas: 800, 1000, 1200 e 2400. Para a etapa do polimento foi utilizada uma politriz semi-automática Leco Spectrum System 1000, aplicando-se uma força de 100 a 150 N, a uma rotação de 200 rev/min durante 30 minutos, com solução de polimento OP-U.

3.4. Ataques químicos e caracterização microestrutural via microscopias óptica e eletrônica de varredura

As amostras obtidas do material de partida, após serem preparadas metalograficamente conforme descrito no item 3.3, foram atacadas eletroquimicamente com solução de ácido oxálico (10% m/v) por 30 s utilizando-se uma tensão constante de 3V. Uma outra amostra do material de partida ainda foi preparada de acordo com o item 3.3 e atacada eletroliticamente com solução de hidróxido de sódio utilizando-se uma tensão constante de 3 V por 30 s. Este ataque revela seletivamente a ferrita δ da microestrutura.

Para as amostras obtidas das chapas laminadas a frio, foram realizados ataques eletroquímicos com solução de ácido oxálico (10% m/v) utilizando-se uma tensão constante de 3V por 30 s.

Após preparação metalográfica e ataque eletroquímico, as amostras mencionadas acima foram caracterizadas via microscopia óptica (MO) utilizando-se um microscópio Zeiss modelo Axiovert 40 MAT com uma câmera analógica Zeiss modelo AxioCam ERc 5s. Para aquisição e o processamento das imagens foi utilizado o *software* AxioVision Rel. 4.8.2.

As amostras tratadas entre 500-800°C por 180 min e preparadas metalograficamente foram caracterizadas via microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando-se de um microscópio MEV modelo LEO-1450-VP. As imagens foram obtidas na condição de elétrons retroespalhados com uma tensão de aceleração de 20 kV.

3.5 Caracterização microestrutural via metalografia quantitativa

As amostras obtidas do material de partida (vide item 3.2), após preparação metalográfica conforme descrito no item 3.3 e com posterior ataque eletroquímico com ácido oxálico (item 3.4), foram utilizadas para metalografia quantitativa. A partir das imagens geradas por microscopia óptica (item 3.4) e utilizando-se o programa IMAGE-J (Wayne Rasband, National Institutes of Health, USA), foi obtido o tamanho médio de grão do material através do método do intercepto linear.

3.6 Caracterização microestrutural via medidas de microdureza Vickers

Após a preparação metalográfica, foram feitas medidas de microdureza Vickers em todas as amostras utilizando um microdurômetro Micromet 2004 com carga de 200 gf durante 30 s. As medidas foram feitas no centro das amostras, as quais receberam 20 indentações, sendo respeitado o espaçamento de três indentações entre uma indentação e outra.

Também foram realizadas medidas de microdureza Vickers nas faces perpendiculares à DL, DT e DN do material de partida (amostras de dimensões iguais a 5 x e x 5 mm, onde “e” é a espessura do material), conforme as especificações mencionadas no parágrafo acima.

3.7 Corte de amostras, recozimento e medidas de magnetização

Para a realização das medidas de magnetização, amostras do material em cada grau de redução em espessura (0, 20, 40 e 60%) foram obtidas com as seguintes dimensões: 1 x e x 5 mm, sendo a maior dimensão paralela à DL e “e” a espessura da chapa, como mostrado na Figura 13.

Figura 14. Representação esquemática do corte das amostras para medidas de magnetização do aço inoxidável austenítico AISI 201.

Fonte: elaborado pelo autor.

Amostras adicionais com dimensões de 1 x 1,2 x 5 mm foram obtidas da chapa laminada a frio com redução na espessura de 60%. A maior dimensão (5 mm) foi obtida paralelamente à DL, conforme mostrado esquematicamente na Figura 14. Todos os cortes mencionados foram realizados com auxílio de uma cortadeira de baixa velocidade com disco diamantado Isomet-100 (Buehler).

As amostras obtidas do material laminado em 60% de redução em espessura foram, então, imersas em acetona e submetidas a ultra-som por 10 min. Na sequência desse processo de limpeza, as amostras foram encapsuladas sob vácuo, recozidas na faixa de temperaturas de 200 a 800°C por vários tempos (5-180 min) em um forno Lindberg Blue e resfriadas ao ar.

Após os recozimentos, as amostras utilizadas para as medidas de magnetização foram pesadas utilizando-se uma balança analítica digital. As curvas de magnetização foram obtidas utilizando-se um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) da EG & G Princeton Applied Research, instalado no IF-USP. Essas medidas foram feitas em temperatura ambiente, com o campo aplicado paralelamente à maior direção da amostra, a qual coincide com a direção de laminação (DL) do material. O máximo valor de campo aplicado foi de 16 kOe. Os laços de histerese foram obtidos utilizando-se as seguintes razões para variação do campo aplicado: 0,4 kOe/min para $|H| < 0,5$ kOe; 1,8 kOe/min para $0,5 < |H| < 5$ kOe e 10 kOe/min para $5 \text{ kOe} < |H| < 16$ kOe. A partir dos laços de histerese foram obtidos os valores de magnetização de saturação (M_s) e do campo coercivo (H_c) para cada amostra. Os erros associados aos valores de H_c e M_s são ± 5 Oe e 3% do próprio valor de M_s , respectivamente.

3.8 Corte de amostras para determinação da temperatura de Curie

Para a determinação da temperatura de Curie das fases ferromagnéticas do material (ferrita δ e martensita induzida por deformação), quatro amostras com dimensões iguais a 4

x e $x/2$ mm, onde “ e ” é a espessura do material, foram obtidas das chapas nas condições “como recebido” e laminado em 60% de redução em espessura. Essas amostras, duas para cada condição, foram cortadas de tal maneira que a maior dimensão (4 mm) foi obtida paralelamente à DL.

Das quatro amostras obtidas, duas (uma para cada condição de redução em espessura) foram imersas em água régia (10 mL de ácido nítrico, 30 mL de ácido clorídrico e 25 mL de água destilada) por 30 segundos a fim de se remover qualquer martensita induzida por deformação gerada na superfície da amostra durante os cortes. Na sequência, todas as amostras foram imersas em acetona e submetidas a ultra-som por 10 min.

Para as amostras descritas acima foram obtidas curvas de magnetização ($M \times T$), utilizando-se um VSM Lakeshore – Model 7404 (instalado no IF-USP). Para um dado campo fixo (aplicado paralelo à DL), para a obtenção das curvas de $M \times T$ cada amostra foi aquecida da temperatura ambiente até 900°C, com uma taxa de aquecimento igual a 3 °C/min. O campo aplicado foi escolhido de modo a produzir uma magnetização em temperatura ambiente da ordem de 10% de M_s nessa amostra. A temperatura de Curie foi determinada como a temperatura na qual a magnetização do material caiu a zero.

3.9 Corte de amostras e medidas de magnetização *in situ*

Os experimentos de magnetização *in situ* foram realizados em duas etapas. Para a primeira etapa, duas amostras foram obtidas do material laminado em 60% de redução em espessura com as seguintes dimensões: $4 \times e \times 2$ mm, onde “ e ” é a espessura do material e, neste caso, é igual a 1,2 mm. Para uma das amostras, a maior dimensão (4 mm) foi obtida paralelamente à DL, conforme mostra a Figura 15 (a). Uma segunda amostra foi obtida do material laminado com as mesmas dimensões, porém com a maior dimensão (4 mm) obtida perpendicularmente à DL, conforme mostra a Figura 15 (b).

Para ambas as amostras foram obtidos laços de histerese nas temperaturas de 200, 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C, utilizando-se um VSM Lakeshore – Model 7404. O campo máximo aplicado foi de 11 kOe e o campo variou a uma taxa de 50 Oe/s. Para uma das amostras o campo foi aplicado de tal forma que $H \parallel DL$, como mostrado na Figura 15 (a), condição que será referenciada nesse texto como “condição paralela”. Para a outra amostra, o campo foi aplicado na “condição perpendicular”, ou seja, $H \perp DL$, conforme mostrado na Figura 15 (b).

Figura 15. Representação esquemática do corte das amostras para a primeira etapa das medidas de magnetização *in situ*. O campo foi aplicado paralelo à DL para a amostra cortada como mostrado em (a) e perpendicular à DL para a amostra cortada como em (b).

Fonte: elaborado pelo autor.

Referente à cada condição, uma amostra inicialmente foi aquecida da temperatura ambiente até 200°C com uma taxa de aquecimento igual a 3°C/min, em atmosfera de argônio. Após atingir 200°C, a amostra permaneceu nessa temperatura por 15 min. Transcorridos esses 15 min, iniciou-se a obtenção da curva de histerese, aplicando-se o campo magnético paralelamente à maior dimensão da amostra. Para a obtenção dessa curva, foram necessários mais 15 min. Portanto, a amostra permaneceu aquecida em 200°C por 30 min. Terminada a obtenção da primeira curva de histerese, diminuiu-se o campo magnético até o valor de 0 Oe e iniciou-se o aquecimento da amostra com a mesma taxa de aquecimento até que se atingisse 300°C. A amostra permaneceu nessa temperatura por 15 min e após isso iniciou-se a obtenção da curva de histerese (mais 15 min para obtenção da histerese foram necessários). Esse procedimento foi repetido até que a última curva de histerese fosse obtida em 800°C. Após a obtenção da última curva de histerese, o campo magnético foi levado a 0 Oe e a amostra resfriada de acordo com a inércia térmica do forno, sob atmosfera de argônio. Para esse protocolo deu-se o nome de “*ciclo completo*”.

Para a segunda etapa dos experimentos *in situ*, quatro amostras foram obtidas do material laminado a frio (60%) com as dimensões iguais a 4 x e x 2 mm, onde “e” é a espessura da chapa. A maior dimensão de todas as amostras foi obtida paralelamente à DL. O protocolo dos ensaios de magnetização *in situ* na segunda etapa foi o mesmo que aquele utilizado na primeira etapa, descrito acima. Entretanto, para a primeira amostra, o ensaio foi interrompido após ter-se atingido 500°C e a curva de histerese medida nessa temperatura. Para a segunda, terceira e quarta amostras, os ensaios foram interrompidos após se obter a última curva de histerese em 600, 700 e 800°C, respectivamente. Todos os resfriamentos

ocorreram na inércia do forno sob atmosfera de argônio. Aqui deu-se aos quatro ensaios os nomes de *ciclo até 500°C*, *ciclo até 600°C*, *ciclo até 700°C* e *ciclo até 800°C*, respectivamente.

Em ambas as etapas destes experimentos de magnetização *in situ*, a partir dos laços de histerese foram obtidos os valores de M_s e H_c para cada amostra. Os erros associados aos valores de H_c e M_s são ± 5 Oe e 2% do próprio valor de M_s , respectivamente.

3.10 Corte de amostras e medidas de difração de raios X

Para as medidas de difração de raios X, amostras do material para todos os graus de redução em espessura (0, 20, 40 e 60%) foram obtidas com as seguintes dimensões: 10 x e x 20 mm, onde “e” é a espessura da amostra. A maior dimensão (20 mm) foi obtida paralelamente à DL. Todos os cortes mencionados foram realizados com auxílio de uma cortadeira de baixa velocidade com disco diamantado Isomet-100 (Buehler). Após a obtenção das amostras, elas tiveram sua espessura “e” reduzida pela metade através de lixamento convencional com lixas da seguinte granaturas: 500, 600, 800. A Figura 16 mostra esquematicamente as etapas de corte e redução da espessura das amostras utilizadas para as medidas de difração de raios X.

Após a redução em espessura, as amostras foram coladas em um suporte metálico cilíndrico com auxílio de uma cola térmica de tal modo a permitir a preparação metalográfica na face perpendicular à direção normal (DN). As amostras foram então lixadas, utilizando-se uma politriz Arotec Aropol 2V, com lixas das granaturas de 1000, 1200, 2400 e 4000. Em seguida as amostras foram polidas com solução de polimento OP-U. Por fim, essas amostras foram imersas em acetona e submetidas a ultra-som por 10 min.

As medidas de difração de raios X foram feitas utilizando-se um difratômetro de raios X da marca Shimadzu, modelo XRD 6000, com radiação de molibdênio $K\alpha$, intervalo

Figura 16. Representação esquemática dos cortes das amostras utilizadas para medidas de difração de raios X.

Fonte: elaborado pelo autor.

angular de 10 a 80°, passo angular de 0,05° e tempo de contagem de 3 s. Para a análise dos difratogramas obtidos e a indexação dos correspondentes picos, utilizou-se o *software* PowderCell v2.4.

3.11 Corte e caracterização via EBSD

Para caracterização microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201 via EBSD, amostras com dimensões iguais a 1 x e x 5 mm, onde “e” é a espessura da chapa, foram obtidas para cada grau de redução do material (0, 20, 40 e 60%). A maior dimensão (5 mm) foi obtida paralelamente à DL. Para isso, utilizou-se uma cortadeira de baixa velocidade Isomet 1000 (Buehler) com disco diamantado. Duas amostras representativas foram cortadas da chapa reduzida em 60% em espessura, nas mesmas condições mencionadas acima, e recozidas sob vácuo em 600 e 700°C por 1 hora.

Todas amostras, então, foram embutidas em resina fenólica e preparadas convencionalmente conforme descrito no item 3.3. Após preparação metalográfica convencional, as amostras laminadas em 40%, 60% e aquelas laminadas em 60% de redução em espessura e recozidas em 600 e 700°C por 1 hora foram desembutidas e polidas eletroliticamente com solução de ácido sulfúrico (20% em volume) em metanol, usando uma tensão de 12 V por 30 segundos.

As amostras obtidas para os graus de redução iguais a 0 e 20% foram caracterizadas via EBSD por meio de um microscópio eletrônico de varredura FEG-SEM Quanta 200 acoplado a um sistema da Pegasus (TSL-OIM), instalado no IFIR – Rosario, Argentina. Para cada mapeamento, utilizou-se um *stepsize* igual a 40 nm.

Para a caracterização via EBSD das demais amostras, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura Zeiss Merlin operado em 12 kV e acoplado com um sistema de EBSD com uma câmera de alta velocidade EDAX Hikari. Esse sistema encontra-se instalado no KIT – Karlsruhe, Alemanha. Mapeamentos de 50 x 50 μm^2 foram realizados nas amostras mencionadas utilizando um *stepsize* de 40 nm.

Os resultados apresentados nesse trabalho foram gerados por meio do *software* OIM da TSL. Para o processo de limpeza dos mapeamentos foram utilizados os modos *Confidence index* (CI) *correlation* e *Grain Dilation*. Os pontos dos mapeamentos com CI abaixo de 0,1 foram removidos dos mapeamentos. Para o modo de *Grain Dilation*, um ângulo de tolerância de grão igual a 5° foi utilizado bem como um tamanho mínimo de grão igual a 10 *pixels*.

3.12 Corte e caracterização via microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Amostras do material laminado em 60% de redução em espessura foram cortadas com as seguintes dimensões: $\sim 4 \times e \times 6$ mm, onde “e” é a espessura do material e, neste caso, igual a 1,2 mm. Essas amostras, então, foram lixadas até que se reduzisse a espessura para um valor igual a 120 μm . Com isso, discos com 3 mm de diâmetro foram cortados e desbastados ionicamente em um equipamento para afinamento eletrolítico modelo Tenu-Pol-5 (Struers). Para o desbaste iônico foi utilizada uma solução de ácido sulfúrico em metanol (20% vol.) com uma tensão aplicada igual a 12 V.

As amostras preparadas foram analisadas utilizando-se dois microscópios eletrônicos de transmissão: Philips CM 30 e Philips FEI TECNAI-20 F, operados em uma tensão de 200 kV. Ambos os microscópios encontram-se instalados no KIT – Karlsruhe, Alemanha.

3.13 Thermo-calc©

O *software* Thermo-calc© acoplado com a base de dados TCFE-7 foi utilizado nesse trabalho para a previsão da formação das possíveis fases em função da temperatura para o aço inoxidável austenítico AISI 201. Para este material, ainda foi-se determinada a variação composição química da fase CCC em função da temperatura. Para esses cálculos, foi indispensável a utilização da composição química do material.

3.14 Textura

As mesmas amostras cortadas para as medidas de difração de raios X (item 3.10) foram utilizadas para as medidas de textura. Tais medidas de textura foram realizadas em um goniômetro de textura MPD Philips instalado no IFIR – Rosario, Argentina. Para tais medidas foi utilizada uma radiação Cu-K α (40 kV, 20 mA). O processamento dos dados obtidos e a confecção das funções de distribuição de orientação (ODF) foi realizado por meio do *software* popLA©.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Material de partida

A Figura 17 mostra a microestrutura do material na condição “como recebido” (laminado a quente), obtida via microscopia óptica (MO). Nessa imagem é perceptível uma microestrutura completamente recrystalizada e a presença de ilhas de ferrita δ alinhadas à direção de laminação (DL). A Tabela 4 mostra os valores de microdureza Vickers e do tamanho médio de grão do material de partida para os planos perpendiculares às direções de laminação (DL), transversal (DT) e normal (DN), respectivamente. Observa-se que a dureza do material e o tamanho médio de grão nos três planos não possuem diferenças significativas.

Tabela 4. Microdureza Vickers e tamanho médio de grão do aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição “como recebido”.

	DT	DL	DN
Microdureza Vickers (HV)	257 ± 14	244 ± 10	242 ± 10
Tamanho médio de grão (μm)	17 ± 3	19 ± 3	19 ± 2

Figura 17. Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição “como recebido”. Micrografia obtida via microscopia óptica com um aumento de 500x.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 18. Microestrutura do material de partida, após ataque eletroquímico com NaOH para revelação apenas da ferrita δ . Imagem obtida via MO.

Fonte: elaborado pelo autor.

A fim de se estimar a fração volumétrica de ferrita δ no aço AISI 201, uma amostra do material na condição “como recebido” foi preparada metalograficamente (item 3.4) de modo a revelar apenas a ferrita δ , como mostrado na Figura 18. Nessa imagem, é possível observar as ilhas de ferrita δ em uma matriz austenítica. A partir da análise de 15 campos escolhidos aleatoriamente na amostra, utilizando-se de metalografia quantitativa, determinou-se que a porcentagem volumétrica de ferrita δ no material é $2,0 \pm 0,8 \%$.

Por outro lado, dado que a ferrita δ é ferromagnética, é possível determinar a fração volumétrica de ferrita δ também por meio de medidas de magnetização, como descrito a seguir.

Merinov e colaboradores (1978) determinaram empiricamente que a fração de ferrita δ em aços inoxidáveis austeníticos pode ser calculada através da fórmula (MERINOV et al., 1978):

$$\% \delta = \frac{4\pi I}{4\pi I_{\delta}} \cdot 100 \quad (7)$$

Onde $4\pi I$ é a magnetização de saturação da amostra contendo a ferrita δ e $4\pi I_{\delta}$ é a magnetização de saturação da ferrita δ naquele material medido. O termo $4\pi I_{\delta}$ pode ser

calculado levando-se em conta a composição química da ferrita δ no aço analisado através da equação (8), onde os teores dos elementos são introduzidos em % em massa:

$$4\pi I_{\delta} = 2,1 - 0,0275 \%Cr - 0,0330 \%Ni - 0,0260 \%Mo - 0,0670 \%Ti - 0,0610 \%Si - 0,0630 \%Al - 0,0600 \%V - 0,0280 \%Mn \quad (\text{Tesla}) \quad (8)$$

Para determinar a composição química da ferrita δ no aço inoxidável austenítico AISI 201, utilizou-se do programa Thermo-calc© e levou-se em consideração a composição química do material. A Figura 19 mostra a composição química da ferrita δ em várias temperaturas prevista pelos cálculos do Thermo-calc©.

Figura 19. Variação da composição química da ferrita δ em função da temperatura, obtida via Thermo-calc©. As linhas pontilhadas abaixo da temperatura indicada mostram que a ferrita δ encontra-se fora do seu campo termodinâmico de estabilidade.

Fonte: elaborado pelo autor.

Tabela 5. Composição química da ferrita δ em ~1220°C (em equilíbrio).

Elemento	Al	C	Cr	Cu	Fe
% (m)	$6,28 \times 10^{-3}$	$5,53 \times 10^{-3}$	21,447	0,0384	69,274
Elemento	Mn	Mo	N	Ni	Si
% (m)	6,125	0,0641	0,0383	2,6	0,4

Figura 20. Laço de histerese obtido para o material na condição “como recebido”.

Fonte: elaborado pelo autor.

Sabendo que a ferrita δ é uma fase residual na matriz austenítica, aprisionada na microestrutura durante a solidificação do material (vide item 2.1.1.1), considerou-se que a composição da ferrita δ no material é aquela composição na temperatura mais baixa em que se é esperada a sua estabilidade termodinâmica, ou seja, $\sim 1220^\circ\text{C}$ de acordo com a Figura 19. Essa composição é indicada na Figura 19 por uma seta e é resumida na Tabela 5.

A partir da composição química da ferrita δ listada na Tabela 5 e da equação (8), determinou-se que a magnetização de saturação da ferrita δ no aço inoxidável austenítico AISI 201 é igual a $4\pi I_\delta = 1,17 \text{ T}$.

A Figura 20 mostra o laço de histerese obtido para uma amostra do material na condição “como recebido”, cuja massa é igual a 0,0895 g e volume igual a $0,015 \text{ cm}^3$ (vide dimensões da amostra em item 3.7). O valor de magnetização de saturação da amostra (M_s) corresponde à média aritmética dos valores de magnetização onde os laços atingem a saturação (primeiro e terceiro quadrantes). Neste caso, estimamos $M_s = 3,69 \text{ emu/g}$ ($M_s = 22,04 \text{ emu/cm}^3$) apesar de que a amostra não atingiu a saturação para o máximo campo aplicado. Das relações de conversão de unidades em magnetismo, sabe-se que $1 \text{ T} = (4\pi)^{-1} \times 10^4 \text{ emu/cm}^3$. Portanto, o valor de $4\pi I$ na Equação 7 é 0,03 T.

A partir da Equação (7), tem-se que:

$$\% \delta = \frac{4\pi I}{4\pi I_{\delta}} \cdot 100 = \frac{0,03}{1,17} \cdot 100 = 2,4 \pm 0,1\%$$

Logo, pela combinação de medidas de magnetização (apesar do valor estimado de M_s) e as previsões da composição química da ferrita δ dadas pelo Thermo-Calc®, a fração de ferrita δ residual no material na condição como recebido é igual a $2,4 \pm 0,1\%$. Esse valor corrobora aquele encontrado por metalografia quantitativa, sendo ele igual a $2,0 \pm 0,8\%$.

4.2 Material laminado a frio

4.2.1 Dureza e caracterização microestrutural (MO e MET)

A Figura 21 mostra a evolução da dureza do aço inoxidável austenítico AISI 201 em função do grau de redução em espessura (0, 20, 40 e 60%), expresso por meio da deformação verdadeira (ε). A partir dessa figura é possível observar que a medida que o material é deformado a frio, sua dureza aumenta em consequência do seu encruamento. A dureza do material aumenta consideravelmente até 40% de redução em espessura, mas possui uma tendência de se estabilizar para reduções superiores a 40%. Note que, entre 0 e 20% de redução em espessura, a dureza do material aumenta em 53%, ao passo que entre 20 e 40% e entre 40 e 60%, a dureza aumenta em apenas 28 e 7,5%, respectivamente. Uma mudança na inclinação da curva de “dureza x deformação” também foi reportada por Baldo e Mészáros (2010), para um aço inoxidável dúplex. Para este material (aço dúplex) foi observado um rápido aumento da dureza para baixos graus de deformação, o que foi atribuído ao encruamento do mesmo. Por outro lado, para maiores graus de deformação foi observada uma diminuição da inclinação da curva de “dureza x deformação”. Segundo Baldo e Mészáros (2010), esse último comportamento é devido principalmente à formação de martensita induzida por deformação.

Para o aço AISI 201 investigado nesse trabalho, reduções em espessura maiores que 60% não foram possíveis de se obter devido ao alto grau de encruamento do material. As Figuras 22 (a), (b) e (c) mostram as microestruturas do material laminado em 20, 40 e 60% em redução de espessura, respectivamente, todas com o mesmo aumento. A partir dessas

Figura 21. Evolução da dureza do aço inoxidável austenítico AISI 201 em função da deformação verdadeira (ϵ).

Fonte: elaborado pelo autor.

figuras nota-se o refinamento da microestrutura com o aumento da deformação. A microestrutura do material laminado em 20% de redução em espessura apresenta ainda grãos equiaxiais com a presença de maclas de deformação em seu interior, conforme é evidenciado por setas amarelas na Figura 22 (a). As ilhas de ferrita δ agora se apresentam em forma de lamelas alinhadas com a direção de laminação. Na Figura 22 (a), uma lamela de ferrita δ é indicada por uma seta em vermelho.

A Figura 22 (b) mostra a microestrutura do material laminado em 40% de redução em espessura. Nessa imagem pode-se observar um grão austenítico com morfologia triangular (indicado por um contorno em amarelo). Esse grão encontra-se intensamente fragmentado e possui em seu interior estruturas que o subdividem. Provavelmente esse é um grão total ou parcialmente transformado em martensita induzida por deformação (α' com ou sem a presença de martensita ϵ) que manteve traços da morfologia do grão austenítico originalmente deformado (morfologia triangular). Nessa figura, algumas maclas de deformação paralelas entre si são indicadas por setas azuis.

Com relação ao material com redução em espessura de 60%, observando a Figura 22 (c) é notória a presença de *S-bands* na microestrutura (veja indicação na imagem com curvas em amarelo no formato de “S”). Algumas maclas de deformação paralelas entre si são indicadas por uma seta azul. As maclas de deformação na amostra com redução em espessura

de 60% são nitidamente observadas na Figura 23, a qual mostra imagens da microestrutura obtidas por MET. De volta à Figura 22 (c), além de maclas de deformação é possível visualizar bandas de cisalhamento na microestrutura (regiões contornadas por uma elipse amarela). As bandas de cisalhamento são regiões onde ocorrem elevado deslizamento localizado durante a deformação plástica e não seguem um sistema cristalográfico definido. Elas se formam nos materiais altamente deformados a frio e são o último recurso adotado pelo material para acomodar a deformação plástica. Para elevadas reduções em espessura durante a laminação, colônias de bandas de cisalhamento podem se formar e atravessar toda a espessura da chapa. Consequentemente, defeitos superficiais podem ser formados ou mesmo o material pode se romper durante a deformação (SANDIM, 2003; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). De acordo com Humphreys e Hatherly (2004), na faixa de deformação $0,8 < \varepsilon < 2,6$, a formação de bandas de cisalhamento é o modo de deformação prioritário sendo que para os níveis mais elevados dessa faixa, poucas quantidades de material maclado persistem na microestrutura.

A evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201 durante a laminação a frio é melhor elucidada no item 4.2.5 onde são apresentados os resultados obtidos via EBSD para material deformado em todos os graus de redução em espessura (0, 20, 40 e 60%).

Figura 22. Microestrutura do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio com redução em espessura de (a) 20%, (b) 40% e (c) 60%. Imagens obtidas via MO (ataque eletrolítico com ácido oxálico).

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 23. (a) microestrutura do material laminado em 60% de redução em espessura. (b) Detalhe da região circulada em (a). Imagens obtidas via MET. As maclas de deformação são indicadas por setas.

(a)

(b)

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.2 Caracterização por meio de medidas de magnetização

A Figura 24 mostra os laços de histerese obtidos para as amostras com redução em espessura de 20, 40 e 60% comparados com o laço de histerese da amostra na condição “como recebido” (0% de redução em espessura), já mostrado anteriormente na Figura 20. Como já observado na Figura 20, o material na condição “como recebido” possui um sinal ferromagnético proveniente da ferrita δ . A partir da figura 24 observou-se que a medida que o grau de redução em espessura aumenta, maior é o valor da magnetização de saturação (M_s) da amostra. Este resultado é mostrado com mais clareza na Figura 25, a qual mostra o aumento do valor de M_s em função do grau de redução em espessura do material. Com o aumento da deformação, maior é a fração volumétrica de martensita induzida por deformação α' no aço inoxidável austenítico AISI 201, a qual é uma fase ferromagnética. Portanto, o valor de M_s aumenta com o aumento da redução em espessura do material. Entretanto, o maior aumento relativo de M_s ocorre entre 20 e 40% de redução em espessura do material. Essa questão será retomada ao final deste item.

A partir dos laços de histerese mostrados na Figura 24, também foram obtidos os valores de campo coercivo (H_c) para o aço inoxidável austenítico AISI 201. A Figura 26 ilustra o procedimento para a obtenção do valor de H_c para as amostras investigadas, utilizando-se a amostra com redução em espessura de 40% como exemplo. Nessa imagem é

Figura 24. Laços de histerese do aço inoxidável austenítico AISI 201 nas condições “como recebido” (0% de redução em espessura) e deformado em 20, 40 e 60% em redução de espessura.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 25. Variação da magnetização de saturação (M_s) em função da deformação (ϵ) para o aço inoxidável austenítico AISI 201. Também são indicadas na figura os correspondentes graus de redução em espessura do material.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 26. Procedimento para obtenção do valor do campo coercivo (H_c).

Fonte: elaborado pelo autor.

mostrada a região central do laço de histerese para essa amostra. Além da curva de magnetização inicial são visíveis os dois ramos do laço de histerese. O campo coercivo (H_c) é definido como o valor do campo para o qual $M = 0$. Sendo assim, o valor do campo coercivo para a amostra foi determinado como sendo a média aritmética dos valores de H

para os quais $M = 0$ para os dois ramos do laço de histerese. Seguindo o mesmo procedimento descrito acima, foram obtidos os valores de H_c para o aço inoxidável austenítico AISI 201 em todas as reduções em espessura (0, 20, 40 e 60%). Esses valores são mostrados na Figura 27.

Na Figura 27, o valor de H_c aumenta abruptamente para 20% de redução em espessura do material. Para maiores reduções em espessura, o valor de H_c diminui e tende a estabilizar. Observando a Figura 27 e de acordo com as referências (MITRA et al., 2004; MUMTAZ et al., 2004), conclui-se que para o material com 20% de redução em espessura, não existe uma conexão entre as regiões martensíticas. Nesse caso a movimentação das paredes de domínio magnético é dificultada, elevando o valor de H_c , conforme pode ser observado na Figura 11 (a) (MITRA et al., 2004). Para maiores reduções em espessura, o material se encontra em um regime onde a interação das regiões martensíticas é dominante, ou seja, a movimentação das paredes de domínios é mais facilitada e o valor de H_c diminui (Figura 11 (c)).

A partir da Figura 22 (a) é possível visualizar maclas de deformação relativamente afastadas entre si na microestrutura do material com 20% de redução em espessura. Como dito anteriormente, essas maclas são sítios preferenciais para a nucleação da martensita induzida por deformação (MÉSZÁROS et al., 2005; REZAEE et al., 2013; TALONEN; HÄNNINEN, 2007). Essa característica microestrutural do material corrobora o comportamento de H_c , o qual apresenta um pico para 20% de redução em espessura.

Figura 27. Comportamento do campo coercivo (H_c) em função da deformação (ε) para o aço inoxidável austenítico AISI 201.

Fonte: elaborado pelo autor.

Com relação à quantificação da martensita induzida por deformação, isso pode ser feito a partir dos resultados de magnetização de saturação, como descrito a seguir. Mumtaz e colaboradores (2004) consideraram que para um material completamente martensítico, a magnetização de saturação é igual a 154 emu/g. Tavares e colaboradores (2009), por sua vez, laminaram um aço inoxidável austenítico 201 modificado até obter 100% de martensita e encontraram um valor de M_s igual a 140 emu/g. Tomando-se como base esses valores reportados de M_s para um material com 100% de fase martensítica (MUMTAZ et al., 2004; TAVARES, 2009), a partir dos resultados mostrados na Figura 25 estimou-se a quantidade de martensita induzida por deformação no aço AISI 201 investigado nesse trabalho. É importante frisar que para cada grau de deformação desconsiderou-se a contribuição da ferrita δ para o sinal ferromagnético. Os resultados obtidos para a fração volumétrica de martensita induzida por deformação estão mostradas na Figura 28.

Na Figura 28 cada conjunto de pontos foi ajustado por uma função sigmoidal do tipo $f_{\alpha'} = k_1 * \exp\{-\exp[-k_2 * (\varepsilon - k_3)]\}$, onde $f_{\alpha'}$ é a fração volumétrica de martensita α' , ε é a deformação e k_1 , k_2 e k_3 são constantes. As curvas de ajuste são mostradas na mesma figura por curvas pontilhadas. Essas curvas de ajuste foram feitas com base na equação (4), mostrada no item 2.1.2.2, proposta por Tavares e colaboradores (2009). A partir dessas curvas foi calculada a sua derivada, a fim de se observar o comportamento da taxa de formação de martensita α' em função da deformação. As derivadas obtidas para cada curva mostrada na Figura 28 são mostradas na Figura 29. A partir dessa figura, nota-se que a taxa de formação de martensita α' cresce rapidamente até atingir um máximo em aproximadamente $\varepsilon \sim 0,31$. A partir desse grau de deformação a taxa de formação de martensita α' decresce continuamente. Portanto, entre 20% e 40% de redução em espessura, a transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha'$ no material ocorre com as maiores taxas de formação. Entre 40 e 60% de redução em espessura, essa mesma transformação ocorre com taxas menores. Um comportamento semelhante ao mostrado na Figura 29 foi obtido por Tavares e colaboradores (2009) para um aço inoxidável austenítico 201 modificado.

A Figura 29 ainda mostra no mesmo gráfico a evolução da fração volumétrica da martensita α' para todos os graus de redução em espessura (20, 40 e 60%). Nessa imagem é possível observar que entre 20 e 40% de redução em espessura, a fração volumétrica de martensita α' aumenta em aproximadamente 243%. Observando a curva para taxa de formação de martensita α' , é nesse intervalo de deformação que o material possui as maiores taxas de formação de martensita α' . Por isso, uma possível explicação para o aumento

abrupto da fração de martensita α' entre 20 e 40% de redução em espessura é a elevada taxa de formação dessa fase para esse intervalo de deformação. Por outro lado, entre 40 e 60% de redução em espessura, o aumento da fração volumétrica de martensita α' é de apenas 38%. Nesse intervalo de deformação a taxa de formação de martensita α' é menor, o que pode explicar a menor quantidade de martensita formada nesse intervalo de deformação.

Figura 28. Evolução da fração volumétrica de martensita α' em função da deformação e suas correspondentes curvas de ajuste sigmoidal.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 29. Comportamento das curvas da taxa de formação de martensita α' mostrando que o máximo de formação é encontrado em $\epsilon \sim 0,31$. Os graus de redução em espessura e a evolução da fração volumétrica de martensita α' também são mostrados.

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.3 Difração de raios X

A Figura 30 mostra os difratogramas em perspectiva do aço inoxidável austenítico AISI 201 para todos os graus de redução em espessura: 0, 20, 40 e 60, normalizados com relação ao seu pico de maior intensidade. Analisando conjuntamente os difratogramas, observa-se que a medida que o material é deformado, maior é o alargamento dos picos, principalmente para os picos de austenita em maiores ângulos. Esse efeito é proveniente do aumento da densidade de discordâncias no material.

A Figura 31 mostra os difratogramas do aço inoxidável austenítico AISI 201 para todos os graus de redução em espessura: 0, 20, 40 e 60%, sem normalização. Na Figura 31 (a), observa-se que os picos são majoritariamente da fase austenítica (γ). Entretanto, é possível observar dois pequenos picos nas posições $2\theta = 28,5^\circ$ e 35° referentes à ferrita δ presente no material na condição “como recebido”. Na Figura 31 (b), observa-se o aparecimento dos picos referentes à martensita, bem como a redução da intensidade dos picos referentes à austenita. Certamente isso se deve à transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ e ao efeito de textura imposto pela laminação sobre a orientação dos grãos. Em 40% de redução em espessura (Figura 31 (c)), a intensidade dos picos de austenita continua a diminuir, enquanto que a intensidade dos picos de martensita aumenta. Observando-se a Figura 31 (d), para uma redução em espessura de 60%, o material ainda contém austenita, entretanto, os picos de martensita são majoritários e mais intensos. De modo geral, não foram observados picos de martensita ϵ .

Figura 30. Difratogramas em perspectiva do aço inoxidável austenítico AISI 201 para todas as condições de redução em espessura. Difratogramas obtidos com radiação de molibdênio.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 31. Difratogramas do aço inoxidável austenítico AISI 201 (a) na condição “como recebido” (0%) e laminado a frio em (b) 20%, (c) 40% e (d) 60% de redução de espessura. Difratogramas obtidos com radiação de molibdênio.

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.4 Textura

A Figura 32 mostra a ODF para o aço inoxidável austenítico AISI 201 para a condição como recebido (0%). A ODF dessa figura é correspondente à fase austenítica e somente os ângulos $\varphi_2 = 0, 45$ e 65° do espaço de Euler são mostrados. A textura da ferrita δ (CCC) não foi obtida para o material na condição como recebido.

Observando a Figura 32, é possível notar que o material possui praticamente textura aleatória, pois as típicas componentes de textura observadas em metais CFC laminados a frio (componentes de textura típicas de deformação “*plane strain*”) – Goss $\{011\}\langle 100\rangle$, Brass $\{011\}\langle 001\rangle$, Cobre $\{112\}\langle 100\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$ ($\varphi = 34^\circ$, $\varphi_1 = 59^\circ$ e $\varphi_2 = 65^\circ$) - possuem baixa intensidade ($<4,00$) (KUMAR et al., 2004). Entretanto, para essa condição de deformação é possível observar a presença da componente cubo $\{001\}\langle 100\rangle$ ($\varphi = 0$ e 90° , $\varphi_1 = 0$ e 90° e $\varphi_2 = 0$ e 90°) a qual é característica de uma microestrutura recristalizada.

Figura 32. ODF para o aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição como recebido. Nessa representação, apenas os ângulos $\varphi_2 = 0, 45$ e 65° do espaço de Euler são mostrados.

Fonte: elaborado pelo autor.

A Figura 33 mostra as ODFs para as fases austenítica (CFC) e martensítica α' (CCC) do aço inoxidável austenítico AISI 201 para cada grau de redução em espessura. A ODF para a condição “como recebido” é mostrada novamente para a fase austenítica. Todas as ODFs mostradas na Figura 33 (a) são representadas pelas seções dos ângulos $\varphi_2 = 0, 45$ e 65° do espaço de Euler. Para a Figura 33 (b) são representadas as seções dos ângulos $\varphi_2 = 0, 45^\circ$.

De acordo com a Figura 33 (a), a partir de 20% de redução em espessura, a componente cubo já é inexistente no material. Entretanto, as componentes de textura típicas de deformação “*plane strain*” em metais CFC aparecem prontamente com a deformação e se intensificam com o aumento da redução em espessura no material (KUMAR et al., 2004). Para 20% de redução em espessura, em $\varphi_2 = 0$ a presença das componentes Goss $\{011\}\langle 100 \rangle$ e Brass $\{011\}\langle 001 \rangle$, a conhecida fibra α nos metais CFC, já é evidente. Para o mesmo grau de redução em espessura, em $\varphi_2 = 65^\circ$, nota-se a presença da componente S $\{123\}\langle 634 \rangle$. Todas essas componentes possuem intensidade máxima de 5,66. Com o progresso da deformação, a intensificação da fibra α é evidente. É sabido que a formação de bandas de cisalhamento e maclação mecânica podem intensificar a fibra α nos metais CFC (KUMAR et al., 2004). Como visto no item 4.2.1, bandas de cisalhamento e maclação mecânica são visíveis na microestrutura do aço AISI 201 com 60% de redução em espessura. Portanto, essas características microestruturais podem ser as responsáveis pela intensificação das componentes Goss $\{011\}\langle 100 \rangle$ e Brass $\{011\}\langle 001 \rangle$ observada na Figura 33 (a), em 60% de redução em espessura.

Voltando-se à Figura 33 (a), em $\varphi_2 = 65^\circ$, é notório o desenvolvimento da componente S $\{123\}\langle 634 \rangle$ a partir de 20% de redução em espessura. Para maiores graus de redução em espessura, a intensidade da componente S $\{123\}\langle 634 \rangle$ intensifica-se. Por fim,

Figura 33. Evolução das componentes de textura para a austenita e martensita α' no aço inoxidável austenítico AISI 201.

Fonte: elaborado pelo autor.

em $\varphi_2 = 45^\circ$, não há a presença nem o desenvolvimento da componente Cobre $\{112\}\langle 100 \rangle$, a qual também é uma componente típica de deformação “*plane strain*” em metais CFC.

Com relação à Figura 33 (b), é possível notar que a martensita induzida por deformação α' no material deformado em 20% de redução em espessura possui componentes de textura típicas de deformação “*plane strain*” em metais CCC, com intensidades intermediárias (4,00 e 5,66). Essas componentes de textura são: em $\varphi_2 = 0$, cubo girado e em $\varphi_2 45^\circ$ componentes das fibras α e γ (nos metais CCC). Sendo assim, a martensita α' formada não possui distribuições de orientações aleatórias.

Entre 40 e 60% de redução em espessura, a componente cubo girado intensifica-se de maneira branda atingindo um máximo valor de intensidade igual 5,66 em 60% de redução em espessura. Em 40% de redução em espessura, as fibras α e γ são mais definidas e com o aumento da deformação plástica, suas componentes de textura se intensificam. Em 60% de redução em espessura, as componentes da fibra α (114)[1 $\bar{1}$ 0] e (223)[1 $\bar{1}$ 0] e as componentes da fibra γ (111)[2 $\bar{3}$ 1], (111)[1 $\bar{2}$ 1], (111)[1 $\bar{3}$ 2], (554)[$\bar{2}$ 25] são as mais intensas (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A formação e a intensificação das fibras α e γ para a martensita α' durante a laminação a frio para o aço inoxidável austenítico AISI 201 ocorre de maneira semelhante a aços de baixo carbono laminados a frio. Tal comportamento já é esperado, pois o teor de carbono no material investigado nesse trabalho é baixo (0,02% m) e, portanto, a martensita α' formada durante a deformação a frio é praticamente CCC (XIAO et al., 1995). Logo, para todas as reduções em espessura, o comportamento geral do aço inoxidável austenítico AISI 201 em termos de texturização segue os mesmos padrões já observados na literatura para aços inoxidáveis austeníticos laminados a frio (KUMAR et al., 2004; KUMAR et al., 2006).

4.2.5 Análises via EBSD do material como recebido e laminado a frio

4.2.5.1 Mapeamento de fases

As Figuras 34 (a-d) mostram os mapeamentos de fase do aço inoxidável austenítico AISI 201 para todos os graus de redução em espessura (0, 20, 40 e 60%) respectivamente.

Na Figura 34 (a) é possível observar os grãos austeníticos equiaxiais e ainda a ferrita δ residual na forma de lamelas quando localizadas nos contornos de grão austenítico, e na forma de ilhas quando dispersas dentro dos grãos austeníticos. A ausência de contornos de baixo ângulo na microestrutura é uma forte evidência de que o material se encontra completamente recristalizado na condição “como recebido”.

A Figura 34 (b) mostra a distribuição de fases no aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 20% de redução em espessura. Para este mapeamento, não foi possível indexar a possível presença de martensita ϵ . A partir dessa imagem é possível identificar possíveis sítios de nucleação da martensita induzida por deformação α' . Por exemplo, no grão indicado com o número 1 é possível observar a nucleação de martensita α' nos contornos de grão

austenítico (indicada por seta). A presença de pequenas regiões de austenita no interior deste grão sugere que o crescimento da martensita ocorreu dos contornos de grão para o interior deste. Ainda na Figura 34 (b), no grão indicado com o número 2 pode-se observar que a martensita α' nucleou-se nos contornos de grão e nas maclas de deformação simultaneamente. Na região indicada com o número 3, nota-se que uma macla de recozimento transformou-se quase completamente em martensita induzida por deformação.

O mapeamento da Figura 34 (c) mostra a distribuição de fases no material laminado a frio em 40% de redução em espessura. Observando-se essa imagem, pode-se notar que os grãos austeníticos remanescentes no material estão pouco fragmentados por contornos de alto ângulo e encontram-se alongados na direção de laminação. Entretanto, para essa condição de deformação, o material é majoritariamente martensítico: ~ 63% do mapeamento é composto por martensitas α' e ϵ . Os grãos martensíticos apresentam-se ou na forma de grãos alongados e intensamente fragmentados ou no formato de ripas com pouca fragmentação se comparados aos grãos alongados. Os grãos de martensita ϵ neste caso possuem morfologia alongada lembrando ripas e são pouco fragmentados, praticamente isentos de contornos de baixo ângulo.

Com relação ao material com 60% de redução em espessura, a Figura 34 (d) revela que ele não é completamente martensítico, como já observado pelas medidas de difração de raios X no item 4.2.3. Os grãos austeníticos são lamelares alinhados à direção de laminação, mas também existem na microestrutura com morfologia quase equiaxial. Estes últimos encontram-se, em sua maioria, associados à martensita ϵ . A presença de martensita ϵ no material laminado a frio em 60% de redução em espessura mostra que esse nível de deformação não foi suficiente para transformar toda austenita e martensita ϵ em martensita α' . Com relação à martensita α' , seus grãos também apresentam morfologia lamelar e encontram-se intensamente fragmentados. De acordo com Moallemi e co-autores (2012), o volume de martensita induzida por deformação aumenta com o aumento da deformação até uma deformação de saturação (ϵ_s). A partir de ϵ_s , a formação de martensita atinge um máximo. Deformações superiores à ϵ_s apenas aumentam a densidade de defeitos na martensita devido à sua fragmentação. Essa pode ser uma possível explicação pela presença de martensita induzida por deformação no material deformado até $\epsilon = 0,916$.

Figura 34. Mapeamentos de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em (a) 0%, (b) 20%, (c) 40% e (d) 60% de redução em espessura.

Phase	Total		Partition	
	Fraction	Fraction	Fraction	Fraction
austenita	0.317	0.372		
martensita α'	0.442	0.517		
martensita ϵ	0.095	0.111		

Boundaries: Rotation Angle				
Min	Max	Fraction	Number	Length
2°	14.99°	0.627	313978	7.25 mm
15°	180°	0.373	186534	4.31 mm

(c)

Phase	Total		Partition	
	Fraction	Fraction	Fraction	Fraction
austenita	0.137	0.290		
martensita α'	0.284	0.600		
martensita ϵ	0.052	0.110		

Boundaries: Rotation Angle				
Min	Max	Fraction	Number	Length
2°	14.99°	0.848	206714	4.77 mm
15°	180°	0.152	36921	852.65 μ m

(d)

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.5.2 Desorientação

A Figura 35 mostra a evolução das desorientações para a austenita e a martensita induzida por deformação α' no aço inoxidável austenítico AISI 201 para todos os graus de redução em espessura. As desorientações existentes entre austenita e martensita α' não são consideradas nesses histogramas, de tal modo que todas as desorientações mostradas são aquelas existentes dentro da mesma fase.

Para a condição “como recebido” (0%), há uma distribuição aleatória de desorientações, entretanto, é possível de se observar que a maior fração de desorientação é encontrada em 60° , a qual é correspondente a desorientação das maclas de recozimento. As desorientações correspondentes aos contornos de baixo ângulo ($<15^\circ$) são pouco frequentes. Como já observado nas discussões anteriores, isso se deve ao fato de o material estar completamente recristalizado nessa condição e, portanto, sua fração de contornos de baixo ângulo é praticamente nula.

Analisando de maneira conjunta as desorientações para austenita e martensita α' (Figura 35), pode-se observar que as frações de desorientações superiores a 15° sofrem uma diminuição progressiva a medida que a deformação plástica ocorre. De maneira contrária, as desorientações inferiores a 15° aumentam consideravelmente. Esses fatos corroboram a intensificação das componentes de textura “*plane strain*” para ambas as fases como visto no item 4.2.4, já que a intensificação das componentes de textura (texturização) em um material promove o aumento de diferenças de orientação inferiores a 15° (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). No item 4.2.5.1, foi visto ainda que com o aumento da deformação plástica as fases se fragmentam majoritariamente por contornos de baixo ângulo.

Figura 35. Evolução da desorientação das fases austenítica e martensítica α' para todos os graus de laminação do aço inoxidável austenítico AISI 201.

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.5.2.1 Desorientação entre fases

A Figura 36 mostra a desorientação entre as fases CCC (ferrita δ no material na condição “como recebido” e martensita α' no material laminado a frio) e a matriz austenítica (CFC). Para 40 e 60% de redução em espessura, também são mostradas as desorientações entre a martensita ε e a matriz austenítica.

Observando a distribuição de desorientação entre a ferrita δ e a austenita no material na condição “como recebido”, é possível observar que a desorientação entre essas fases é aleatória e todas são superiores a 15° . É importante lembrar que presença da ferrita δ no material é consequência de um processo de solidificação fora do equilíbrio e, portanto, esta fase é residual no aço inoxidável austenítico AISI 201.

O resultado mostrado no histograma em questão sugere que, nesse caso, a austenita que se forma a partir da ferrita δ no processo de solidificação (vide item 2.1.1.1) não mantém relações de orientações específicas com a ferrita δ residual.

Para todos os graus de redução em espessura, a martensita induzida por deformação (α') mantém com relação à austenita uma distribuição de desorientação estreita em torno de 43° . Isto é um forte indício de que para o aço inoxidável austenítico AISI 201 a relação de orientação majoritária entre a austenita e a martensita induzida por deformação α' se aproximam daquela sugerida por Kurdjumov-Sachs que preconiza uma desorientação de $42,85^\circ$ para essas fases (VERBEKEN; BARBÉ; RAABE, 2009). Entretanto, para o histograma correspondente ao material laminado em 60% de redução em espessura, a maior fração de desorientação ocorre em $45,17^\circ$ (embora a segunda maior fração ocorra em $43,95^\circ$). Essa desorientação se aproxima daquela proposta por Nishiyama-Wasserman que preconiza uma desorientação de $45,98^\circ$ entre martensita α' e austenita (VERBEKEN; BARBÉ; RAABE, 2009). Isso demonstra que as relações de desorientação entre austenita e martensita α' não seguem exclusivamente um único modelo no material investigado.

Com relação à martensita ε , a distribuição de desorientação em torno de 55° para o material laminado em 40 e 60% de redução em espessura sugere a relação de orientação proposta pelo modelo Shoji-Nishiyama que preconiza $(111)_\gamma // (0001)_\varepsilon$ e $[1\bar{1}0]_\gamma // [\bar{2}110]_\varepsilon$ (AHN et al., 2014; HERRERA; PONGE; RAABE, 2011).

Figura 36. Distribuição de desorientações entre as fases CCC e CFC no aço inoxidável austenítico AISI 201 para todos os graus de redução em espessura.

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.5.3 Distribuição de energia estocada nas fases – “*Kernel average misorientation (KAM)*”

O objetivo deste item é mostrar como as energias são estocadas nas fases austeníticas e martensíticas (α' e ε) separadamente, durante a laminação a frio. Na literatura, vários trabalhos reportam o uso do parâmetro KAM obtido via EBSD para a distribuição da energia armazenada no material (TAKAYAMA; SZPUNAR; KATO, 2005; WRIGHT; NOWELL; FIELD, 2011). O parâmetro KAM é proveniente da diferença de orientação de um *pixel* com relação a um número determinado de vizinhos (BADJI; BACROIX; BOUABDALLAH, 2011). Neste trabalho, utilizou-se 5 vizinhos e uma máxima diferença de orientação de 5° para a construção dos mapas KAM.

A Figura 37 mostra a distribuição de energia estocada (KAM) nas fases CFC (curva em verde) e CCC (curva em vermelho) do aço inoxidável austenítico AISI 201 para (a) 20%, (b) 40% e (c) 60% de redução em espessura. De uma maneira geral, observando-se concomitantemente as distribuições de energia estocada na austenita, martensita α' e martensita ε , pode-se concluir que, em cada grau de deformação, todas as fases presentes no material acumulam distribuições de energia semelhantes.

Figura 37 (a). Distribuição de energia estocada nas fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 20% de redução em espessura.

(a)

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 37 (b). Distribuição de energia estocada nas fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 40% de redução em espessura.

Austenita

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
0	1	0.036	0.115	
1	2	0.176	0.555	
2	3	0.087	0.276	
3	4	0.016	0.049	
4	5	0.002	0.006	

Martensita α'

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
0	1	0.064	0.145	
1	2	0.242	0.548	
2	3	0.112	0.252	
3	4	0.019	0.044	
4	5	0.005	0.012	

Martensita ϵ

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
0	1	0.021	0.224	
1	2	0.051	0.541	
2	3	0.016	0.168	
3	4	0.003	0.034	
4	5	0.003	0.033

(b)

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 37 (c). Distribuição de energia estocada nas fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura.

(c)

Fonte: elaborado pelo autor.

4.2.6 Material laminado a frio e recozido em várias temperaturas

Amostras obtidas do material laminado a frio com 20, 40 e 60% de redução em espessura foram recozidas sob vácuo em várias temperaturas por 1 hora e resfriadas ao ar. Após os recozimentos, foram feitas medidas de microdureza Vickers conforme o item 3.6 nessas amostras e os respectivos valores de dureza são mostrados nas curvas de amolecimento da Figura 38.

A curva de amolecimento para amostras laminadas em 20% de redução em espessura é tal que a dureza do material praticamente se mantém constante em relação ao material deformado (20% de redução em espessura) até 700°C. Somente em 800°C a dureza do material diminui cerca de 100HV.

Para o material laminado em 40% de redução em espessura, a dureza do material começa a diminuir a partir de 500°C e sofre um acentuado decréscimo a partir de 700°C.

A curva de amolecimento para as amostras laminadas a frio com 60% de redução em espessura é a que possui um comportamento mais diferenciado, em comparação às anteriormente citadas. A dureza do material é praticamente constante para recozimentos até 400°C, sendo que nessa temperatura nota-se um ligeiro aumento na dureza. A essa constância

Figura 38. Curvas de amolecimento para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio (20, 40 e 60% de redução em espessura), recozido por 1 hora em várias temperaturas e resfriado ao ar.

Fonte: elaborado pelo autor.

na dureza frente ao recozimento, pode-se associar a recuperação do material. A partir de 400°C, a dureza do material começa a diminuir. É interessante observar que, nesse caso, a maior taxa de decréscimo de dureza ocorre entre 600 e 700°C. De acordo com muitos autores, a reversão ocorre por volta de 600°C, sendo que a completa reversão pode ocorrer em temperaturas por volta de 750°C (PADILHA et al., 2003). Portanto, para temperaturas superiores a 400°C, onde ocorre o amolecimento do material, pode-se associar a queda de dureza à reversão da martensita induzida por deformação e à recrystalização. Para todos os graus de redução em espessura, para recozimentos em 800°C a dureza do material é próxima a do material na condição “como recebido”. Isso sugere que os tratamentos em 800°C por 1 hora recrystalizam o material completamente.

Utilizando-se a composição química do aço inoxidável austenítico AISI 201 e os cálculos termodinâmicos do Thermo-calc®, pôde-se prever as possíveis transformações de fase do material para várias temperaturas. A Figura 39 mostra o resultado obtido através do Thermo-calc®. Considerando-se que as fases previstas na Figura 39 advêm de cálculos termodinâmicos, que preveem uma condição de equilíbrio, a cinética de formação dessas fases não é considerada. Portanto, a formação de algumas dessas fases pode não ocorrer nos tratamentos térmicos por 1 hora em várias temperaturas devido a uma cinética lenta de formação.

Figura 39. Previsão das possíveis fases formadas durante recozimentos do aço inoxidável austenítico AISI 201 e suas respectivas frações volumétricas.

Fonte: elaborado pelo autor.

O discreto aumento de dureza observado em 400°C para a amostra com redução em espessura de 60%, pode ser, por exemplo devido à formação das fases CrN, FeCrMo (σ) e $M_{23}C_6$, de acordo com os dados do Thermo-calc®. Ainda observando a Figura 39 nota-se que para até 600°C o material não é completamente austenítico. Para essa temperatura, 70% em volume do material seria austenita. De fato, nenhuma decomposição da austenita em ferrita foi observada em todas as condições de recozimento adotadas nesse trabalho e a matriz do material constituiu-se predominantemente de austenita. Isso sugere que a formação das fases previstas na Figura 39 dependem fortemente de sua cinética de formação (PADILHA; RIOS, 2002).

Observando novamente a Figura 38, nota-se que o comportamento do material é mais diferenciado para as amostras laminadas em 60% de redução em espessura. Por isso, todas as próximas etapas desse trabalho recaíram sobre as amostras laminadas nessa condição.

Para as temperaturas de 400-800°C foram feitos recozimentos adicionais nas amostras laminadas em 60% de redução em espessura variando-se o tempo de recozimento de 5 a 180 min. A Figura 40 mostra o comportamento da cinética de amolecimento do material para essas temperaturas. A partir dessa figura observa-se que em 400°C a dureza do material se mantém praticamente constante até 180 min de recozimento. A literatura reporta que para recozimentos entre 300 e 400°C para os aços inoxidáveis austeníticos, a recuperação promovida por tais recozimentos permite a eliminação e o rearranjo de defeitos de pontos, discordâncias e falhas de empilhamento, aliviando as tensões impostas durante a deformação plástica ao redor das placas de martensita induzida por deformação. Consequentemente, essas placas de martensita podem crescer, mantendo constante a dureza do material (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003; TAVARES; FRUCHART; MIRAGLIA, 2000; GUY; BUTLER; WEST, 1983).

Em 500°C, a dureza do material decresce ligeiramente até 45 min de recozimento até atingir um valor de aproximadamente 490 HV. Para tempos superiores de recozimento, a dureza permanece praticamente constante.

Observando-se a curva de amolecimento para 600°C, nota-se que com 5 min de recozimento, a dureza do material diminui cerca de 13% com relação à dureza do material deformado. Para tempos mais longos a dureza não se modifica de maneira significativa.

Em 700°C, a dureza do material decresce continuamente até 120 min de recozimento e se estabiliza em aproximadamente 350HV para maiores tempos de recozimento (180 min). Com relação aos recozimentos em 800°C, apenas 5 min são suficientes para diminuir a dureza do material em aproximadamente 50% com relação à dureza do material laminado

em 60% de redução em espessura (Figura 40). Para tempos superiores a 5 min de recozimento a dureza não se modifica significativamente.

Observando a Figura 40, os valores de dureza do material recozido em 400-800°C por 180 min decresce com o aumento da temperatura. Tendo em vista esse comportamento, a Figura 41 mostra a evolução microestrutural do material nessas condições de tratamento térmico.

A Figura 41 (a) mostra a microestrutura do material (60%) recozido em 400°C por 180 min. Nessa imagem é possível observar uma microestrutura recuperada e alinhada à DL.

As microestruturas do material deformado (60%) e recozido em 500 e 600°C (Figuras 41 (b) e (c) respectivamente) ainda possuem grãos axiais alinhados à DL. Entretanto, a austenita recuperada pode ser reconhecida pela coloração mais clara. Entre os grãos austeníticos, é possível observar regiões refinadas (e mais escuras) e que não podem ser resolvidas nessa imagem (vide seta na Figura 41 (c)). Essas regiões correspondem àquelas regiões de coexistência da martensita induzida por deformação com pequenas regiões de austenita revertida. Aos valores de dureza intermediários para o material recozido nessas temperaturas podem ser atribuídos o início da reversão da martensita e a concomitante recuperação da austenita.

Figura 40. Cinética de amolecimento do aço inoxidável austenítico AISI 201, laminado em 60% de redução em espessura.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 41. Evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 201 deformado (60%) e recozido em várias temperaturas ((a) 400°C, (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 700°C e (e) 800°C) por 180 min. Imagens obtidas via MEV.

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

Fonte: elaborado pelo autor.

Em 700°C (Figura 41 (d)), as regiões de coexistência de martensita e austenita revertida são mais resolvidas nessa imagem, o que sugere que a reversão da martensita ocorre de maneira mais pronunciada. Nesta imagem, também é observado o início da recrystalização da austenita não transformada em martensita durante a deformação. Portanto, pode-se atribuir a diminuição dos valores de dureza do material recozido em 700°C ao início da recrystalização e à mais pronunciada reversão da martensita.

Por fim, quando o material é recozido em 800°C por 180 min a recrystalização é completa como pode ser visto na Figura 41 (e). O tamanho de grão austenítico para essa condição é da ordem de 10 μm . Isso explica os baixos valores de dureza do material recozido nessa condição e comparáveis à dureza do material na condição “como recebido”.

4.2.6.1 Análise via EBSD das amostras recozidas em 600 e 700°C por 1 hora

Como descrito nos itens anteriores, as amostras do aço AISI 201 recozidas em 600 e 700°C são amostras representativas desse trabalho. Por essa razão elas foram escolhidas para uma análise via EBSD.

A Figura 42 mostra o mapeamento de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado (60%) e recozido em 600°C por 1 hora. Nessa imagem pode-se observar que a austenita existe na microestrutura com duas morfologias. Uma delas é lamelar, enquanto a outra é equiaxial e refinada. A austenita lamelar possui em seu interior uma apreciável quantidade de contornos de baixo ângulo. Isso é um forte indício que estes grãos austeníticos são aqueles não transformados em martensita (α' ou ϵ) durante a laminação a frio (60%). As regiões austeníticas equiaxiais e refinadas coexistem com grãos martensíticos também equiaxiais e refinados. Essa característica sugere que essas regiões austeníticas são aquelas provenientes da reversão da martensita induzida por deformação. Entretanto, uma observação mais cautelosa sobre essas regiões austeníticas revertidas mostra que nem todas elas correspondem a grãos recrystalizados; a maioria possui ainda em seu interior contornos de baixo ângulo. Com relação à martensita (α') remanescente, é possível observar que sua microestrutura é, em geral, equiaxial. Ainda na mesma microestrutura é possível observar a presença de grãos lamelares martensíticos que não começaram a sofrer reversão, como é o caso da longa lamela martensítica situada na parte inferior do mapa.

A partir da Figura 42, a fração volumétrica de austenita é em torno de ~0,7. Esse valor corrobora aquele previsto pelos cálculos do Thermo-calc© (Figura 39) para recozimentos em 600°C.

A Figura 43 mostra a distribuição de desorientações da martensita α' em relação à austenita, para o aço AISI 201 recozido em 600°C. Como pode ser visto, essa distribuição é estreita em torno de 43,5-45,5°, mostrando que a maior parte da relação de desorientação entre essas fases segue os modelos propostos por Kurdjumov-Sachs (42,85°) e Nishiyama-Wasserman (45,98°) (VERBEKEN; BARBÉ; RAABE, 2009). Essas mesmas relações foram observadas em todos os graus de redução em espessura deste material. Portanto, pode-se dizer que as relações de desorientações desenvolvidas durante a laminação a frio entre a austenita e a martensita α' são mantidas até o início da reversão da martensita, observado para o recozimento em 600°C por 1h.

Figura 42. Mapeamento de fases do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 600°C por 1 hora.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 43. Distribuição de desorientações entre austenita e martensita α' .

Fonte: elaborado pelo autor.

A Figura 44 mostra a microtextura referente ao mapeamento mostrado na Figura 42. Nessa imagem são mostradas as ODFs obtidas via EBSD para a austenita e martensita α' . Para essas representações, somente são mostradas as seções dos ângulos $\varphi_2 = 0, 45, 65$ e 90° (para austenita) e $\varphi_2 = 0, 45$ e 90 (martensita α') do espaço de Euler.

Observando-se a Figura 44, a ODF mostra que os grãos austeníticos no material possuem componentes de textura típicas de deformação “*plane strain*”: Goss, Brass, S e cobre. De acordo com Kumar e colaboradores (2006), se o mecanismo de reversão da martensita é não-difusional a austenita revertida herda as componentes de textura da austenita laminada a frio, e por isso possui componentes típicas de deformação “*plane strain*” em metais CFC.

Os grãos martensíticos, por sua vez, também mantêm sua textura de deformação “*plane strain*”: cubo girado, fibras α e γ . Entretanto, uma componente fraca de cubo é notória em $\varphi_2 = 0^\circ$. A componente cubo é típica de uma microestrutura recristalizada. O aparecimento dessa componente, mesmo que de forma discreta, pode estar relacionado à presença de grãos martensíticos equiaxiais que podem possuir características de recristalização.

O mapeamento de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio (60%) e recozido em 700°C por 1 h é mostrado na Figura 45. Analisando-se essa figura, é possível observar que as regiões austeníticas recuperadas estão sendo consumidas pela recristalização. Padilha e colaboradores (2003) já reportaram que em aços inoxidáveis

austeníticos deformados a frio, a austenita não transformada em martensita durante a deformação é quem sofre recristalização em posteriores recozimentos. Esse autores ainda reportaram que não existem evidências claras de que haja correlação entre a reversão da martensita e a recristalização da austenita (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2003).

As estruturas equiaxiais austeníticas refinadas correspondem à austenita revertida (vide região delimitada pelo retângulo na Figura 45). A austenita revertida permanece ancorada pela martensita o que leva o material, nessa condição, a possuir tamanhos de grãos austeníticos distintos, uma vez que a austenita remanescente da deformação a frio sofre recristalização nessas condições de tratamento térmico e consegue crescer em detrimento da região austenítica recuperada. Por fim, para o mapeamento mostrado na Figura 45, 93% (em volume) do material é austenítico. Esse valor corrobora aquele obtido a partir dos cálculos do Thermo-calc© e mostrados na Figura 39.

Figura 44. ODFs para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 600°C por 1 hora. As ODFs são divididas para as fases austenita e martensita α' . Somente as seções de interesse são representadas nessa figura.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 45. Mapeamento de fases para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 700°C por 1 hora.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 46. Distribuição de desorientações entre austenita e martensita α' .

Fonte: elaborado pelo autor.

A Figura 46 mostra a distribuição de desorientações entre austenita e martensita α' para o material recozido em 700°C. A partir dessa figura, pode-se observar que a distribuição de desorientações entre austenita e martensita α' é estreita entre 42-45°, sugerindo que as relações de desorientação entre essas fases seguem as relações de Kurdjumov-Sachs (42,85°) e Nishiyama-Wasserman (45,98°) (VERBEKEN; BARBÉ; RAABE, 2009).

A Figura 47 mostra as ODFs referentes aos mapeamentos via EBSD do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 700°C por 1 hora. Nessas ODFs somente são mostradas as seções dos ângulos $\varphi_2 = 0, 45, 65$ e 90° (para austenita) e $\varphi_2 = 0, 45$ e 90° (martensita α') do espaço de Euler.

A ODF para a fase austenítica mostra que as componentes de textura predominantes para todos os grãos austeníticos desse mapeamento são Brass e S. Entretanto, a componente Goss não é observada. Portanto, em 700°C, a recristalização parcial da austenita e a quase completa reversão da martensita, de modo geral, enfraquecem a componente Brass, consomem a componente Goss, mas intensificam a componente S.

Observando-se a ODF referente à martensita α' , nota-se que os grãos martensíticos, por sua vez, têm a componente cubo girado enfraquecida. Algumas componentes da fibra α persistem intensamente no material. Entretanto, a fibra γ é rompida, restando nela apenas a componente (332)[113].

Figura 47. ODFs para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e recozido em 700°C por 1 hora. As ODFs são divididas para as fases austenita e martensita α' . Somente as seções de interesse são representadas nessa figura.

Fonte: elaborado pelo autor.

4.3 Propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio (60%) e recozido isotermicamente até 800°C

Amostras adicionais do material laminado em 60% de redução em espessura também foram recozidas em várias temperaturas (200 a 800°C) por vários tempos (5 a 180 min). Essas amostras foram utilizadas para medidas de magnetização e alguns laços de histerese representativos obtidos são mostrados nas Figuras 48 (a-d). No *inset* da Figura 48 (d), o laço de histerese para “0 min” de recozimento foi suprimido para melhor visualização dos demais laços. Note que o sinal magnético das amostras recozidas é muito inferior ao obtido antes do recozimento (condição indicada como “0 min”). Além disso, observou-se que para 800°C as curvas de $M \times H$ não atingem a saturação mesmo para o máximo campo aplicado (16 kOe). Por isso, deve-se ter em mente que os valores de M_s estimados para os recozimentos em

Figura 48. Laços de histerese para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura, recozido por vários tempos em várias temperaturas: (a) 400°C, (b) 600°C, (c) 700°C e (d) 800°C.

Fonte: elaborado pelo autor.

800°C tem uma maior incerteza em relação aos obtidos para menores temperaturas de recozimento (Figura 49).

A partir de todos os laços de histerese obtidos (200-800°C), foram determinados os parâmetros magnetização de saturação (M_s) e campo coercivo (H_c). A Figura 49 mostra o comportamento de M_s em função do tempo de recozimento para todas as temperaturas de 200 a 800°C. Observando-se as curvas para 200 e 300°C, o valor de M_s não varia significativamente com o aumento do tempo de recozimento. Ou seja, não houve, durante esses recozimentos, uma diminuição apreciável da fração volumétrica de fase ferromagnética formada durante a laminação a frio (martensita induzida por deformação) ou ferrita δ residual.

Para a temperatura de 400°C, 5 min de recozimento já são suficientes para aumentar ligeiramente o valor M_s . Para maiores tempos de recozimento nessa temperatura, os valores de M_s não se alteram significativamente. O aumento de M_s indica um aumento da fração volumétrica de martensita induzida por deformação. Uma possível explicação para M_s aumentar ligeiramente e se manter praticamente constante nessa temperatura é a mesma explicação utilizada para a não variação da dureza do material em 400°C (conforme observado na Figura 40): a recuperação nessa temperatura alivia as tensões ao redor da fase martensítica, permitindo que ela cresça, aumentando ligeiramente a sua fração volumétrica.

Figura 49. Comportamento de M_s em função do tempo de recozimento para várias temperaturas (200 a 800°C), para o aço AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura.

Fonte: elaborado pelo autor.

Em 500°C, o valor de M_s diminui ligeiramente com o aumento do tempo de recozimento. Ao passo que, para temperaturas maiores, a diminuição do valor de M_s é mais significativa. Em 600°C, M_s diminuiu até atingir um valor de saturação com 120 min de recozimento. A redução do valor de M_s indica a reversão da martensita induzida por deformação e ou a dissolução da ferrita δ residual aprisionada no material. De fato, as medidas de EBSD mostraram que a amostra recozida em 600°C por 1 hora possui 30% em volume de martensita induzida por deformação (Figura 42). Considerando que o material laminado em 60% de redução em espessura possui, em média, 60% em volume de martensita α' , para essa condição de tratamento térmico, metade da martensita induzida por deformação foi revertida.

Com 15 min de recozimento em 700°C, M_s cai drasticamente e se mantém constante para os demais tempos de recozimento. Entretanto, existe ainda sinal ferromagnético no material, indicando que nem toda martensita foi revertida ou nem toda a ferrita δ foi dissolvida. Novamente com base nos resultados de medidas de EBSD mostrados no item 4.2.6.1, em 700°C por 1 hora de recozimento, o material possui 7% em volume de fase ferromagnética. Por isso, os valores de M_s observados na Figura 49 não atingem o valor zero.

Em 800°C, com apenas 5 min de recozimento quase todo o sinal ferromagnético deixa de existir, indicando que o material é praticamente todo austenítico e quase toda a ferrita δ do material foi dissolvida.

A Figura 50 mostra o comportamento do campo coercivo (H_c) em função do tempo de recozimento para várias temperaturas. O comportamento de H_c é semelhante para as temperaturas de 200 a 400°C, sendo que os valores de H_c não se alteram significativamente com o aumento do tempo de recozimento. Para a temperatura de 500°C, H_c possui um ligeiro aumento a partir de 60 min de recozimento e se estabiliza a partir de 120 min de recozimento.

Para os recozimentos realizados em 600°C, H_c aumenta de maneira significativa até 60 min e se estabiliza para maiores tempos de recozimento (Figura 50). O aumento do valor de H_c durante os recozimentos nessa temperatura e a consequente diminuição do valor de M_s (ver Figura 49) sugerem que a reversão da martensita ocorre por volta dessa temperatura. Como discutido no item 4.2.6.1, a austenita revertida fragmenta a microestrutura da martensita induzida por deformação. Tal fragmentação certamente é responsável por dificultar a movimentação das paredes dos domínios magnéticos na fase martensítica, elevando os valores de H_c como observado na Figura 50. Este resultado está de acordo com o modelo proposto por Mitra e colaboradores (2004) discutido anteriormente (item 2.3).

Figura 50. Comportamento do campo coercivo em função do tempo para várias temperaturas de recozimento (200 a 800°C), para o aço AISI 201 com 60% de redução em espessura.

Fonte: elaborado pelo autor.

Em 700°C, o valor de H_c cresce abruptamente com recozimentos de 5 e 15 min. Para maiores tempos de recozimento (30-180min), o comportamento da curva se assemelha ao comportamento da curva para 600°C nos respectivos tempos de recozimento (30-180min). O pico em H_c e o abrupto decaimento do valor de M_s (Figura 49) para 15 min em 700°C sugerem que a reversão da martensita α' em 700°C ocorre prontamente em pequenos tempos de recozimentos. Entretanto, os elevados valores de H_c e os baixos, mas não nulos, valores de M_s sugerem que a reversão não é completa para tempos superiores de recozimento em 700°C. De fato, a microestrutura do material laminado em 60% de redução em espessura e recozido por 1 hora (Figura 45, item 4.2.6.1) mostra que a reversão da martensita não é completa e, portanto, sua microestrutura é refinada pela austenita revertida. Novamente, o refino microestrutural da martensita induzida por deformação dificulta a movimentação das paredes dos domínios magnéticos elevando os valores de H_c .

Os valores de H_c para os recozimentos em 800°C são os menores se comparados aos valores de H_c para as demais temperaturas. Não existe mudança significativa para H_c até 60 min de recozimento em 800°C. A partir de 120min, H_c decresce ligeiramente e se mantém constante para maiores tempos de recozimento (180 min).

Para maior clareza, os valores de M_s e H_c (para todas as temperaturas e no tempo representativo de 1 hora) são mostrados em um único gráfico na Figura 51. A partir dessa figura é nítido que, em correspondência a uma queda acentuada de M_s existe também um

Figura 51. Variação da magnetização de saturação e do campo coercivo em função da temperatura, para 1 hora de recozimento, para o aço AISI 201 com 60% de redução em espessura.

Fonte: elaborado pelo autor.

aumento pronunciado em H_c . Tendo em vista o modelo proposto por Mitra e colaboradores (2004), o aumento de H_c entre 500 e 700°C pode ser explicado pela desconexão entre as regiões de martensita. Os resultados mostrados na Figura 51 sugerem que a reversão da martensita ocorra predominantemente entre 500 e 700°C.

A Figura 52 mostra o comportamento de M_s e da dureza do aço inoxidável austenítico AISI 201 para recozimentos em várias temperaturas por 1 hora. A partir dessa figura é nítido que tanto M_s , como a dureza do material diminuem a partir de 400°C. Entretanto, deve-se observar que, a dureza do material diminui menos pronunciadamente entre 500 e 600°C, ao passo que M_s decai acentuadamente nessa mesma faixa de temperatura. Resultado semelhante também foi observado por Mészáros e Prohászka (2005). De acordo com a explicação de Smith e West (1974), a austenita revertida possui quase a mesma orientação da austenita não transformada em martensita α' do material e pode conter uma elevada densidade de emaranhados de discordâncias, maclas finas e falhas de empilhamento. Essa densidade de defeitos é supostamente a responsável por manter a dureza elevada da austenita após a sua reversão (SMITH; WEST, 1974).

Como dito anteriormente (veja item 4.2.4), pode-se considerar que a martensita induzida por deformação neste material é praticamente CCC. Observando novamente a Figura 39, nota-se que abaixo de aproximadamente 600°C, existe um campo de estabilidade da fase ferrítica (CCC) para o aço inoxidável austenítico AISI 201. Acima de 600°C a fase

Figura 52. Comportamento da dureza e da magnetização de saturação do aço inoxidável austenítico AISI 201 (com redução em espessura de 60%) para 1 hora de recozimento em várias temperaturas.

Fonte: elaborado pelo autor.

mais estável é a austenítica (CFC). Portanto, é razoável inferir que a martensita induzida por deformação neste material encontra-se dentro de um campo de estabilidade até 600°C. Acima dessa temperatura ela se reverteria. Esse raciocínio corrobora o que já foi observado por meio de medidas de magnetização, que a reversão da martensita ocorre no intervalo de temperatura entre 500 e 700°C. Deve-se ter em mente que a questão cinética não é levada em consideração nos cálculos termodinâmicos e o resultado gerado pelo Thermo-calc© é aquele para a condição onde o equilíbrio é atingido. Levando-se em consideração o fator cinético, das medidas de magnetização observou-se que a reversão da martensita não ocorre unicamente em 600°C, mas se inicia com elevados tempos em 500°C e se encerra em curtos tempos em 700°C.

4.3.1 Temperatura de Curie das fases CCC

As Figuras 53 (a) e 54 (a) mostram a dependência da magnetização com a temperatura ($M \times T$) para o aço inoxidável austenítico AISI 201 na condição “como recebido” e laminado em 60% de redução em espessura, respectivamente. Em cada uma destas figuras aparecem duas curvas, correspondentes às amostras com e sem imersão em água régia. A finalidade desse ataque químico é remover qualquer martensita induzida por deformação formada na

superfície da amostra durante os cortes. As Figuras 53 (b) e 54 (b) mostram as derivadas das curvas mostradas nas Figuras 53 (a) e 54 (a), respectivamente.

A partir das Figuras 53 (a) e 54 (a) observa-se que não há diferenças significativas entre as duas curvas $M \times T$ referentes às amostras com e sem ataque químico. Isso significa que o processo de corte das amostras adotado nesse trabalho não gerou uma quantidade apreciável de martensita induzida por deformação na superfície das amostras. Portanto, com relação à Figura 53 (a), pode-se assumir que o sinal magnético da amostra na condição “como recebido” vem da ferrita δ . A partir dessa figura observa-se uma acentuada queda da magnetização a partir de $\sim 450^\circ\text{C}$, a qual atinge o valor nulo em $\sim 600^\circ\text{C}$. Note que a variação máxima de dM/dT ocorre em $\sim 550^\circ\text{C}$ (vide Figura 53 (b)).

Por meio das previsões do Thermo-calc© (Figura 39), verificou-se que a ferrita δ residual (CCC) encontra um campo de estabilidade termodinâmica até 600°C . Como a cinética de dissolução dessa fase é esperada que seja lenta, pode-se descartar a dissolução dessa fase como sendo a responsável pela diminuição da magnetização a zero em 550°C (Figura 53 (a)). Portanto, a abrupta queda da magnetização em $\sim 550^\circ\text{C}$ na Figura 54 (a) pode ser associada à temperatura de Curie da ferrita δ .

Com relação ao comportamento de $M \times T$ para o aço AISI 201 com redução em espessura de 60%, a partir da Figura 54 (a) temos que a magnetização decresce quase continuamente até $\sim 550^\circ\text{C}$ e finalmente vai a zero em $T = 600^\circ\text{C}$. Note que dM/dT apresenta um pico em $\sim 550^\circ\text{C}$ e outro bem mais acentuado em $\sim 600^\circ\text{C}$ (veja Figura 54 (b)).

Figura 53. (a) Magnetização em função da temperatura ($M \times T$) para o aço AISI 201 na condição “como recebido” e (b) derivada de $M \times T$.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 54. (a) magnetização em função da temperatura ($M \times T$) para o aço AISI 201 com redução em espessura de 60% e (b) derivada de $M \times T$.

Fonte: elaborado pelo autor.

Assim como a ferrita δ , a martensita induzida por deformação tem estrutura CCC e, como tal, a partir do Thermo-calc© tem um campo de estabilidade até 600°C. De fato, observou-se por meio de medidas de magnetização das amostras recozidas isotericamente que a reversão da martensita induzida por deformação ocorre na faixa de temperatura entre 500-700°C. Os resultados mostrados na Figura 53 mostraram que a temperatura de Curie da ferrita δ é $\sim 550^\circ\text{C}$. Portanto, na Figura 54 (a), a inexistência de um sinal ferromagnético para temperaturas superiores a 600°C é um efeito combinado da reversão parcial da martensita induzida por deformação, da temperatura de Curie da ferrita δ e da martensita remanescente.

4.3.2 Magnetização *in situ*

4.3.2.1 Primeira etapa dos experimentos de magnetização *in situ*

A Figura 55 mostra as curvas de $M \times H$ obtidas para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos ensaios de magnetização *in situ*. As curvas de $M \times H$ correspondentes à amostra para a qual $H \parallel DL$ são representadas na Figura 55 (a). A amostra para a qual $H \perp DL$ tem suas curvas de $M \times H$ representadas na Figura 55 (b). Conforme descrito no item 3.9, ambas as amostras (obtidas com maior dimensão paralela e perpendicularmente à DL) foram submetidas ao mesmo

Figura 55. Curvas de $M \times H$ obtidas para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos experimentos *in situ*. (a) $H // DL$; (b) $H \perp DL$. Nos *insets* são mostradas as curvas de $M \times H$ para 600, 700 e 800°C.

Fonte: elaborado pelo autor.

protocolo, ou seja, passaram pelos mesmos ciclos térmicos enquanto as suas respectivas curvas de $M \times H$ foram obtidas.

Para ambas as condições de campo aplicado, para as temperaturas de 600, 700 e 800°C as curvas de $M \times H$ não mais apresentaram comportamento ferromagnético e sim paramagnético. A partir dos laços de histerese obtidos até 500°C foram obtidos os valores de H_c e M_s , os quais são mostrados nas Figuras 56 e 57, respectivamente. Os valores de M_s e H_c diminuem com a temperatura do ensaio de magnetização, como esperado.

A partir da Figura 56, levando-se em conta o grau de incerteza da medida de H_c , não existem diferenças significativas entre os valores de H_c para as duas condições de campo aplicado. Entretanto, a partir da Figura 57 a diferença entre os valores de M_s é significativa.

Até o presente momento a razão para o comportamento de M_s mostrado na Figura 57 não está clara. De acordo com ElMassalami e colaboradores (2011), para um aço inoxidável dúplex foi verificado que o processo de laminação pode originar um eixo de fácil magnetização paralelo à DL. Com relação aos resultados reportados nesse trabalho, assumindo-se que haja uma anisotropia magnética induzida por laminação, seria esperado uma influência sobre a forma como a magnetização evolui para a saturação e não sobre o valor de M_s . Este raciocínio é baseado no fato de que M_s é um parâmetro magnético intrínseco do material. Nesse cenário, os diferentes valores de M_s obtidos para as duas condições de campo aplicado podem ser atribuídos à heterogeneidade do material. De fato, a literatura reporta que a transformação martensítica pode ocorrer de maneira heterogênea no material e depende de diversos fatores (GUIMARÃES; GOMES, 1978). Mertinger e

colaboradores (2008) estudaram a formação de martensita induzida por deformação em um aço inoxidável austenítico texturizado. De acordo com esses autores a formação de textura durante os tratamentos termo-mecânicos pode causar transformações martensíticas anisotrópicas. Corroborando essa ideia, o trabalho de Mertinger e colaboradores (2008) cita o trabalho de Goodchild (1970). De acordo com ele, a martensita ε se forma prontamente

Figura 56. Valores de H_c para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos experimentos de magnetização *in situ*.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 57. Valores de M_s para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura e submetido à primeira etapa dos experimentos de magnetização *in situ*.

Fonte: elaborado pelo autor.

nos planos (111) da austenita quando uma tensão é aplicada paralelamente à direção $\langle 110 \rangle$, mas nenhuma transformação é observada quando a mesma tensão é aplicada na direção $\langle 100 \rangle$.

A Figura 58 mostra a microestrutura do aço AISI 201 (com 60% de redução em espessura) ao final do ciclo completo de recozimento até 800°C para medidas de magnetização *in situ*. São mostradas imagens das duas amostras utilizadas nesse ensaio, uma para cada condição de campo aplicado. Ambas as microestruturas mostradas na Figura 58 são similares e completamente recrystalizadas. É perceptível também a presença de precipitados dispersos na matriz austenítica ou alinhadas à DL. De acordo com as previsões do Thermo-calc®, esses precipitados podem ser $M_{23}C_6$, CrN ou FeCrMo (sigma).

Figura 58. Microestrutura do aço AISI 201 (60% de redução em espessura) ao final do ciclo de recozimento até 800°C para medidas de magnetização *in situ*. (a) amostra para a qual $H \parallel DL$ e (b) amostra para a qual $H \perp DL$ (MEV).

Fonte: elaborado pelo autor.

4.3.2.2 Segunda etapa dos experimentos de magnetização *in situ*

Com relação à segunda etapa dos experimentos de magnetização *in situ*, a Figura 59 mostra as curvas de $M \times H$ obtidas durante os recozimentos de quatro amostras cujos ciclos de recozimento foram interrompidos em 500, 600, 700 e 800°C, respectivamente, todos com $H // DL$. Como já mencionado anteriormente, esses quatro ciclos foram nomeados de: *ciclo até 500°C*, *ciclo até 600°C*, *ciclo até 700°C* e *ciclo até 800°C*.

A partir da Figura 59, observa-se que o material possui um comportamento ferromagnético até 500°C. Pelos mesmos motivos expostos anteriormente, esse comportamento ferromagnético não observado a partir de 600°C deve-se ao fato de que a temperatura de Curie da fase CCC (martensita α' e ferrita δ) é em torno de 550-600°C. Deve-se ainda lembrar que a reversão da martensita α' ocorre nessa mesma faixa de temperatura para as amostras recozidas isotermicamente.

Figura 59. Curvas de $M \times H$ obtidas durante o recozimento do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado em 60% de redução em espessura, para os ciclos até (a) 500°C, (b) 600°C, (c) 700°C e (d) 800°C.

Fonte: elaborado pelo autor.

Os valores do campo coercivo (H_c) e da magnetização de saturação (M_s) até 500°C obtidos para cada *ciclo* são resumidos na Figura 60 (a) e (b), respectivamente. A partir da Figura 60 (a), para cada temperatura de ensaio não existem diferenças significativas entre os valores de H_c obtidos a partir das quatro amostras medidas. Entretanto, o mesmo não pode ser dito a partir do comportamento de M_s (Figura 60 (b)). Deve-se frisar que as quatro amostras referentes aos quatro ciclos foram testadas na mesma condição de campo aplicado ($H \parallel DL$). Portanto, se não houvesse qualquer efeito de heterogeneidade no material seria esperado que, para as quatro amostras medidas, os valores de M_s fossem similares.

Figura 60. Comportamento do (a) campo coercivo e (b) magnetização de saturação para o aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio em 60% de redução em espessura durante a segunda etapa de magnetização *in situ*.

Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 61. (a) Laços de histerese obtidos em temperaturas ambiente para as quatro amostras utilizadas na segunda etapa de magnetização *in situ*. (b) Comportamento de H_c e M_s obtidos dos laços de histerese mostrados em (a).

Fonte: elaborado pelo autor.

Após o término da segunda etapa das medidas de magnetização *in situ*, as mesmas amostras foram analisadas via medidas de magnetização em temperatura ambiente na condição *post mortem*. Nessa condição, todas as amostras apresentaram um comportamento ferromagnético. Os laços de histerese obtidos para cada amostra estão mostrados na Figura 61 (a). Os valores de H_c e M_s obtidos a partir desses laços estão mostrados na Figura 61 (b).

A partir da Figura 61 (b), observa-se que os valores de M_s decrescem com o aumento da máxima temperatura a que foram submetidas as quatro amostras em seus respectivos ciclos de recozimento. As amostras que sofreram o ciclo até 700 e 800°C são as que possuem valores de M_s próximos a zero, indicando que a reversão da martensita α' nessas amostras foi quase completa.

Com relação ao campo coercivo, a Figura 61 (b) mostra que existe um pico para a amostra que sofreu ciclo até 600°C. Como já observado anteriormente, esse pico pode ser associado à reversão da martensita α' .

Após serem feitas as medidas de magnetização das amostras no estado *post-mortem*, elas foram caracterizadas via MEV. As correspondentes microestruturas são mostradas nas Figuras 62.

A Figura 62 (a) mostra a microestrutura do material que sofreu o *ciclo até 500°C*. Nessa imagem pode-se observar que a microestrutura é axial e alinhada à DL. Ainda observa-se a existência de duas regiões distintas (uma clara e outra mais escura) e intercaladas entre si. A região mais clara corresponde à austenita não transformada durante a laminação a frio e que sofreu recuperação durante o experimento *in situ*. A outra região mais escura corresponde à martensita α' fragmentada pela austenita revertida.

As mesmas observações podem ser feitas para a amostra submetida ao *ciclo até 600°C* (Figura 62 (b)). A microestrutura mostrada na Figura 62 (c), entretanto, é bem distinta. Nessa imagem, existem indícios de que a austenita não transformada em martensita α' durante a laminação a frio encontra-se completamente recristalizada. As regiões de coexistência de martensita e austenita ainda encontram-se refinadas.

A microestrutura do material submetido ao *ciclo até 800°C* (Figura 62 (d)) consiste de grãos austeníticos completamente recristalizados, indicando que, nessa condição, a reversão da martensita α' em austenita foi completada.

Figura 62. Microestrutura das amostras após os ensaios de magnetização *in situ*. (a) amostra submetida ao ciclo até 500°C; (b) até 600°C; (c) até 700°C e (d) até 800°C.

Fonte: elaborado pelo autor.

A Figura 63 mostra os resultados das medidas de dureza para as quatro amostras submetidas à segunda etapa dos experimentos de magnetização *in situ*. Tendo por base as micrografias mostradas na Figura 62, o decréscimo dos valores dureza em função da máxima temperatura a que foram submetidas essas amostras é esperado. Entre 500 e 600°C, há um pequeno decréscimo nos valores de dureza em consequência da recuperação da austenita e da parcial reversão da martensita α' . Entretanto, um pronunciado decréscimo na dureza do material é observado entre 600°C e 700°C. A esse comportamento pode-se associar a recrystalização da austenita não transformada em martensita durante a laminação a frio e à reversão da martensita. Por fim, o menor valor de dureza é encontrado para o material completamente recrystalizado, ou seja, aquele submetido ao ciclo até 800°C. Esse valor de dureza é similar àquele encontrado para o material na condição “como recebido” (Tabela 4).

Figura 63. Valores de dureza das quatro amostras do aço AISI 201 utilizadas na segunda etapa dos experimentos de magnetização *in situ*.

Fonte: elaborado pelo autor.

5 CONCLUSÕES

A partir do estudo da formação da martensita induzida por deformação e sua reversão em um aço inoxidável austenítico AISI 201 (deformado a frio até 60% de redução em espessura), por meio de medidas de microdureza Vickers, difração de raios X, medidas magnéticas, inspeção metalográfica (MO, MEV, MET e EBSD), textura, além de cálculos termodinâmicos, foram obtidas as seguintes conclusões:

1) Aço AISI 201 como recebido:

- Na condição como recebido o aço AISI 201 não é completamente austenítico. Por metalografia quantitativa determinou-se que a fração volumétrica de ferrita δ é $2,0 \pm 0,8\%$. Pela combinação das medidas de magnetização e cálculos termodinâmicos (Thermo-calc©) determinou-se que a fração de ferrita δ no material é igual a $2,4 \pm 0,1\%$. Portanto, existe uma boa concordância quanto ao valor estimado para a fração volumétrica de ferrita δ presente no material na condição “como recebido” utilizando-se as diferentes técnicas experimentais acima citadas. O material nessa condição ainda apresenta textura praticamente aleatória.

2) AISI 201 laminado a frio:

- Após 60% de redução em espessura, as componentes de textura observadas para a austenita são Goss $\{011\}\langle 100\rangle$, Brass $\{011\}\langle 001\rangle$ e S $\{123\}\langle 634\rangle$. Com relação à martensita α' , foram observadas as fibras α e γ bem como a componente como cubo girado $\{001\}\langle 110\rangle$. Essas componentes são, em geral, observadas para os aços inoxidáveis austeníticos laminados a frio.
- Por meio de medidas de EBSD observou-se que, em todos os graus de deformação, austenita e a martensita α' armazenam distribuições de energia semelhantes. Por meio de medidas de mesotextura, observou-se que a fração de contornos de baixo ângulo aumentou de maneira geral para ambas as fases com o aumento da deformação. Esse resultado corrobora a intensificação das componentes de textura em ambas as fases. Com relação à desorientação entre austenita e martensita α' , as relações de orientação

Kurdjumov-Sachs e Nishiyama-Wasserman foram observadas entre austenita e martensita α' . Entre austenita e martensita ε , foi observada a relação de Shoji-Nishiyama.

- Por meio de medidas de difração de raios X, magnetização e EBSD observou-se que o material não é completamente martensítico após 60% de redução em espessura.
- A presença de um pico em H_c para baixas deformações (20% de redução em espessura) é atribuída à falta de conexão entre as regiões onde existe a fase martensítica. A medida que a deformação aumenta, maior é a conexão entre essas regiões. Isso favorece a movimentação das paredes dos domínios magnéticos o que leva a uma diminuição dos valores de H_c do material.

3) Aço AISI 201 recozido isotermicamente

- A reversão da martensita ocorre para recozimentos na faixa de temperatura entre 500-700°C.
- Por meio de medidas de EBSD observou-se que a reversão, de fato, refinou a microestrutura austenítica e martensítica. Isso torna as regiões martensíticas desconectadas entre si, o que leva ao aparecimento de um pico em H_c para 600°C. As observações microestruturais corroboram o que foi observado por meio de medidas de magnetização.
- Por medida de microtextura, verificou-se que para um tratamento de reversão realizado em 600°C por 1h, as componentes de textura encontradas se mantêm as mesmas daquelas observadas no material laminado a frio em 60% de redução em espessura. Com relação à austenita, esse resultado sugere que a reversão ocorreu por mecanismos de cisalhamento.
- A dureza do material diminui menos pronunciadamente entre 500 e 600°C, ao passo que M_s decai acentuadamente nessa mesma faixa de temperatura. Isso indica que a austenita

revertida herda os defeitos cristalinos da martensita prévia, o que faz com que a austenita recém revertida possua dureza ainda elevada, como previsto na literatura.

- Utilizando-se o programa Thermo-calc© inferiu-se que a martensita induzida por deformação e a ferrita δ residual do material encontram um campo de estabilidade até pouco mais que 600°C. Sendo assim, segundo o Thermo-calc©, a reversão da martensita e o início da dissolução da ferrita δ deveriam ocorrer em temperaturas acima de 600°C, o que está em boa concordância com o que se observou a esse respeito a partir das medidas de magnetização.

4) Medidas de magnetização *in situ*

- A temperatura de Curie para a ferrita δ e martensita α' encontra-se na faixa de temperatura de 550-600°C.
- O aço AISI 201 apresenta um comportamento ferromagnético até 500°C. Ambos M_s e H_c decrescem com a temperatura, como esperado. Entretanto, o decréscimo de M_s é mais acentuado entre 400 e 500°C, o que está relacionado à reversão da martensita.
- Para as duas amostras submetidas a diferentes condições de campo aplicado, $H // DL$ e $H \perp DL$, os valores de H_c do material são praticamente os mesmos. Essa similaridade sugere que a martensita possui uma estrutura coalescida no material laminado em 60% de redução em espessura. Entretanto, os valores de M_s foram bem distintos. Esse último resultado pode ser atribuído a possíveis heterogeneidades com a qual a martensita se forma no material.
- Para as amostras cujos ciclos térmicos foram interrompidos em 500, 600, 700 e 800°C, na condição *post mortem* todas elas apresentam comportamento ferromagnético. Nesse caso, os valores de M_s diminuem com o aumento da máxima temperatura a que foram submetidas as quatro amostras. Entretanto, para os valores de H_c foi observado um pico em 600°C. Ou seja, na condição *post mortem* essas amostras apresentaram comportamento semelhante ao observado para as amostras recozidas isotermicamente.

REFERÊNCIAS

AHN, T. H.; LEE, S. B.; PARK, K. T.; OH, K. H.; HAN, H. N. Strain-induced ε -martensite transformation during nanoindentation of high-nitrogen steel. **Materials Science and Engineering A**, v.598, p.56–61, 2014.

ARZT, E. Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review. **Acta Materialia**, v.46, p.5611–5626, 1998.

ASSDA TECHINCAL BULLETIN – **200 series stainless steel CrMn grades**. Outubro 2006, p.1-3. Disponível em http://www.worldstainless.org/what_is_stainless_steel/categories_grades_productforms. Acesso em 21.junho.2015.

BADJI, R.; BACROIX, B.; BOUABDALLAH, M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds. **Materials Characterization**, v.62, p.833–843, 2011.

BAGHBADORANI, H. S.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; BEHJATI, P.; REZAEI, A.; MOALLEMI, M. An investigation on microstructure and mechanical properties of a Nb-microalloyed nano/ultrafine grained 201 austenitic stainless steel. **Materials Science & Engineering A**, v.636, p.593–599, 2015.

BALDO, S.; MÉSZÁROS, I. Effect of cold rolling on microstructure and magnetic properties in a metastable lean duplex stainless steel. **Journal of Materials Science**, v.45, p.5339–5346, 2010.

BHADESHIA, H. K. D. H.; KUNDU, S.; ABREU, H. Mathematics of crystallographic texture in martensitic and related transformations. In: HALDAR, A.; SUWAS, S.; BHATTACHARJEE, D. **Microstructure and texture in steels and other materials**. London: Springer, 2009, p. 33–42.

BRACKE, L.; KESTENSA, L.; PENNING, J. Transformation mechanism of α' -martensite in an austenitic Fe–Mn–C–N alloy. **Scripta Materialia**, v.57, p.385–388, 2007.

BREDDA, E. H. Efeito da martensita induzida por deformação nas propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 304. Trabalho de conclusão de curso. Escola de Engenharia de Lorena – USP, Lorena, 2012.

BROOKS, J. W.; LORETTO, M. H.; SMALLMAN, R. E. In-situ observations of the formation of martensite in stainless steel. **Acta Metallurgica**, v.27, n.12, p.1829–1838, 1979.

CALLISTER JR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 7.ed. Rio de Janeiro. LTC, 2008.

CHARLES, J.; MITHIEUX, J. D.; SANTACREU, P.O.; PEGUET, L. The ferritic stainless steel family: the appropriate answer to nickel volatility? In: EUROPEAN STAINLESS STEEL CONFERENCE. Science and Market, 6., 2008, Helsinki, p.703-717.

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.

CHOWDHURY, S. G.; DATTA, S.; KUMAR, B. R.; DE, P. K.; GHOSH, R. N. Randomization of texture during recrystallization of austenite in a cold rolled metastable austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v.443, p.114–119, 2007.

CULLITY, B.D. **Elements of X-ray diffraction**. 2nd.ed. Massachusetts: Addison – Wesley Publishing Company, 1978.

CURTZE, S.; KUOKKALA, V.-T.; OIKARI, A.; TALONEN, J.; HÄNNINEN, H. Thermodynamic modeling of the stacking fault energy of austenitic steels. **Acta Materialia**, v.59, p.1068-1076, 2011.

CUTLER, C. P.; COATES, G. E.; JENKINSO, D. C. Nickel in stainless steels. In: **European Stainless steel Conference**. Science and Market, 6., 2008, Helsinki, p.421-426.

DI SCHINO, A.; MECOZZI, M. G.; BARTERI, M.; KENNY, J. M. Solidification mode and residual ferrite in low-Ni austenitic stainless steels. **Journal of Materials Science**, v.35, p.375– 380, 2000.

ELMASSALAMI, M.; PALATNIK-DE-SOUSA, I.; AREIZA, M. C. L.; REBELLO, J. M. A.; ELZUBAIR, A. On the magnetic anisotropy of superduplex stainless steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v.323, p.2403–2407, 2011.

ESKANDARI, M.; MOHTADI-BONAB, M. A.; BASU, R.; NEZAKAT, M.; KERMANPUR, A.; SZPUNAR, J. A.; NAHAR, S.; BAGHPANAH, A. H. Preferred crystallographic orientation development in nano/ultrafine-grained 316L stainless steel during martensite to austenite reversion. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.24, n.2, p.644-653, 2014.

FUJITA, H.; UEDA, S. Stacking faults and f.c.c. (γ) $\rightarrow$ h.c.p. (ϵ) transformation in 18/8-type stainless steel. **Acta Metallurgica**, v.20, n.5, p.759–767, 1972.

GOODCHILD, D.; ROBERTS, W. T.; WILSON, D. V. Plastic deformation and phase deformation in textured austenitic stainless steel. **Acta Metallurgica**, v.18, p.1137–1145, 1970.

GUIMARÃES, J. R. C.; GOMES, J. C. A. Metallographic study of the influence of the austenite grain size on martensite kinetics in Fe-31.9 Ni-0.02C. **Acta Metallurgica**, v.26, p.1591–1596, 1978.

GUNTNER, C. J.; REED, R.P. The effect of experimental variables including the martensitic transformation on the low temperature mechanical properties of austenitic stainless steels. **Transactions: American Society for Metals**, v.55, p.399, 1962.

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

HAMADA, A. S.; KISKO, A. P.; SAHU, P.; KARJALAINEN, L. P. Enhancement of mechanical properties of a TRIP-aided austenitic stainless steel by controlled reversion annealing. **Materials Science and Engineering A**, v.628, p.154–159, 2015.

HAN, J.; LI, H.; ZHU, Z.; JIANG, L.; XU, H.; MA, L. Effects of processing optimization on microstructure, texture, grain boundary and mechanical properties of Fe–17Cr ferritic stainless steel thick plates. **Materials Science and Engineering A**, v.616, p.20–28, 2014.

HAUŠILD, P.; DAVYDOV, V.; DRAHOKOUPIL, J.; LANDA, M.; PILVIN, P. Characterization of strain-induced martensitic transformation in a metastable austenitic stainless steel. **Materials and Design**, v.31, p. 1821-1827, 2010.

HEDSTRÖM, P. **Deformation induced martensitic transformation of metastable stainless steel AISI 301**. 2005. PhD Thesis. Division of Engineering Materials – Department of Applied Physics and Mechanical Engineering – Luleå University of Technology, Luleå, 2005.

HERRERA, C.; PONGE, D.; RAABE, D. Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability. **Acta Materialia**, v.59, p.4653-4664, 2011.

HUANG, C.; YANG, Y.; GAO, Y.; WU, S.; LI, S. Investigation on the nucleation mechanism of deformation-induced martensite in an austenitic stainless steel under severe plastic deformation. **Journal of Materials Research**, v.22, n.3, p.724–729, 2007.

HUMBERT, M.; PETIT, B.; BOLLE, B.; GEY, N. Analysis of the γ - ϵ - α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C . **Materials Science and Engineering A**, v.454–455, p.508–517, 2007.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2nd.ed. Kidlington, Oxford: Elsevier Ltd, 2004.

IWAMOTO, T.; TSUTA, T.; TOMITA, Y. Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in TRIP steels and modelling of transformation kinetics. **International Journal of Mechanical Science**, v.40, n.2-3, p.173–182, 1998.

JASWON, M. A.; WHEELER, J. A. Atomic displacements in the austenitic-martensite transformation. **Acta Crystallographica**, v.1, p.216-224, 1948.

JIANG, B.; QI, X.; YANG, S.; ZHOU, W.; HSU, T. Y. Effect of stacking fault probability on $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and shape memory effect in Fe-Mn-Si based alloys. **Acta Materialia**, v.46, n.2, p.501–510, 1998.

KIM, S. K.; SHIN, Y. K.; KIM, N. J. Distribution of δ ferrite content in continuously cast type 304 stainless steel slabs. **Ironmaking and steelmaking**, v.22, p.316-325, 1995.

KIM, S. H.; MOON, H. K.; KANG, T.; LEE, C. S. Dissolution kinetics of delta ferrite in AISI 304 stainless steel produced by strip casting process. **Materials Science and Engineering A**, v.356, p.390-398, 2003.

KISKO, A.; MISRA, R. D. K.; TALONEN, J.; KARJALAINEN, L. P. The influence of grain size on the strain-induced martensitic formation in tensile straining of an austenitic 15Cr-9Mn-Ni-Cu stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v.578 p.408-416, 2013.

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.

KUMAR, B. R.; SINGH, A. K.; MAHATO, B.; DE, P. K.; BANDYOPADHYAY, N. R.; BHATTACHARYA, D. K. Deformation-induced transformation textures in metastable austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v.429, p.205–211, 2006.

KUMAR, B. R.; SHARMA, S.; MAHATO, B. Formation of ultrafine grained microstructure in the austenitic stainless steel and its impact on tensile properties. **Materials Science and Engineering A**, v.528, p.2209–2216, 2011.

KUMAR, B. R.; SHARMA, S.; KASHYAP B. P.; PRABHU, N. Ultrafine grained microstructure tailoring in austenitic stainless steel for enhanced plasticity. **Materials and Design**, v.68, p.63–71, 2015.

LEE, T. H.; SHIN, E.; OH, C. S.; HA, H. Y.; KIM, S, J. Correlation between stacking fault energy and deformation microstructure in high-interstitial-alloyed austenitic steels. **Acta Materialia**, v.58, p.3173-3186, 2010.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering R**, v.65, p.39-104, 2009.

LÜ, Y.; HUTCHINSON, B.; MOLODOV, D. A.; GOTTSTEIN, G. Effect of deformation and annealing on the formation and reversion of ϵ -martensite in an Fe–Mn–C alloy. **Acta Materialia**, v.58, p. 3079–3090, 2010.

MA, X.P.; WANG, L. J.; QIN, B.; LIU, C. M.; SUBRAMANIAN, S.V. Effect of N on microstructure and mechanical properties of 16Cr5Ni1Mo martensitic stainless steel. **Materials and Design**, v.34, p.74–81, 2012.

MARÉCHAL, D. **Linkage between mechanical properties and phase transformations in a 301LN austenitic stainless steel**. 2011. PhD Thesis. The Faculty of Graduate Studies (Materials Engineering) - The University of British, Columbia, Vancouver, 2011.

MARTÍNEZ-DE-GUERENU, A.; ARIZTI, F.; DÍAZ-FUENTES, M.; GUTIÉRREZ, I. Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization. **Acta Materialia**, v.52, p.3657–3664, 2004.

MARTINS, L. F. M.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Effect of Carbon on the Cold-worked State and Annealing of Two 18wt%Cr-8wt%Ni Austenitic Stainless Steels. **ISIJ International**, v.38, n.6, p.572-579, 1998.

MATSUOKA, Y.; IWASAKI, T.; NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S. Effect of grain size on thermal and mechanical stability of austenite in metastable austenitic stainless steel. **ISIJ International**, v.53, p.1224-1230, 2013.

MERINOV, P.; ENTIN, S.; BEKETOV, B.; RUNOV, A. The magnetic testing of the ferrite content of austenitic stainless steel weld metal. **NDT International**, p.9-14, 1978.

MERTINGER, V.; NAGY, E.; TRANTA, F.; SÓLYOM, J. Strain-induced martensite transformation in textured austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v.481-482, p.718-722, 2008.

MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J. Magnetic investigation of the effect of α' -martensite on the properties of austenitic stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v.161, p.162–168, 2005.

MIRZADEH H.; NAJAFIZADEH, A. ANN modeling of strain-induced martensite and its applications in metastable austenitic stainless steels. **Journal of Alloys and Compounds**, v.476, p.352–355, 2009.

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.35A, p.599-605, 2004.

MIURA, K.; KOBAYASHI, S.; KAMADA, Y.; ONUKI, Y.; SZPUNAR, J. A. Relationship between morphology of strain-induced martensite phase and magnetic properties in austenitic stainless steels. **Journal of the Japan Institute of Metals and Materials**, v.78, n.10, p.375–380, 2014.

MORAIS, V. L. **Estudo comparativo da deformação a frio e da resistência à corrosão nos aços inoxidáveis austeníticos AISI 201 e AISI 304**. 2010. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

MOALLEMI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; REZAEI, A.; BAGHBADORANI, H. S. Formation of nano/ultrafine grain structure in a 201 stainless steel through the repetitive martensite thermomechanical treatment. **Materials Letters**, v.89, p.22-24, 2012.

MUMTAZ, K. ; TAKAHASHI, S. ; ECHIGOYA, J. ; KAMADA, Y.; ZHANG, L. F.; 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.

MYLLYKOSKI, L.; SUUTALA, N. Effect of solidification mode on hot ductility of austenitic stainless steel. **Metals Technology**, v.10, p.453-460, 1983.

NAKADA, N.; ITO, H.; MATSUOKA, Y.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S. Deformation-induced martensitic transformation behavior in cold-rolled and cold-drawn type 316 stainless steel. **Acta Materialia**, v.58, n.3, p.895–903, 2010.

NEW 200 SERIES STEELS: An opportunity or a threat to the image of stainless steel? Belgium, International Stainless Steel Forum (ISSF), November 2005, p.1-11. Disponível em:
<http://www.centroinox.it/sites/default/files/monografiche/200_series_stainless_steels.pdf>. Acesso em 14.maio.2015.

OGAWA, K.; SAWAGUCHI, T.; KAJIWARA, S. Isothermal fcc/hcp transformation in Fe-Si-C-Alloy thermally treated at lower bainitic transformation temperature. **Materials Transactions**, v.50, n.12, p.2778–2784, 2009.

OLIVEIRA, V. B.; SANDIM, M. J. R.; STAMOPOULOS, D.; RENZETTI, R. A.; SANTOS, A. D.; SANDIM, H. R. Z. Annealing effects on the microstructure and coercive field of two ferritic-martensitic Eurofer steels: a comparative study. **Journal of Nuclear Materials**, v.435, p.189-195, 2013.

OLSON, G. B.; COHEN, M. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. **Journal of the less-common metals**, v.28, p.107-118, 1972.

OLSON, G. B.; COHEN, M. Kinetics of nucleation strain-induced martensitic. **Metallurgical transactions A**, v.6A, p.791-795, 1975.

OYARZÁBAL, M.; GURRUCHAGA, K.; MARTINEZ-DE-GUERENU, A.; GUTIÉRREZ, I. Sensitivity of conventional and non-destructive characterization techniques to recovery and recrystallization. **ISIJ International**, v.47, n.10, p.1458-1464, 2007.

PADILHA, A. F.; RIOS, P. R. Decomposition of austenite in austenitic stainless steel – Review. **ISIJ International**, v. 42, n.4, p.325-337, 2002.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. **ISIJ International**, v.43, n.3, p.135-143, 2003.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos. Microestrutura e propriedades. Curitiba: Hemus, 2004.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Stainless steel heat treatment. In: TOTTEN, G. E. (Ed). **Steel heat treatment: Metallurgy and technologies**. 2nd.ed. Portland: Taylor & Francis Group – LLC, 2006, p.695-739.

PLAUT, R. L.; HERRERA, C.; ESCRIBA, D. M.; RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. A short review on wrought austenitic stainless steel at high temperatures: processing, microstructure, properties and performance. **Materials Research**, v.10, n.4, p.453-560, 2007

PIERCE, D. T.; JIMÉNEZ, J. A.; BENTLEY, J., RAABE, D.; OSKAY, C.; WITTIG, J. E. The influence of manganese content on the stacking fault and austenite/ ϵ -martensite interfacial energies in Fe–Mn–(Al–Si) steels investigated by experiment and theory. **Acta Materialia**, v.68, p.238–253, 2014.

POULON-QUINTIN, A.; BROCHET, S.; VOGT, J. B.; GLEZ, J. C.; MITHIEUX, J. D. Fine grained austenitic stainless steels: the role of strain induced α' martensite and the reversion mechanism limitations. **ISIJ International**, v.49, n.2, p.293-301, 2009.

REMY, L.; PINEAU, A. Twinning and Strain-induced F.C.C. $\rightarrow$ H.C.P. Transformation in the Fe-Mn-Cr-C System. **Materials Science and Engineering**, v.28, p.99-107, 1977.

RENZETTI, R. A.; SANDIM, H. R. Z.; SANDIM, M. J. R.; SANTOS, A. D.; MÖSLANG, A.; RAABE, D. Annealing effects on microstructure and coercive field of ferritic-martensitic ODS Eurofer steel. **Materials Science Engineering A**, v.528, p.1442-1447, 2011.

REZAEI, A.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; MOALLEMI, M.; SAMAEI BAGHBADORANI, H. Investigation of cold rolling variables on the formation of strain-induced martensite in 201L stainless steel. **Materials and Design**, v.46, p.49–53, 2013.

SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de Deformação: Uma visão microscópica. In: TSCHIPTSCHIN, A.; PADILHA, A. F.; SCHOEN, C. G.; LANDGRAF, F. J. G.; GOLDENSTEIN, H.; FALLEIROS, I. G. S.; DE LIMA, N. B. (Org.). **Textura e relações de orientação**: Deformação plástica, Recristalização, Crescimento de Grão. 2.ed. São Paulo - SP: Editora da Universidade de São Paulo, 2003. v.01, p.20-31.

SANDIM, H. R. Z.; BERNARDI, H. H.; VERLINDEN, B.; RAABE, D. Equal channel angular extrusion of niobium single crystals. **Materials Science and Engineering A**, v.467, p.44-52, 2007.

SCHRAMM, R. E.; REED, R. P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steel. **Metallurgical Transactions**, v.6A, p.1345-1351, 1975.

SEDRICKS, A. J. **Corrosion of stainless steels**, 2nd.ed., A wiley-interscience publication. John Wiley & Sons. 1996. cap 2.

SEOL, J. B.; JUNG, J. E.; JANG, Y. W.; PARK, C. G. Influence of carbon content on the microstructure, martensitic transformation and mechanical properties in austenite/ ϵ -martensite dual-phase Fe-Mn-C steels. **Acta Materialia**, v.61, p.558-578, 2013.

SEOL, J. B.; LEE, B. H.; CHOI, P.; LEE, S. G.; PARK, C. G. Combined nano-SIMS/AFM/EBSD analysis and atom probe tomography, of carbon distribution in austenite/ ϵ -martensite high-Mn steels. **Ultramicroscopy**, v.132, p. 248-257, 2013.

SHEN, Y. F.; LIA, X. X.; SUNB, X.; WANGA, Y. D.; ZUOA, L. Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v.552, p.514-522, 2012.

SHIRDEL, M.; MIRZADEH, H.; PARSA, M. H. Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect. **Materials Characterization**, v.103, p. 150-161, 2015.

SMITH, H.; WEST, D.R.F. The reversion of martensite to austenite in certain stainless steel. **Journal of Materials Science**, v.8, p.1413-1420, 1974.

SRIKANTH, S.; SARAVANAN, P.; KUMAR, V.; SARAVANAN, D.; SIVAKUMAR, L.; SISODIA, S.; RAVII, K.; JHA, B. K. Property enhancement in metastable 301LN austenitic stainless steel through strain-induced martensitic transformation and its reversion (SIMTR) for metro coach manufacture. **International Journal of Metallurgical Engineering**, v.2, n.2, p.203-213, 2013.

SURKIALIABAD, R.; HEDAYATI, A.; ALAM, A. S. Monitoring of Martensitic Transformation in Cold-Rolled 304L Austenitic Stainless Steel by Eddy Current Method. **Transformation**, v.2, p.11-22, 2010.

TAKAYAMA, Y; SZPUNAR, J. A.; KATO, H. Analysis of intergranular misorientation related to deformation in an Al-Mg-Mn alloy. **Materials Science Forum**, v.495-497, p.1049-1054, 2005.

TALONEN, J.; HÄNNINEN, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. **Acta Materialia**, v.55, p.6108–6118, 2007.

TAVARES, S. S. M.; FRUCHAR, 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.

TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; DE SOUZA, J. A.; NETO, J. M.; DA SILVA, M.R. Magnetic phase quantification of the UNS S32750 superduplex stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v.416, p.179–182, 2006.

TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; GOMES DA SILVA, M. J.; ABREU, H. F. G.; DA SILVA, M. R. Deformation induced martensitic transformation in a 201 modified austenitic stainless steel. **Materials Characterization**, v.60, p.907-911, 2009.

UEJI, R.; TAKAGI, Y.; TSUCHIDA, N.; SHINAGAWA, K.; TANAKA, Y.; MIZUGUCHI, T. Crystallographic orientation dependence of ϵ martensite transformation during tensile deformation of polycrystalline 30% Mn austenitic steel. **Materials Science & Engineering A**, v.576, p.14–20, 2013.

VENABLES, J. A. The martensite transformation in stainless steel. **Philosophical Magazine**, v.7, p.3544, 1962.

VERBEKEN, K.; BARBÉ, L.; RAABE, D. Evaluation of the Crystallographic orientation relationships between FCC and BCC phases in TRIP Steels. **ISIJ International**, v.49, p.1601–1609, 2009.

VITEK, J. M.; DASGUPTA, A.; DAVID, S. A. Microstructural modification of austenitic stainless steel by rapid solidification. **Metallurgical Transactions A**, v.14, p.1833-1841, 1983.

VITOS, L.; NILSSON, J.-O.; JOHANSSON, B. Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory. **Acta Materialia**, v.54, p.3821–3826, 2006.

WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; FIELD, D. P. A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. **Microscopy and Microanalysis**, v. 17, p.316-329, 2011.

XIAO, L.; FAN, Z.; JINXIU, Z.; MINGXING, Z.; MOKUANG, K.; ZHENQI, G. Lattice-parameter variation with carbon content of martensite. I. X-ray-diffraction experimental study. **Physical Review B**, v.52, n.14, p.9970-9978, 1995.

YEDDU, H. K.; LOOKMAN, T.; BORGSTAM, A.; ÅGREN, J.; SAXENA, A. Martensite formation in stainless steels under transient loading. **Materials Science & Engineering A**, v.608, p.101-105, 2014.

YU-RONG, L.; DONG, Y.; QI-LONG, Y.; JIE, S.; KUN-YU, Z.; WEN, J. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Property of Cr13 Super Martensitic Stainless Steel. **Journal of iron and steel research, International**, v.18, p.60-66, 2011.

ZHANG, L.; TAKAHASHI, S.; KAMADA, Y.; KIKUCHI, H.; ARA, K.; SATO, M.; TSUKADA, T. Magnetic properties of SUS 304 austenitic stainless steel after tensile deformation at elevated temperatures. **Journal of Materials Science**. v.40, p. 2709 – 2711, 2005

ZIETEK, G.; MRÓZ, Z. On the hardening rule for austenitic steels accounting for the strain induced martensitic transformation. **International Journal of Structural Changes in Solids 3 – Mechanics and applications**, v.3, n.3, p.21-31, 2011.