

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

**Estudo da reversão martensítica em um aço inoxidável
austenítico 201LN submetido à laminação criogênica**

Paulo Otavio Nascimento Ferreira de Oliveira

SÃO CARLOS-SP
2024

Estudo da reversão martensítica em um aço inoxidável austenítico 201LN submetido à laminação criogênica

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Profa. Dra. Danielle Cristina Camilo Magalhães



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Paulo Otavio Nascimento Ferreira de Oliveira

RA: 744420

TÍTULO: Estudo da reversão martensítica em um aço inoxidável austenítico 201 LN submetido à laminação criogênica

ORIENTADOR(A): Profa. Dra. Danielle Cristina Camilo Magalhães

CO-ORIENTADOR(A):

DATA/HORÁRIO: 06/09/2024, 10h

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Profa. Dra. Danielle Cristina Camilo Magalhães	10,0	10,0
Profa. Dra. Andrea Madeira Kliauga	10,0	10,0
Média	10,0	10,0

BANCA – ASSINATURAS:

Profa. Dra. Danielle C. Camilo Magalhães

Documento assinado digitalmente
gov.br DANIELLE CRISTINA CAMILO MAGALHAES
Data: 06/09/2024 10:58:31-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Andrea Madeira Kliauga

Documento assinado digitalmente
gov.br ANDREA MADEIRA KLIUGA
Data: 09/09/2024 15:08:05-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

DEDICATÓRIA

Este trabalho é dedicado aos meus pais, Osmar e Luci, e ao meu companheiro Roger.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, que se manifestou de diversas formas para que a realização deste trabalho fosse possível, e a minha orientadora, Prof^ª. Dr^ª. Danielle Cristina Camilo Magalhães, pela magnificente orientação e contribuição. Ao pós-doutorando Diogo, pela prontidão e maestria no apoio experimental, e aos técnicos Rover e Renan, pelo suporte nos ensaios experimentais. Agradeço também ao Departamento de Engenharia de Materiais, que forneceu todo o aparato necessário para realização do estudo.

Expresso minha profunda gratidão ao meu companheiro, Roger, pela paciência e apoio incondicional durante toda a realização deste trabalho. Agradeço também a nossa gata, Aquaria, por proporcionar momentos de fofura, que contribuíram para minha distração nas pausas durante a escrita do texto.

À minha família, em especial aos meus guerreiros pais, Osmar e Luci, que sempre me inspiraram resiliência e me ensinaram a nunca desistir frente às dificuldades. Agradeço também à minha tia Débora por sempre acreditar no meu potencial e por toda ajuda recebida.

Por fim, sou grato a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para o meu desenvolvimento acadêmico e para a realização deste trabalho.

RESUMO

Com o progresso da sociedade, a demanda por novos materiais que atendam às necessidades humanas torna-se cada vez maior. Nesse sentido, os aços inoxidáveis austeníticos (AIAs) têm despertado grande interesse, principalmente devido à sua excelente resistência à corrosão. Os AIAs da série 300 são os mais utilizados entre os AIAs. Porém, o refino microestrutural do aço 201LN, a partir da deformação criogênica seguida de tratamento térmico, melhora suas propriedades mecânicas, tornando-o uma alternativa econômica aos da série 300, pois o níquel (Ni) é substituído por nitrogênio (N) e manganês (Mn). A alta susceptibilidade dos AIAs ao efeito da transformação induzida por plasticidade (TRIP¹) quando submetido a deformação justifica esse aprimoramento observado, já que o AIA 201LN é mais propenso a esse fenômeno do que o 304, em virtude da sua menor energia de falha de empilhamento (EFE). Com isso, a transformação da fase austenita em martensita ($\gamma \rightarrow \alpha'$) é viabilizada. Assim, buscou-se induzir a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ por meio da laminação criogênica, para avaliação dos efeitos dessa transformação antes e depois da reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$. Para isso, a amostra foi solubilizada, deformada a temperatura criogênica até reduções em espessura de 10, 20 e 30% e, posteriormente, recozidas por 30 minutos a 400, 500, 600, 700 e 800 °C. Para analisar a evolução da transformação da martensita induzida por deformação (MID) e a sua posterior reversão, foram aplicadas as técnicas de metalografia, difração de raios-X, dureza Vickers e de difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD²). Em suma, os resultados demonstraram que, quanto maior a deformação plástica em temperatura criogênica, maior é a fração volumétrica da MID do AIA 201LN e, conseqüentemente, maior é a dureza. Os dados de DRX indicaram a presença de aproximadamente 43% de α' após deformação criogênica de 30%, enquanto a técnica de EBSD mostrou uma fração volumétrica em torno de 50%. Após o recozimento por 30 minutos a 800 °C, os grãos resultantes apresentaram tamanho médio reduzido em praticamente 10 vezes, o que resultou em um incremento de cerca de 2 vezes na dureza em relação à amostra solubilizada.

Palavras-chave: Aços Inoxidáveis Austeníticos. Aço 201LN. Laminação Criogênica. Efeito TRIP. Reversão Martensítica.

¹ do inglês: *Transformation Induced Plasticity*

² do inglês: *Electron Back Scatter Diffraction*

ABSTRACT

With the progress of society, the demand for new materials that meet human needs is becoming increasingly greater. In this context, austenitic stainless steels (ASS) have attracted significant interest, primarily due to their excellent corrosion resistance. The 300 series ASS are the most commonly used among these steels. However, the microstructural refinement of 201LN steel, achieved through cryogenic deformation followed by heat treatment, enhances its mechanical properties, making it a cost-effective alternative to the 300 series, as nickel (Ni) is replaced by nitrogen (N) and manganese (Mn). The high susceptibility of ASS to the effect of transformation-induced plasticity (TRIP) when subjected to deformation justifies this observed improvement since 201LN ASS is more prone to this phenomenon than 304, due to its lower stacking fault energy (SFE). As a result, the transformation from the austenite phase to martensite ($\gamma \rightarrow \alpha'$) is facilitated. Thus, the goal was to induce the $\gamma \rightarrow \alpha'$ transformation through cryogenic rolling, in order to evaluate the effects of this transformation before and after the $\alpha' \rightarrow \gamma$ reversion. For this purpose, the sample was solution-treated, deformed at cryogenic temperature to thickness reductions of 10, 20, and 30%, and subsequently annealed for 30 minutes at 400, 500, 600, 700, and 800 °C. To analyze the evolution of deformation-induced martensite (DIM) and its subsequent reversion, the following techniques were applied: metallography, X-ray diffraction (XRD), Vickers hardness, and Electron Backscatter Diffraction (EBSD). In summary, the results demonstrated that the greater the plastic deformation at cryogenic temperature, the higher the volume fraction of DIM in 201LN ASS, and consequently, the hardness increases. XRD data indicated the presence of approximately 43% α' after 30% cryogenic deformation, while the EBSD technique showed a volume fraction of around 50%. After annealing for 30 minutes at 800 °C, the resulting grains exhibited a mean size reduced by almost 10 times, which resulted in an increase of about 2 times in hardness compared to the solution-treated sample.

Keyword: Austenitic Stainless Steels. 201LN steel. Cryogenic rolling. TRIP effect. Martensitic reversion.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Produção mundial dos Al's de 1950 a 2019 em Mt	17
Figura 2 - Representação esquemática da camada passiva	18
Figura 3 - Diagrama de equilíbrio Fe-Cr	18
Figura 4 - Esquema da composição dos AIA's, a partir do Al 304	21
Figura 5 - Esquema da transformação martensítica	28
Figura 6 - Energia Livre de Gibbs em função da temperatura	28
Figura 7 – Esquema representativo do procedimento experimental	35
Figura 8 - Representação esquemática da redução em espessura das amostras SLC. São indicadas as espessuras das chapas, a redução e a deformação (ϵ)	37
Figura 9 - Taxa de transformação de martensita induzida por deformação por laminação a frio dos aços 304L e 201LN	37
Figura 10 – Representação esquemática das direções adotadas neste estudo	39
Figura 11 - Representação esquemática da amostra para caracterização microestrutural	39
Figura 12 - Representação esquemática da amostra para DRX	40
Figura 13 - Difractogramas em perspectiva do AIA 201LN, obtidos com radiação $\text{CuK}\alpha$, para as amostras na CS e com 10, 20 e 30% de redução em espessura	43
Figura 14 - Difractogramas de DRX, obtidos com radiação de $\text{CuK}\alpha$, do AIA 201LN nas condições (a) CS, (b) SLC10, (c) SLC20 e (d) SLC30	44
Figura 15 - Fração volumétrica de γ e α' , em função da deformação criogênica de 0% (CS), 10%, 20% e 30%, para o AIA 201LN, obtida pelo refinamento de Rietveld	45
Figura 16 - Difractogramas de DRX em perspectiva do AIA 201LN, obtidos com radiação $\text{CuK}\alpha$, para as amostras com 30% de redução em espessura e recozidas a 400, 500, 600, 700 e 800 °C, por 30 min	47
Figura 17 - Difractogramas de DRX, obtidos com radiação de $\text{CuK}\alpha$, da amostra SLC30 recozida a: (a) 400 °C, (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C e (e) 800 °C	48
Figura 18 - Fração volumétrica de γ e α' em função da temperatura de recozimento da amostra SLC30	49

Figura 19 - Microestruturas do AIA 201LN na condição (a) CR, (b) CS, (c) LCS10, (d) LCS20, (e) LCS30. Ataque eletrolítico em ácido oxálico	51
Figura 20 - Amostra fraturada após laminação criogênica superior a 30%	53
Figura 21 - Microestruturas do AIA 201LN com 30% de deformação na condição recozido por 30 min nas temperaturas (a) 400°C, (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C e (e) 800 °C. Ataque eletrolítico em ácido oxálico	54
Figura 22 - Gráfico da dureza Vickers em função da deformação criogênica. O ponto zero corresponde à condição CS	56
Figura 23 - Gráfico da dureza Vickers em função da temperatura de recozimento por 30 minutos da amostra SLC30	58
Figura 24 - Resultados da análise de EBSD para as amostras do AIA 201LN: (a) CS, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30%. Em verde são apresentadas as regiões contendo α' e, em vermelho, γ . As linhas pretas indicam os contornos de alto ângulo (15-55° e > 65°), as linhas azuis indicam contornos de macla (55°-65°) e as linhas vermelhas indicam os contornos de baixo ângulo (5-15°)	61
Figura 25 - Resultados da análise de EBSD para a amostra SLC30_800. Em vermelho são apresentadas as regiões da fase γ . As linhas pretas indicam os contornos de alto ângulo (15-55° e > 65°), as linhas azuis indicam contornos de macla (55°-65°) e as linhas vermelhas indicam os contornos de baixo ângulo (5-15°)	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composições químicas de diferentes AIA's da série 200 e 300	23
Tabela 2 - Valores de EFE dos AIA's 201LN, 201 L e 201	27
Tabela 3 - Composição química (% em peso) do AIA 201LN	34
Tabela 4 - Nomenclatura das amostras para o AIA 201LN	35
Tabela 5 - Percentuais de α' obtidos pelo refinamento de Rietveld para os aços 201LN e 304L com 10%, 20% e 30% de deformação a frio e criogênica	46
Tabela 6 - Dureza Vickers dos aços 201LN, 201 e 304 submetidas a laminação criogênica e a frio para as deformações de 10%, 20% e 30%	57
Tabela 7 - Comparação da dureza Vickers em função da temperatura de recozimento para os AIA's 201LN, 201 e 304, em diferentes condições de processamento	59

LISTA DE ABREVIATURAS

gf	Gramma força
μm	Micrômetro
K	Kelvin
min	Minuto
mm	Milímetro
T	Temperatura
s	segundo
nm	Nanômetro
MPa	Mega Pascal
HV	Dureza Vickers
V	Volts

LISTA DE SIGLAS

TRIP	Transformation Induced Plasticity
TWIP	Twinning Induced Plasticity
AIA	Aço Inoxidável Austenítico
GNL	Gás Natural Liquefeito
NL	Nitrogênio Líquido
AI	Aço Inoxidável
CCC	Cúbica de Corpo Centrada
CFC	Cúbica de Face Centrada
EFE	Energia de Falha de Empilhamento
DRX	Difração de Raios-X
MID	Martensita Induzida por Deformação
HC	Hexagonal Compacta
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado
EBSD	Difração de Elétrons Retroespalhados
MO	Microscópio Óptico
DN	Direção Normal a Laminação
DL	Direção de Laminação
DT	Direção Transversal à Laminação
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
LCE	Laboratório de Caracterização Estrutural
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Fase austenita de estrutura CFC
α	Fase Ferrita de estrutura CCC
δ	Fase sigma
α'	Fase martensita de estrutura CCC
ϵ	Fase martensita de estrutura HC
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
%	Porcentagem
~	Aproximadamente
T_f	Temperatura de fusão
K	Kelvin
$^{\circ}$	Graus
<	Menor
>	Maior
ΔG	Energia Livre

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	15
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS.....	17
2.1.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos	20
2.1.2 Aço Inoxidável Austenítico 201LN	22
2.2 LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA: APLICAÇÕES, MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	23
2.3 EFEITO TRIP.....	25
2.3.1 Martensita Induzida por Deformação (MID)	27
2.4 REVERSÃO DA MARTENSITA.....	31
3 MATERIAIS E MÉTODOS	34
3.1 MATERIAIS.....	34
3.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS.....	34
3.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO.....	36
3.4 LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA.....	36
3.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE REVERSÃO.....	38
3.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DUREZA.....	38
3.6.1 Preparação Metalográfica	38
3.6.1.1 Metalografia quantitativa	39
3.6.2 Difração de Raios X (DRX).....	40
3.6.3 Dureza Vickers por micro-impressão	42
3.6.4 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD).....	42
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	43
4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	50
4.3 ENSAIO DE DUREZA.....	56
4.4 CARACTERIZAÇÃO VIA EBSD.....	60
6 CONCLUSÕES	64
7 REFERÊNCIAS	65

INTRODUÇÃO

O aço inoxidável austenítico (AIA) consiste em uma liga metálica à base de ferro (Fe) e com adições de cromo (Cr). A principal característica desses aços é a sua excelente resistência à corrosão. Isso se deve, principalmente, à presença de um filme auto-passivante de óxido de cromo que se forma na superfície em contato com o oxigênio^[1, 2, 3, 4, 5, 6].

Existe uma ampla variedade de aplicações para o AIA. Destacam-se, as aplicações em tecnologia de baixa temperatura, indústria química, tecnologia oceânica, indústria de processamento de alimentos e setor petroquímico. Além disso, recentemente, a sua aplicação tem sido cada vez mais necessária para o transporte de materiais criogênicos, como o Gás Natural Liquefeito (GNL)^[2].

Entre os AIA, os da série 300 possuem maior interesse comercial. Apesar do AIA 201LN apresentar alta resistência à corrosão e boa conformabilidade, similar ao AIA 304, ele exibe um baixo limite de escoamento. Portanto, busca-se o aumento da resistência desses aços para aumentar seu valor tecnológico em aplicações estruturais. Embora eles não possam ser endurecidos por métodos convencionais de têmpera e revenimento, a deformação plástica se mostra eficaz para melhorar a resistência desse material. Isto é possível em decorrência do fenômeno conhecido como efeito TRIP, que consiste na formação de martensita α' na matriz de austenita metaestável (γ) durante a deformação plástica^[2, 3, 4].

Então, ao submeter o aço 201LN à deformação criogênica, com subsequente tratamento térmico de reversão, por meio do recozimento, é possível obter um refinamento considerável da microestrutura e, conseqüentemente, um incremento significativo nas propriedades mecânicas. Assim, o AIA 201LN se apresenta como uma alternativa viável para a substituição dos AIA da série 300, uma vez que possui um menor custo, pois, para estabilizar a γ , o teor de Ni é reduzido e substituído por uma combinação de N e Mn^[3,4].

A laminação criogênica é uma técnica promissora para o desenvolvimento de materiais de grãos ultrafinos e com propriedades mecânicas aprimoradas. Normalmente, a laminação é realizada em um laminador convencional, entretanto, para alcançar a condição criogênica, as amostras são imersas em nitrogênio líquido (NL). Nessas temperaturas, o refinamento microestrutural é favorecido pela

supressão parcial de mecanismos de recuperação dinâmica.

O efeito TRIP ocorre principalmente pela formação de estruturas de defeitos durante a deformação plástica. Os defeitos de falhas de empilhamento, maclas, interseções entre banda de cisalhamento e contornos de grãos são sítios propícios para a formação de embriões de α' nos AIA. Ademais, conforme a deformação acumulada aumenta, a fração volumétrica de α' também aumenta. A posterior reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$ é influenciada pela composição química e pela temperatura de recozimento, uma vez que a fase γ perde sua estabilidade em altas temperaturas^[6].

Diante disso, o desenvolvimento deste trabalho é justificado pela escassez de estudos disponíveis na literatura sobre o comportamento da transformação de fase induzida pela laminação criogênica no AIA 201LN e o subsequente recozimento. Com isso, objetivou-se estudar a transformação e reversão da α' em chapas de aço 201LN laminadas criogenicamente. Para isso, buscou-se descrever e discutir as influências da composição química, da temperatura de reversão martensítica e do grau de deformação plástica em temperatura criogênica.

O estudo da reversão martensítica no AIA 201LN apresenta-se como uma importante rota de refino microestrutural e de aumento de resistência mecânica, e que pode também influenciar a resistência à corrosão do material. Assim, a principal inovação deste estudo reside em aprofundar o conhecimento sobre os mecanismos microestruturais envolvidos na reversão martensítica pós-laminação criogênica. Os resultados obtidos podem direcionar futuros desenvolvimentos de processos de fabricação e tratamentos térmicos que possam otimizar o desempenho desses aços em aplicações de alto desempenho, ampliando ainda mais o campo de aplicação destes materiais.

Nesse sentido, as aplicações tecnológicas do processo de laminação criogênica, seguido pela reversão da martensita induzida por deformação, consistem em diversos setores. Entre os principais, destacam-se as indústrias automotiva, aeronáutica, aeroespacial e de armazenamento de gases e criogenia, entre outras. O aumento da resistência mecânica permite a redução de espessura dos componentes, reduzindo o peso dos materiais sem comprometer a integridade estrutural, contribuindo significativamente para uma maior eficiência energética.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

De 1950 até 2019, pode-se observar que a produção global de aços inoxidáveis (AI's) em aciarias apresentou um aumento constante, atingindo 52,2 milhões de toneladas, como mostra a Figura 1^[1]. A laminação a frio de chapas é o produto mais comum para os AI's. Os outros produtos constituem individualmente apenas um terço ou menos da quantidade total de chapas laminadas a frio. A sua utilização está concentrada nos produtos de consumo, equipamentos para a indústria de petróleo e gás, indústria de processos químicos e indústria de alimentos e bebidas^[2].

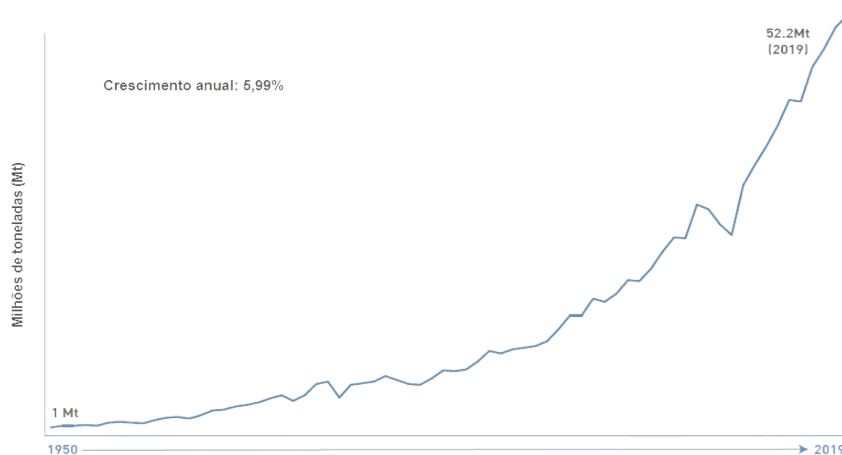


Figura 1 - Produção mundial dos AI's de 1950 a 2019 em Mt. Adaptado de [1].

Os AI's constituem-se em ligas compostas pelo sistema ferro-cromo (Fe-Cr), geralmente com níquel (Ni), e com pelo menos cerca de 10,5% de Cr, podendo também conter teores consideráveis de manganês (Mn). A presença do Cr é essencial para os AI's, visto que ao entrar em contato com o oxigênio é formado um filme nanométrico auto-passivante na superfície do material que, normalmente, é composto por óxido de Cr (Cr_2O_3), espinélio e hidróxidos de Fe e Cr. Dessa forma, o AI apresenta maior resistência à oxidação e, conseqüentemente, à corrosão^[2, 3, 4].

A camada passivadora é formada devido à elevada afinidade química do Cr pelo O_2 . Assim, este filme estável permanece na superfície do AI por meio de forças

atômicas. Caso seja gerado algum dano químico ou mecânico na camada formada, ela consegue se repassivar novamente, pois o Cr continua reagindo com o O_2 do meio, como ilustrado na Figura 2^[5].

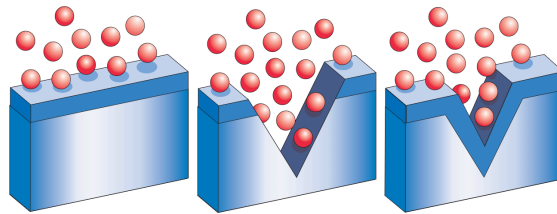


Figura 2 - Representação esquemática da camada passiva. Adaptado de [6].

A Figura 3 apresenta o diagrama de equilíbrio de fase pseudo-binário dos Al's, que têm como base o sistema o Fe-Ni-Cr, considerando a razão Cr_{eq}/Ni_{eq} . A adição de elementos de liga pode influenciar na estabilização da ferrita ou da austenita, dependendo das variações nos teores de cromo e níquel equivalentes. Nota-se que o Cr atua como um elemento alfa-gênico, ou seja, reduz o campo da austenita. No entanto, o campo da austenita pode ser aumentado para maiores teores de Cr na presença de elementos gama-gênicos, tais como o Ni e o Mn^[7, 8].

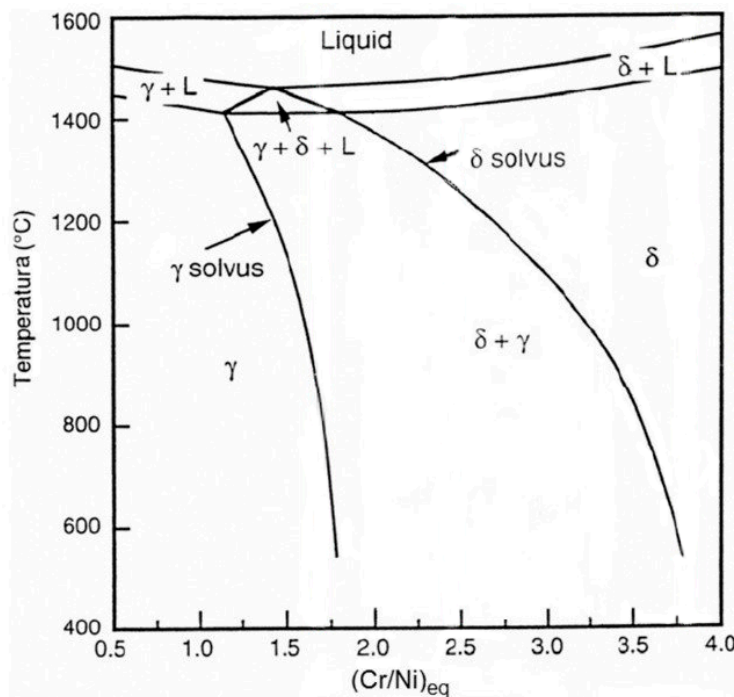


Figura 3 - Diagrama de equilíbrio pseudo-binário Fe-Ni-Cr. Adaptado de [9].

De acordo com o diagrama, para teores de $(Cr/Ni)_{eq}$ superiores a 3,75, o material apresenta microestrutura ferrítica (\square) com o resfriamento a partir de altas temperaturas. Para valores abaixo deste teor, observa-se uma faixa de temperaturas onde a microestrutura se torna bifásica, sendo composta tanto por austenita (γ) quanto \square . Essa região se amplia conforme o teor de Ni aumenta, pois este elemento de liga favorece a estabilização da fase γ . À medida que a razão entre o Cr_{eq} e o Ni_{eq} reduz a partir de 1,75, tem-se uma região de temperatura em que a liga é totalmente austenítica, e que se amplia com o incremento de Ni. [9].

Os Al's podem ser classificados de acordo com a microestrutura formada. Nesse sentido, os martensíticos são essencialmente ligas de Fe-Cr, com Cr variando de 11 a 18% e C, geralmente, com teor maior do que 0,1% para que seja possível obter uma microestrutura martensítica a temperatura ambiente. Já os ferríticos são ligas de Fe-Cr com cerca de 11 a 19% de Cr, mas com pouca ou nenhuma quantidade de Ni. A sua estrutura consiste, basicamente, de ferrita CCC até a temperatura *líquidus*[2, 3, 7, 11, 12].

O Al duplex é caracterizado por uma microestrutura constituída pelas fases de α e γ em frações praticamente iguais. São obtidos com composições balanceadas de Cr (18 - 27%), Ni (4 - 7%), Mo (1 - 4%) e outros elementos. Com isso, apresentam uma combinação de propriedades dos Al's ferríticos e austeníticos. Os teores de Cr e Mo são mais altos do que os dos austeníticos, resultando no incremento da resistência à corrosão. Como o N atua como um soluto intersticial, o aumento na sua quantidade promove uma melhora na resistência mecânica e à corrosão[2, 3, 7, 11, 12].

Os Al's endurecíveis por precipitação consistem em ligas de Fe-Cr, com Cr entre 12 - 17%, Ni (4 - 8%) e Mo (0 - 2%) com matriz martensítica, podendo também existir os semi-austeníticos, com resistência a corrosão comparável à dos austeníticos e resistência mecânica comparável à dos martensíticos. Por fim, os austeníticos compõem as ligas a base de Fe-Cr, com teores de Cr entre 16 a 30% e de Ni de 8 a 35%. Geralmente o teor de carbono é inferior a 0,08%. Além disso, possuem estrutura CFC e são não magnéticos. Os aços inoxidáveis austeníticos, serão detalhados no tópico 2.1.1, onde será explorado sua definição e composição, sua microestrutura, propriedades, aplicações e limitações.[2, 3, 7, 11, 12].

2.1.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Em 2020, cerca de 80% de toda a produção mundial de AI foi de AIA. Isto se deve à sua melhor resistência mecânica e à corrosão, mesmo em condições criogênicas, tornando-se amplamente aplicados na indústria. Assim, os AIA's são a maior família de AI's em termos de ligas e aplicações^[4, 14].

Os AIA's são definidos de acordo com o teor de Cr, sendo necessário conter entre 16 e 25% de Cr. Além disso, possuem uma estrutura austenítica caracterizada por sua ductilidade e tenacidade. Podem ter aplicações criogênicas, pois não sofrem transição dúctil-frágil e apresentam a melhor combinação entre a resistência à corrosão e resistência mecânica sob elevadas temperaturas, sem apresentar perda significativa na resistência mecânica^[7, 15, 16].

Apesar dos AIA's apresentarem excelente resistência à corrosão e boa conformabilidade, o limite de escoamento é baixo. Estes aços não são endurecidos por têmpera para formar martensita. No entanto, eles podem ser endurecidos através de solução sólida, com a adição de elementos de liga, ou por tratamento termomecânico, por meio de encruamento e/ou refino de grão. Além disso, muitas composições de AIA's estão sujeitas aos efeitos de plasticidade induzida por transformação (TRIP) e plasticidade induzida por maclação mecânica (TWIP³)^[7, 17].

Em virtude do teor de Cr ultrapassar 16%, a microestrutura de equilíbrio à temperatura ambiente dos AIA's seria predominantemente ferrítica, entretanto a estrutura é caracterizada por apresentar austenita metaestável com estrutura CFC. Isto ocorre devido à adição de elementos austenitizantes, tais como Ni, Mn, C e N. São adicionados também os elementos ferritizantes, como Mo e Si, levando em consideração o balanceamento dos elementos austenitizantes para garantir a microestrutura austenítica^[7, 15].

O carbono também é um elemento austenitizante, no entanto, ele é rejeitado da solução sólida e forma carbonetos de Cr, devido a sua baixa solubilidade na fase α . Portanto, a concentração de Cr é reduzida nas regiões ao redor dos contornos de grãos. Então, quando o aço é aquecido na faixa de 425 °C a 815 °C ou resfriado lentamente nesta faixa, pode ocorrer o fenômeno de sensitização, deixando o material suscetível à corrosão intergranular. Para que isso seja evitado é necessário

³ do inglês: *Twinning Induced Plasticity*

reduzir os teores de carbono para valores menores do que 0,03% ou adicionar titânio (Ti) ou nióbio (Nb), elementos com maior afinidade pelo C do que o Cr^[7, 18].

A adição de Ni é a forma mais comum de estabilizar a austenita no AIA à temperatura ambiente, porém o custo de fabricação é elevado devido ao custo desse elemento. A adição de Ni representa cerca de 40 a 45% do preço total do AIA do tipo 304. Para contornar essa situação, foi desenvolvida a série 200 como uma alternativa para substituir a série 300^[15, 19].

A Figura 4 mostra um esquema da família dos AIA's comerciais, tendo como base de comparação o aço inoxidável 304, considerado o principal^[7, 20].

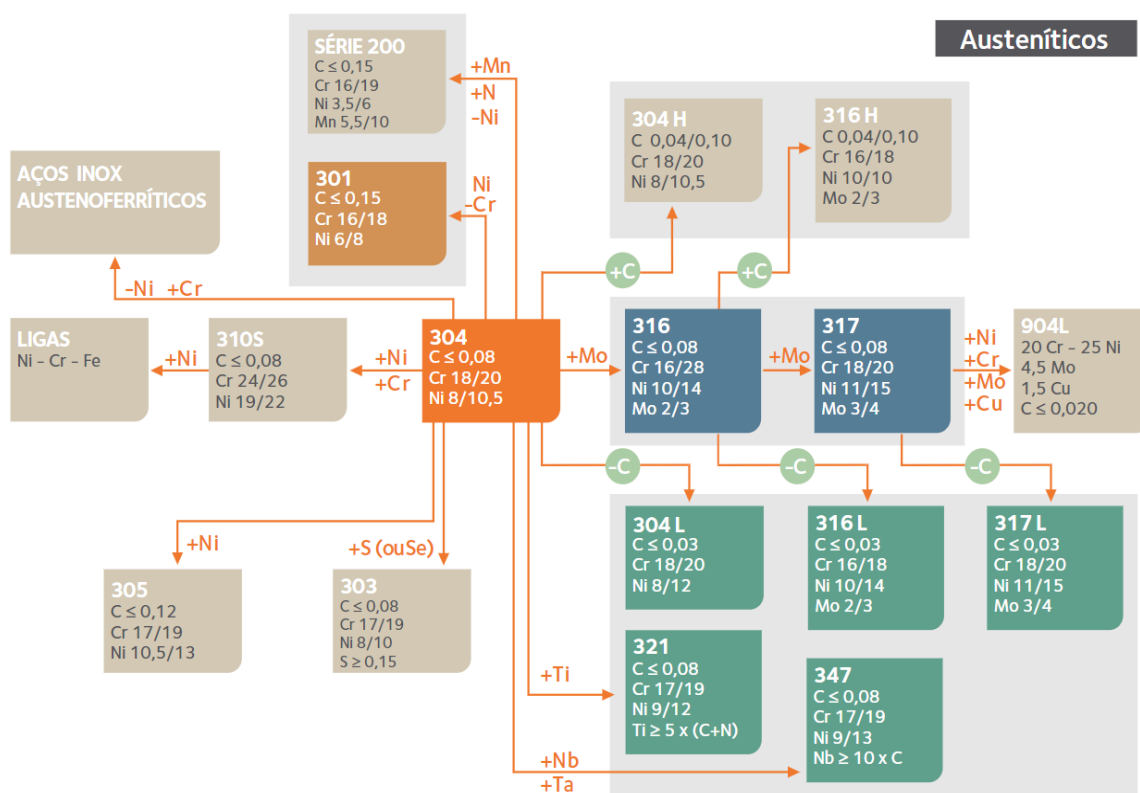


Figura 4 - Esquema da composição dos AIA's, a partir do AI 304^[7, 20].

O equilíbrio entre resistência mecânica e ductilidade alcançáveis do AIA é determinada pelo endurecimento da microestrutura que é significativamente dependente da variação da composição química e/ou energia de falha de empilhamento (EFE). A Figura 4 apresenta os diferentes tipos de AIA, classificados de acordo com sua composição química e família^[7, 21].

A Figura 4 mostra quais elementos de liga estão em teores maiores ou

menores em relação ao A1 304. Nas ligas Cr-Ni da série 300, a usinabilidade e a resistência mecânica são melhoradas por meio de poucos teores de S e N, respectivamente. As propriedades mecânicas em altas temperaturas são melhoradas por meio dos elementos de liga Ti e Nb que favorecem a formação de carbonetos. As ligas da série Cr-Ni-Mo apresentam teores de Mo que propicia alta resistência à corrosão por pites. As ligas Cr-Ni-Mn da série 200 são compostas por menores teores de Ni que é substituído por Mn e N^[7].

2.1.2 Aço Inoxidável Austenítico 201LN

Os aços da série 200 contêm cerca de 4% de Ni. Parte do teor de Ni é substituído por manganês (Mn), nitrogênio (N) e cobre (Cu), elementos que também são austenitizantes e com menor custo^[5, 15, 22]. Além de possuírem uma microestrutura austenítica e boa resistência ao impacto mesmo em temperaturas criogênicas (temperaturas próximas à do nitrogênio líquido, -196 °C)^[5, 19]. Também apresentam resistência à corrosão semelhante à dos aços da série 300, podendo apresentar maior resistência mecânica e boa conformação mecânica^[15].

Em função do menor poder austenitizante dos substitutos do Ni (Mn, N e Cu), são empregados teores maiores de C e N, quando comparados aos utilizados na série 300 para garantir a estabilidade da austenita^[15, 19]. A melhora na resistência mecânica e à corrosão está relacionada à capacidade do Mn em aumentar a solubilidade do N^[7]. Para o aço 201LN, o “L” presente na nomenclatura indica que a liga possui os menores teores de C, e “N” indica teores superiores de N, em comparação com o aço 201^[4].

Com relação à resistência mecânica, o limite de escoamento do AIA 201LN pode chegar a valores até 30% maiores do que o do A1 304^[5, 23]. Além disso, o aço 201LN pode apresentar valores de limite de resistência de 700 MPa e limite de escoamento de 500 MPa^[5, 24]. Desse modo, as principais aplicações para o AIA 201 são em indústrias de transporte e ferroviária, tanques de armazenamento, tanques criogênicos, estruturas soldadas com alto desempenho, entre outras^[2, 7, 21].

Na Tabela 1 são apresentados os valores associados às composições químicas de diferentes AIA's das séries 200 e 300.

Tabela 1 - Composições químicas de diferentes AIA's da série 200 e 300.

Aço	%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%N	%Cu
201	0,15	5,5 - 7,5	1	0,06	0,03	16 - 18	3,5 - 5,5	-	0,025	-
201L	0,03	7,4	0,28	-	-	17	3,7	0,01	0,2	0,05
201L	0,022	6,8	0,42	0,04	0,002	17,04	4,06	0,027	0,15	0,05
201LN	0,03	6,9	0,3	0,04	0,0009	17	4	0,027	0,2	0,02
304	0,05 - 0,01	2	1	0,045	0,015	16 - 18	6 - 8	-	0,1	-
304L	0,03	2	0,75	0,045	0,015	17,5 - 19,5	8 - 10,5	-	0,1	-
301LN	0,19	6,1	4,8	0,28	0,02	17	6	1,4	0,94	2,2
304SS	0,027	1,93	0,36	0,14	-	14,35	8,71	-	0,79	-

Fonte: [4].

Observando as composições dos aços exemplificados, nota-se que o percentual de Ni para os aços da série 300 é, em média, quase o dobro do apresentado pelos da série 200^[4].

Devido à metaestabilidade da austenita, os aços da família 200 são suscetíveis à transformação martensítica e possibilitam uma alta capacidade de encruamento, visto que podem apresentar o efeito TRIP e/ou TWIP, dependendo das condições de deformação empregadas^[7]. A predominância de cada um desses mecanismos de deformação é dependente da temperatura, grau de deformação, taxa de deformação, tamanho de grão, estado de tensão e energia de falha de empilhamento (EFE) do AIA^[25].

2.2 LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA: APLICAÇÕES, MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS

Pode-se definir baixa temperatura como sendo menor do que 50% da temperatura de fusão do material ($T < 0,5.T_f$). Para materiais em que a recuperação não é um processo possível e os sistemas de deslizamento são restritos, então este valor também pode ser igual a $T < 0,3.T_f$. Entretanto, a partir dessa definição, a temperatura ambiente seria considerada baixa para a maioria dos metais, devido ao seu alto ponto de fusão. Em função disso, consideram-se temperaturas baixas como temperaturas negativas (subzero) ou temperaturas criogênicas para condições de temperatura abaixo de 120 K (-153 °C)^[26].

Recentemente, muitas pesquisas têm sido realizadas a respeito da deformação plástica de materiais metálicos em temperaturas criogênicas. Este método, embora ainda não seja aplicado em escala industrial, apresenta grande potencial de ser aplicado neste contexto, visto que muitos materiais processados nesta temperatura apresentaram uma combinação de elevada resistência mecânica e manutenção relativa da ductilidade^[27, 28, 29, 30, 31, 33, 38]. A grande vantagem desta rota de processamento está relacionada com o maior acúmulo de discordâncias no material e à supressão parcial de mecanismos de recuperação dinâmica, levando a um refino microestrutural considerável e/ou à ativação de novos mecanismos e sistemas de deformação. Dentre os diferentes processos que podem ser realizados, destaca-se a laminação criogênica, que consiste em submeter o material a forças de compressão com o resfriamento até temperaturas ditas criogênicas^[26, 27].

A laminação criogênica pode ser realizada em laminador convencional, porém, antes da laminação, as amostras são imersas geralmente em nitrogênio líquido para atingir a temperatura criogênica^[26, 27]. O nitrogênio líquido possui temperatura de ebulição de 77,3 K (ou de -195,85 °C), além de apresentar custo relativamente mais baixo em relação a outras substâncias que podem ser utilizadas para processamentos criogênicos^[28].

Como resultado da laminação criogênica tem-se o refino microestrutural dos AIA's, produzindo até mesmo materiais de granulometria ultrafina e resultando em melhores propriedades mecânicas. Diferentemente da laminação à temperatura ambiente, a laminação em temperatura criogênica reduz significativamente a taxa de recuperação dinâmica, aumentando a taxa de encruamento e auxiliando no refinamento do grão. Em função disso, a deformação criogênica tem despertado grande interesse nos últimos anos^[26, 27, 29].

No processo de laminação criogênica, a deformação plástica pode promover tanto o deslizamento de discordâncias na austenita, como também pode ocorrer simultaneamente maclas de deformação e transformações da fase austenita para martensita^[30]. Isto está relacionado com o emaranhamento das discordâncias que podem ocorrer junto aos contornos de grãos. Ao reduzir a temperatura de deformação, a recuperação dinâmica é suprimida parcialmente, pois os fenômenos de *cross slip* (deslizamento cruzado) e *climb* (escalagem), que promovem a recuperação dinâmica, são termicamente ativados. Assim, o rearranjo e aniquilação de discordâncias é dificultado e isto promove um aumento considerável da

densidade de discordâncias, resultando no aumento da energia armazenada na deformação, que atua como força-motriz para a formação de estruturas de grãos submicrométricos ou ultrafinos ($< 1 \mu\text{m}$) no subsequente tratamento térmico de recozimento^[28, 31].

O AIA 201LN carece de estudos sobre a laminação criogênica. Até o momento da construção deste trabalho não havia estudos relacionados a esse tema. Entretanto, há estudos que analisaram o efeito da laminação criogênica sobre o AIA 304. Os autores constataram, por análise de difração de raios X, que a austenita (γ) se transforma na fase martensita (α'). Além disso, notou-se que ocorreu uma redução significativa no tamanho médio dos grãos. Em relação à resistência à tração, houve um aumento de 693 MPa (material como recebido) para 1956 MPa após a laminação criogênica, para uma redução de espessura de 90%. A dureza também aumentou de 208 HV para 520 HV, respectivamente, um aumento de mais de 50% em relação ao material como recebido^[27].

A transformação martensítica induzida por deformação plástica durante a laminação criogênica do aço inoxidável 304L também foi analisada. Observou-se através de análise de XRD, que a transformação martensítica ocorre através da redução de intensidade dos picos de (111), (200), (220), (311), (222) referentes a austenita, enquanto a intensidade dos picos (110), (200), (211), (222), (220) de martensita aumentam^[32].

Devido a possibilidade da aplicação do AIA 201LN em temperaturas criogênicas, faz-se necessário estudos que possam elucidar o seu comportamento nessas condições, além de estudos relacionados ao processo de incremento das propriedades mecânicas por meio da laminação criogênica, visto que a tecnologia criogênica está cada vez mais sendo indispensável. As indústrias que mais utilizam são as indústrias médica, farmacêutica, alimentícia e espacial. Além disso, as aplicações criogênicas têm aumentado cada vez mais no desenvolvimento de novas aplicações no setor dos transportes^[33].

2.3 EFEITO TRIP

A plasticidade induzida por transformação de fases, conhecida por efeito TRIP, consiste no aumento significativo da plasticidade e da resistência mecânica

em função de uma solicitação mecânica externa. Isto é possível devido a mudança da fase mãe (austenita, nos aços) em martensita induzida por deformação (MID). Entretanto, para isto é necessário que a austenita seja metaestável na temperatura que a tensão está sendo aplicada, como no caso dos AIA's^[3].

Os AIA's apresentam uma estrutura CFC com sistema de deslizamento associado à família de planos {111} e à família de direções <110>. Porém, durante a deformação plástica, pode acontecer a dissociação das discordâncias resultando em deslizamento em duas etapas, por serem mais energeticamente favoráveis. Estas dissociações parciais das discordâncias, são chamadas de parciais de Shockley, com direção de escorregamento em <112>. A partir disso, o empilhamento de planos ABC - ABC da estrutura CFC passa a ter um empilhamento típico da estrutura Hexagonal Compacta (HC), AB - AB. Isto dá origem à falha de empilhamento^[3, 4, 15].

Os mecanismos de deformação plástica nos AIA's dependem da Energia de Falha de Empilhamento (EFE). Ela quantifica a energia associada a estas falhas, sendo que a sua magnitude é inversamente proporcional à distância entre as discordâncias parciais de Shockley. A microestrutura do material e suas propriedades é significativamente influenciada pela EFE^[3, 4, 15, 34].

Quanto menor a distância entre as discordâncias parciais, maior é a EFE, de modo que o tamanho da falha é menor. Além disso, as discordâncias adquirem maior mobilidade e tendem a se aniquilarem com discordâncias de sinais opostos. Portanto, um material com alta EFE possui menor densidade de discordâncias, com maior caminho médio livre. Ao passo que a baixa EFE indica menor mobilidade das discordâncias, visto que as discordâncias parciais se afastam muito. Isto resulta no aumento da densidade de discordâncias e, conseqüentemente, no aumento da taxa de encruamento, pois dificulta o mecanismo por escorregamento de discordâncias^[4].

Para baixas EFE (< 20 mJ/m²), os AIA's apresentam predominantemente a transformação de fase martensítica, através do efeito TRIP. Já para valores de EFE entre 20 e 45 mJ/m², a deformação ocorre majoritariamente por meio da maclagem, em virtude do efeito TWIP. Por fim, a deformação nos AIA's que apresentam altos valores de EFE (> 45 mJ/m²) é controlada principalmente pelo escorregamento de discordâncias, visto que raramente elas estão dissociadas^[4].

A composição química é um dos fatores que mais influencia a EFE dos AIA's. Dessa forma, algumas fórmulas empíricas foram propostas para estimar a EFE em

função da composição química. Na Tabela 2 estão os valores de EFE encontrados na literatura para os aços AIA's da série 200^[4, 22].

Tabela 2 - Valores de EFE dos AIA's 201LN, 201 L e 201.

Material	Schramm e Reed EFE (mJ/m ²)	Brofman e Ansell EFE (mJ/m ²)	Pickering EFE (mJ/m ²)	Referência
201LN	5,85	10,39	1,78	[3, 4, 5]
201L	-	9,95	3,70	[5, 35]
201	8,00	10,0	8,60	[5, 22, 35]

Os AIA's 201LN são suscetíveis ao efeito TRIP, o que significa que a transformação de fase martensítica pode ocorrer majoritariamente por meio desse mecanismo. Isso é possível devido às baixas EFE (< 20 mJ/m²) apresentadas por esses aços, como observado na Tabela 2^[4].

Segundo a literatura, a temperatura tem influência significativa na EFE do AIA 201 L. Foi observado que, devido ao seu baixo teor de carbono, a fração atingida de martensita foi maior em relação ao AIA 201. Além disso, a temperatura é um fator relevante na transformação martensítica em aços, uma vez que a fração de martensita formada durante a deformação tende a aumentar com o decréscimo da temperatura^[4, 23].

2.3.1 Martensita Induzida por Deformação (MID)

A transformação martensítica consiste na transformação da austenita (γ), em aços, em martensita (α') via cisalhamento da estrutura cristalina. Na maioria dos aços com percentual de C acima da solubilidade na ferrita, a estrutura CFC da γ transforma-se para uma morfologia semelhante a ripas, com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), em razão da deformação da estrutura promovida pelo excesso de C. No entanto, o teor de carbono no AIA 201LN é inferior ao limite de solubilidade na ferrita. Neste caso, a transformação da γ em α' com estrutura (CCC) pode ocorrer de forma espontânea com aplicação de tensão externa em baixas temperaturas e também pode formar a martensita ϵ com estrutura (HC)^[4, 18].

A transformação martensítica ocorre no estado sólido de forma adifusional. Durante a transformação, os átomos movem-se a uma distância inferior ao

parâmetro de rede da estrutura de forma organizada entre os átomos da fase matriz. Este processo conserva a correspondência atômica entre os vizinhos mais próximos na região transformada com a sua condição anterior não transformada conforme esquematizado na Figura 5. A nova estrutura cristalina se dá por cisalhamento. Dessa forma, a transformação é conservativa, pois a movimentação dos átomos ocorre em blocos e não há mudanças globais na composição química do material^[3,4, 15].

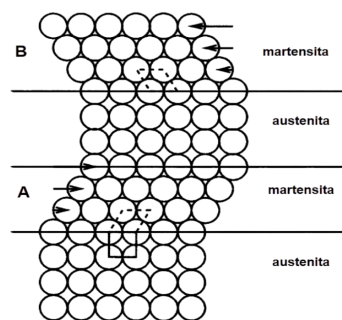


Figura 5 - Esquema da transformação martensítica. Adaptado de [36, 37].

Normalmente, a martensita forma-se em temperaturas muito baixas, nas quais a agitação térmica promovida não é suficiente para fornecer energia capaz de induzir mecanismos difusionais^[15]. Além disso, a transformação de fase só ocorrerá se ela for energeticamente favorável. O gráfico da Figura 6 ilustra as variações das energias livres químicas (ΔG_Q) para as fases mãe (γ) e produto (α') em função da temperatura^[38].

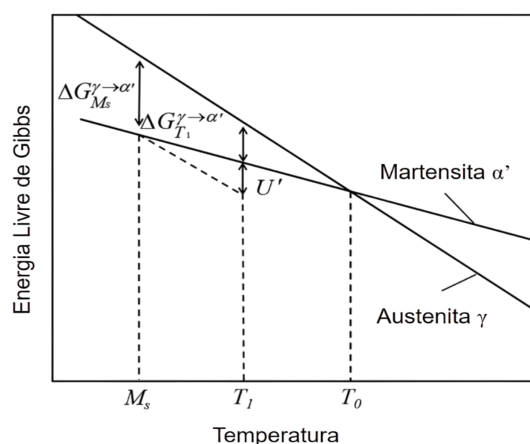


Figura 6 - Energia Livre de Gibbs em função da temperatura. Adaptado de [38].

A condição necessária para que ocorra a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ é que a energia de α' seja menor que a de γ , isto é, que ela seja energeticamente favorável^[5]. Portanto, a transformação acontece se a diferença entre as energias livres das fases γ e α' atingirem o potencial termodinâmico crítico de nucleação da martensita ($\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$) na temperatura M_s , na qual tem-se a energia necessária para a nucleação e para o movimento cisalhante^[38].

Observa-se, também, que para temperaturas maiores que T_0 , a energia livre de Gibbs da fase γ é menor do que a da fase α' e, conseqüentemente, é mais estável. Conforme a temperatura do sistema continua sendo reduzida, a energia livre de α' torna-se cada vez menor em relação a γ . Em T_0 as duas fases encontram-se em equilíbrio termodinâmico^[38].

Apesar da redução da energia livre α' com a redução da temperatura, a transformação não se inicia de forma espontânea. Para que isso seja possível, também é necessário um potencial termodinâmico, ou seja, uma força-motriz química capaz de superar as barreiras que impedem a transformação, tais como energia superficial e energia de distorção da rede. Isto é obtido pelo super-resfriamento abaixo de T_0 , na temperatura M_s , fazendo com que haja uma magnitude suficiente de tensões cisalhantes capazes de induzir a transformação de fase^[5, 38].

A austenita transforma-se espontaneamente em martensita metaestável por têmpera, a partir de um resfriamento rápido, nas temperaturas abaixo da temperatura de início da formação da martensita (M_i ou M_s). A martensita também pode ser induzida por deformação plástica a partir da temperatura T_1 ou M_d , abaixo dessa temperatura ocorre a MID^[5]. Com a aplicação de tensões externas para aumentar as deformações internas, ocorre a geração de discordâncias e, com isso, são gerados cisalhamentos capazes de promover distorções na rede cristalina, resultando na nucleação da fase α' ^[38].

Nota-se que, na temperatura T_1 , a martensita não pode se formar por deformação, devido ao excesso de densidade de discordâncias que impedem a nucleação e o crescimento de uma nova fase. Então, para promover a transformação, é necessário submeter o material a baixas temperaturas para se ter um super-resfriamento capaz de diminuir a temperatura abaixo do equilíbrio termodinâmico^[38].

Em virtude da nucleação da martensita ser dependente da composição

química do material, então pode-se determinar empiricamente a temperatura de início da formação da martensita (M_i ou M_s) pela equação (1). A temperatura na qual 50% de martensita se formará após 30% de deformação verdadeira pode ser estimada pela equação (2)^[3, 5].

$$M_i (\text{°C}) = 1578 - 1667(\%C + \%N) - 6,1(\%Ni) - 33(\%Mn) - 42(\%Cr) - 27,8(\%Si) - 36,1(\%Mo) \quad (1)$$

$$M_{0,30}(\text{°C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad (2)$$

As martensitas ϵ (HC) e α' (CCC) são os dois tipos resultantes de martensita induzida por deformação. A deformação de um aço inoxidável austenítico resulta primeiramente na transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$, antes da nucleação da martensita α' ^[17, 21, 22, 39, 40]. Para muitos pesquisadores, a formação da martensita está relacionada a uma grande quantidade de falhas de empilhamento. Assim, n falhas de empilhamentos podem formar um cristal de ϵ , e a cinética de transformação $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ pode possuir ainda etapas intermediárias: $\gamma \rightarrow$ falha de empilhamento $\rightarrow n$ falhas de empilhamento $\rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ ^[18, 21].

Notou-se que durante a laminação a frio do AIA 201, ocorre a transformação gradual da γ para ϵ e posteriormente para α' . Tanto a EFE, quanto a força-motriz da transformação da austenita em martensita são fundamentais na formação da MID^[18, 39]. Além disso, para a laminação a frio do AIA 201 a redução de espessura resultou no aumento da fração volumétrica de martensita que satura com redução de espessura de 35%. Além disso, pode-se destacar que a dureza aumenta acentuadamente até 40% da redução^[39].

Foi observado em estudos que durante a laminação a frio do AIA 201, na menor deformação investigada, a formação de ϵ é o mecanismo de endurecimento por deformação predominante. Este constituinte se desenvolveu como placas finas dentro dos grãos de austenita. Com o aumento da deformação, os constituintes da ϵ e da γ diminuem, enquanto a quantidade de α' aumenta, exibindo um comportamento semelhante ao sigmoidal^[18, 40].

De acordo com a literatura, para o AIA 201LN laminado a frio, a fração volumétrica de martensita α' induzida por deformação aumenta conforme o incremento da redução na espessura. Com isto, observou-se um máximo de 54,74% de martensita α' associada a 65,7% de deformação acumulada, conforme quantificação por Rietveld dos resultados de DRX^[3].

De acordo com os resultados obtidos na literatura para o AIA 304 deformado por laminação a 0 °C e -196 °C, a laminação em temperatura criogênica resultou na formação de falhas de empilhamento mais largas, fases ϵ e α' . Já nas amostras laminadas a frio, formou-se uma estrutura de discordâncias homogênea junto com α' . Isto pode estar relacionado com a influência da temperatura na EFE^[21].

Além disso, pela análise de fase por EBSD, constatou-se 46,3% e 69,2% de α' na matriz γ para deformações de 10% e 20% a -196 °C, respectivamente. As maclas foram observadas em ambas as temperaturas. Para 40% de deformação a frio obteve-se uma resistência mecânica de 1225 MPa e 13% de alongamento total. Já a -196 °C, a deformação de 10 - 20% aumentou a resistência 1306 - 1589 MPa, com 15 - 9% de alongamento, em razão da formação de maior fração volumétrica de martensita induzida por deformação^[21].

Alguns trabalhos analisaram que o tipo de martensita formado por deformação está relacionado com o tamanho do grão austenítico. Assim, para grãos ultrafinos, com tamanho da ordem submicrométrica, a nucleação de α' acontece majoritariamente nos contornos de grão e não está necessariamente relacionada com a existência da fase ϵ . Enquanto para grãos austeníticos mais grosseiros, tem-se que a nucleação de α' é dependente da fase ϵ . Desse modo, o desenvolvimento da martensita α' se dá pelas consecutivas nucleações de novos embriões e pelo posterior coalescimento^[18, 41].

Até o presente momento, não há dados na literatura sobre a deformação criogênica nos AIA's 201LN, apesar de sua suscetibilidade ao efeito TRIP pelo qual pode ocorrer a transformação de fase martensítica, devido à baixa EFE. Sendo assim, é esperado que a temperatura tenha um papel significativo na deformação criogênica dos AIA 201LN, uma vez que influencia a EFE do AIA 201LN. Portanto, é provável que a deformação criogênica nos AIA 201LN resulte em uma maior fração de martensita e, conseqüentemente, em uma maior resistência mecânica.

2.4 REVERSÃO DA MARTENSITA

A reversão da MID em AIA's com efeito TRIP pode ser realizada com o tratamento térmico de reversão. Este processo consiste na deformação plástica do material, para induzir a formação de martensita induzida por deformação plástica,

com subsequente tratamento térmico de recozimento. Assim, conforme a temperatura do tratamento aumenta, a martensita é revertida em austenita com grãos refinados, por meio de mecanismo de cisalhamento ou difusional^[5, 15]. Em decorrência do refino microestrutural pela reversão, as propriedades mecânicas dos AIA's são melhoradas de maneira isotrópica^[18, 23].

Na reversão pelo mecanismo de cisalhamento, a martensita é transformada em ripas de austenita e, em seguida, forma-se uma estrutura de células de discordâncias. Assim, ocorre a recuperação da estrutura da austenita com subgrãos livres de defeitos, que coalescem formando grãos refinados, podendo até mesmo atingir dimensões nanométricas ou ultrafinas. A cinética da transformação por cisalhamento depende da força-motriz química, que tem relação com a composição química e temperatura de recozimento^[5].

Já o mecanismo de reversão por difusão também promove a formação de grãos austeníticos livres de defeitos, porém com tamanho médio de grão maior. Neste caso, a reversão ocorre dentro de uma faixa de temperatura maior, em razão da atividade difusional. Além disso, a cinética de transformação é fortemente dependente da força-motriz mecânica, ou seja, do grau de deformação^[5].

As altas densidades de discordâncias da martensita α' são mantidas na austenita revertida pelo mecanismo de cisalhamento. Com a continuação do tratamento térmico de reversão, essas discordâncias se rearranjam formando células e subgrãos na fase austenítica revertida. Isso resulta no refinamento microestrutural. Porém, por meio do mecanismo difusional, a austenita é revertida pela nucleação de embriões de austenita na fase martensítica. Os embriões crescem dando origem aos grãos, conforme o tratamento de reversão progride^[18, 42].

A faixa de temperatura para transformação reversa da martensita $\varepsilon \rightarrow \gamma$ corresponde de 150 a 400 °C, já para a transformação $\alpha' \rightarrow \gamma$ corresponde de 400 a 850 °C. Com base nos resultados obtidos na literatura, tem-se que o AIA 201LN laminado a frio apresenta uma cinética de reversão rápida a 750 °C, para os menores tempos de encharque adotados de até 5 minutos, e esta cinética se torna mais lenta para os tempos superiores até a aparente completa reversão^[5, 14, 42].

Além disso, a literatura aponta que o desenvolvimento de uma estrutura de grãos ultrafinos de um AIA 201L, a partir da laminação a frio, seguida de recozimento, após a redução de 95% e tratamento térmico a 850 °C por 30 s, resultou na estrutura austenítica com tamanho de grão médio de 65 nm, limite de

escoamento de 1485 MPa, 33% de alongamento e dureza Vickers de 386 HV^[5, 43].

Segundo a literatura, a laminação a frio com subsequente tratamento térmico de recozimento para reversão no AIA 201LN, resultou em uma completa reversão martensítica na condição de laminação com redução acumulada de 65,7%, com posterior recozimento a 850 °C no tempo de encharque de 180s. Com isso, obteve-se cerca de 6,97% de martensita retida, com reversão de 83,59% dos 42,47% da fração de martensita α' formada na laminação com 65,7% de redução acumulada, com base na medição via ferritoscopia^[3].

Diante do apresentado, o tratamento térmico de reversão em AIA's apresenta-se como uma estratégia promissora para obtenção de materiais com tamanho de grão fino e elevada resistência mecânica. O AIA 201LN, carece estudos a respeito deste tema, sendo objetivo deste trabalho realizar as laminações criogênicas neste material e posterior recozimento, visando a reversão da martensita em uma estrutura austenítica refinada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

O material utilizado no estudo consiste em um AIA 201LN, fornecido na forma de chapas com aproximadamente 6,00 mm de espessura. Este material foi submetido a um tratamento de solubilização à temperatura de 1050 °C por 30 min. A composição química do material é apresentada na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição química (% em peso) do AIA 201LN.

Aço	%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%N	%Cu
201LN	0,03	6,9	0,4	0,03	0,001	17,0	4,0	0,02	0,15	0,02

Fonte: [17].

3.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O estudo exploratório apresentado neste trabalho teve como finalidade a obtenção do refino microestrutural de grãos austeníticos através da laminação criogênica do AIA 201LN a uma temperatura próxima de -196 °C e a sua posterior reversão, por meio de tratamento térmico em escala laboratorial no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa-UFSCar).

Os métodos experimentais consistiram na preparação das amostras para as condições determinadas, obtendo o material na condição inicial, solubilizado para homogeneizar a sua microestrutura. Além disso, o material na condição solubilizada passou pelo processo de laminação criogênica e, por fim, na condição recozido. Dessa forma, foi possível avaliar as variações microestruturais e o comportamento mecânico em função dos processos empregados.

Após o recozimento, as amostras foram caracterizadas por meio de diversos métodos para obter os dados necessários para descrever os fenômenos observados. Para isso, foram utilizadas as técnicas de metalografia, difração de raios X (DRX), medição de dureza Vickers e análises por difração de elétrons retroespalhados (EBSD). A Figura 7 ilustra um esquema resumido dos procedimentos experimentais que foram realizados durante o desenvolvimento

deste trabalho.

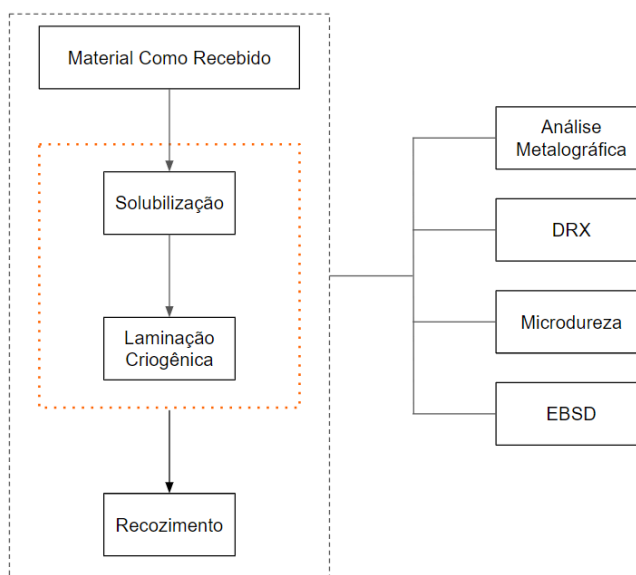


Figura 7 – Esquema representativo do procedimento experimental.

As nomenclaturas foram definidas com base nas suas condições de processamento, na percentagem de redução acumulada durante a laminação criogênica e na temperatura do tratamento térmico de recozimento para reversão. Como descrito na Tabela 4, as amostras foram denominadas da seguinte forma: como recebido (CR), material na condição solubilizado (CS), na condição solubilizado e laminado criogenicamente (SLC) e na condição solubilizado laminado criogenicamente e recozido (SLCR).

Tabela 4 - Nomenclatura das amostras para o AIA 201LN.

Condição		Nomenclatura
Como Recebido		CR
Solubilizado		CS
Solubilizado e Laminado Criogenicamente	10%	SLC10
	20%	SLC20
	30%	SLC30
Amostra SLCR30: Reversão/recozimento por 30 min em temperaturas diferentes	400 °C	SLCR30_400
	500 °C	SLCR30_500
	600 °C	SLCR30_600
	700 °C	SLCR30_700
	800 °C	SLCR30_800

Fonte: o autor.

3.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

O material CR foi submetido a tratamento térmico de solubilização para minimizar os efeitos do pré-processamento, dissolver as segregações químicas e deixá-las em solução sólida. O intervalo de temperatura indicado para a austenitização destes aços é de 1050 °C a 1250 °C^[7]. No presente estudo, as amostras foram solubilizadas a 1050 °C por 30 minutos, com posterior resfriamento suficientemente rápido, em água. Foi utilizado um forno EDG modelo 10P-S com uma bomba de vácuo EDWARDS modelo E2M15 acoplada ao forno localizado no DEMa-UFSCar.

3.4 LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA

As chapas do material utilizado neste trabalho tinham inicialmente 6,1 mm de espessura. Elas foram laminadas criogenicamente utilizando nitrogênio líquido (NL) e em um laminador duo reversível FENN, instalado no DEMa-UFSCar. Foram obtidas chapas com 10, 20 e 30% de redução na espessura. Os parâmetros de laminação que foram adotados tiveram como base os resultados obtidos na literatura^[3, 4, 15], no qual foi realizado uma sequência de laminação com a média de 10% de redução por passe.

O procedimento para essas reduções consistiu em manter as amostras submersas no NL, por cerca de dez minutos, até a estabilização da temperatura. Em seguida foram posicionadas no laminador para deformação. Foi retirado um pedaço dessa chapa para posterior caracterização. O restante voltou para o NL para atingir novamente a temperatura para a próxima redução. Este procedimento foi realizado até que a espessura (e) atingiu uma redução de 30%. Devido ao elevado encruamento do material nessas condições, não foi possível obter reduções maiores. A Figura 8 mostra esquematicamente as chapas reduzidas, as espessuras resultantes das reduções acumuladas de cada chapa e a deformação (ϵ) imposta em cada processo de redução.

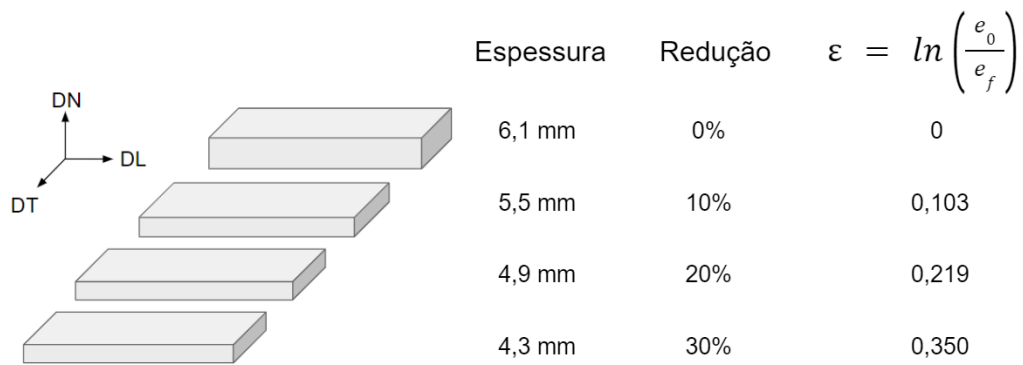


Figura 8 - Representação esquemática da redução em espessura das amostras SLC. São indicadas as espessuras das chapas, a redução e a deformação (ϵ).

Para o AIA 201LN, a taxa máxima de transformação martensítica ocorre em cerca de 0,4 de deformação verdadeira, como mostra a Figura 9, para deformação por laminação a frio. Além disso, o aumento na deformação acumulada resulta em um decréscimo mais acentuado da taxa de transformação martensítica, indicando uma tendência à saturação^[15]. Assim, o percentual de redução ideal para se obter a melhor condição de reversão é aquele em que se alcança a taxa máxima de transformação martensítica^[3, 4, 15, 43]. Para o caso do AIA 201LN laminado criogenicamente neste trabalho, este limite foi atingido próximo de 0,35 de deformação verdadeira, concordando com os dados da literatura.

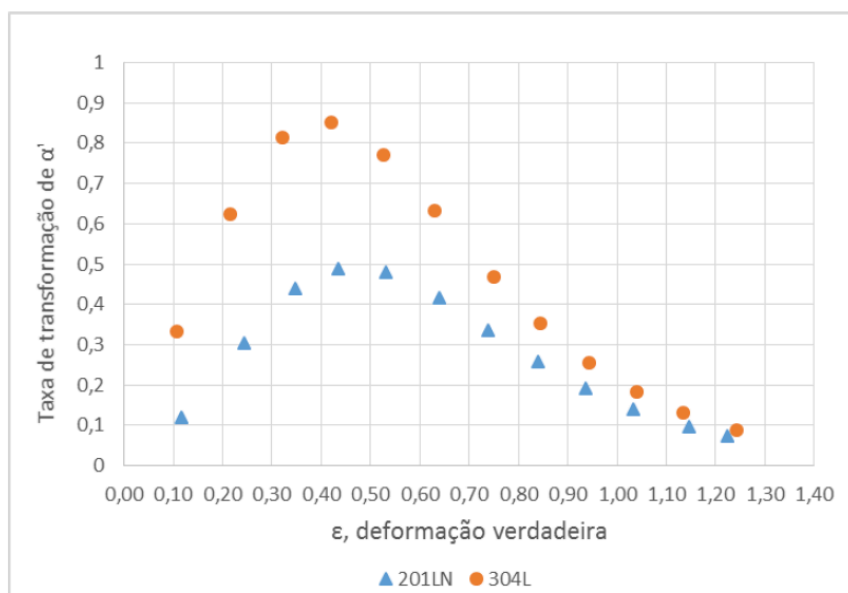


Figura 9 - Taxa de transformação de martensita induzida por deformação por laminação a frio dos aços 304L e 201LN. Adaptado de [15].

3.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE REVERSÃO

O tratamento térmico de recozimento para a reversão martensítica do AIA 201LN foi realizado em forno EDGCON modelo 3P. Foram selecionadas, para a realização desta etapa, as condições obtidas que correspondem à redução aproximada de 30%. O tratamento térmico foi realizado nas temperaturas de 400, 500, 600, 700 e 800 °C por 30 min, seguido de resfriamento ao ar. O tempo de encharque e a temperatura foram determinados de acordo com a literatura^[17, 44].

3.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DUREZA

As amostras destinadas às análises metalográfica, DRX, EBSD e dureza Vickers foram submetidas a uma preparação metalográfica via rota mecânica, realizada no Laboratório de Metalografia do DEMa-UFSCar. As análises de DRX e EBSD foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMa-UFSCar.

3.6.1 Preparação Metalográfica

Após o processamento por laminação criogênica e recozimento, foi realizada a metalografia das amostras com a finalidade de identificar as fases presentes e observar o tamanho e a morfologia dos grãos. Para a observação da microestrutura via microscópio óptico (MO), as amostras foram cortadas utilizando uma Cortadora Metalográfica (60mm) (CF II) com disco de corte abrasivo de SiC, sob refrigeração com solução de corte, à velocidade de 600 rpm.

Em seguida, as amostras foram lixadas mecanicamente com lixas com granulometrias: 320, 400, 600 e 1200 mesh. Depois, foram submetidas ao polimento mecânico, utilizando solução aquosa de alumina de 1 µm, seguido de polimento final em politriz vibratória da marca Vibromet 2, com sílica coloidal de 0,01 µm.

Para revelação da microestrutura foi realizado o ataque eletrolítico com ácido oxálico 10%, utilizando 30 V por 30 s, em média, conforme recomendações da norma ASTM E407^[47]. O ataque eletrolítico foi realizado por meio do sistema ElectroMet 4 da marca Buehler e a observação foi feita em um microscópio OLYMPUS modelo BX51. O tamanho médio de grão foi determinado conforme a

metodologia descrita na norma ASTM E112^[39, 47]. As amostras, antes de serem analisadas por EBSD, passaram novamente por polimento com solução aquosa de alumina de 1 µm para remover o ataque eletrolítico e posterior polimento eletrolítico.

A direção de laminação (DL), direção transversal à laminação (DT) e direção normal a laminação (DN), estão representadas conforme esquema na Figura 10. Para realização do estudo, as análises por MO, EBSD e dureza Vickers foram feitas na face DN - DL.

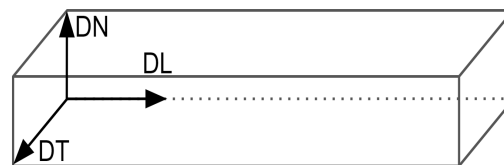


Figura 10 – Representação esquemática das direções adotadas neste estudo.

3.6.1.1 Metalografia quantitativa

As amostras após preparação metalográfica, conforme descrito no item anterior, foram utilizadas para metalografia quantitativa. A partir das imagens obtidas por MO e utilizando-se o programa IMAGE-J, foi obtido o tamanho médio de grão do material através do método do intercepto linear.

A Figura 11 ilustra esquematicamente a amostra para caracterização microestrutural. As amostras foram embutidas a quente em baquelite condutora, utilizando uma embutidora Arotec PRE 30Mi. O embutimento foi realizado de tal modo a permitir a preparação metalográfica do plano DN - DL.

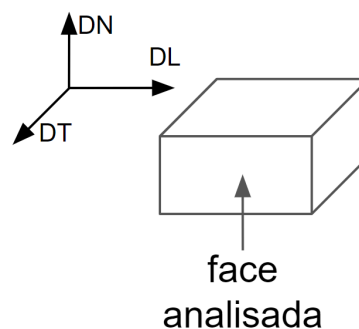


Figura 11 - Representação esquemática da amostra para caracterização microestrutural.

3.6.2 Difração de Raios X (DRX)

Foi realizada a análise de DRX com o intuito de identificar e quantificar as fases presentes nas distintas condições de processamento. Para isso, utilizou-se um difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Advace ECO com uma radiação aplicada $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54\text{\AA}$). O passo de varredura foi de $0,02^\circ$ com a leitura variando de 20° a 120° (2θ).

As amostras foram lixadas até aproximadamente metade da espessura e analisadas no plano DT - DL. A Figura 12 mostra esquematicamente a redução da espessura das amostras utilizadas para as medidas de DRX. Por fim, foi utilizado o método de Rietveld para a quantificação de fases e, assim, determinar a percentagem de cada uma. A análise quantitativa das fases foi realizada através do software HighScore (Plus) v3.0.5.

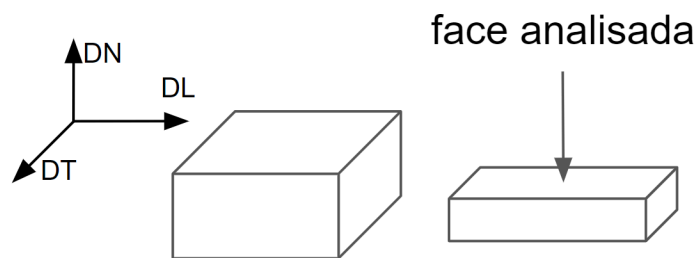


Figura 12 - Representação esquemática da amostra para DRX.

A estimativa quantitativa das fases através da análise de DRX foi determinada pelo método de comparação direta. Neste método, a intensidade integrada total de todos os picos de difração para cada fase em uma mistura é proporcional à fração de volume dessa fase. Se os grãos de cada fase forem orientados aleatoriamente, a intensidade integrada (I) de qualquer pico de difração da fase (i) será dada por^[49]:

$$I_i^{hkl} = \frac{KR_i^{hkl}V_i}{2\mu} \quad (3)$$

Onde,

$$R_{hkl} = \left(\frac{1}{v^2}\right) \left[|F|^2 p \left(\frac{1+\cos^2\theta}{\sin^2\theta \cos^2\theta} \right) \right] (e^{-2M})$$

$$K = \left(\frac{I_0 A \lambda^3}{32\pi r} \right) \left[\left(\frac{\mu_0}{4\pi} \right) \frac{e^4}{m^2} \right]$$

I_i^{hkl} = intensidade integrada para o plano (hkl) da fase i

K = o fator instrumento

R_{hkl} = fator de dispersão do material que depende de θ , espaçamento interplanar de hkl, composição e estrutura cristalina da fase i

v = volume da célula unitária

$|F|^2$ = fator de estrutura para o plano refletor (hkl)

p = fator de multiplicidade da reflexão (hkl)

e^{-2M} = fator de temperatura

μ = coeficiente de absorção linear

A = área da seção transversal do feixe de raios X incidente

I_0 = intensidade do feixe incidente

r = raio do círculo do difratômetro

e, m = carga e massa do elétron, respectivamente

Portanto, para um aço contendo γ e α' , a Equação (3) pode ser escrita como:

$$I_\gamma = \frac{KR_\gamma V_\gamma}{2\mu} \quad (4), \quad I_{\alpha'} = \frac{KR_{\alpha'} V_{\alpha'}}{2\mu} \quad (5), \quad I_\varepsilon = \frac{KR_\varepsilon V_\varepsilon}{2\mu} \quad (6)$$

Considerando a seguinte relação:

$$V_\gamma + V_{\alpha'} + V_\varepsilon = 1 \quad (7)$$

E sabendo que $K/2\mu$ é constante em uma dada varredura de difração de raios X, a fração de volume das fases individuais pode ser calculada por:

$$V_\gamma = \frac{\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{I_\gamma^j}{R_\gamma^j}}{\frac{1}{n} \left(\sum_{j=1}^n \frac{I_\gamma^j}{R_\gamma^j} + \sum_{j=1}^n \frac{I_{\alpha'}^j}{R_{\alpha'}^j} + \sum_{j=1}^n \frac{I_\varepsilon^j}{R_\varepsilon^j} \right)} \quad (8)$$

Onde $i = \gamma, \alpha'$ ou ε e n é o número de picos examinados.

3.6.3 Dureza Vickers por micro-impressão

Com o objetivo de acompanhar a evolução da dureza durante o processo de formação e de reversão da martensita, foram realizados ensaios de dureza Vickers por micro-impressão, conforme norma ASTM E384^[48].

Foi utilizado um microdurômetro Future Tech, modelo FM800 do DEMa-UFSCar. A carga utilizada para a indentação foi de 300 gf, com tempo de aplicação de 15 s. Foram realizadas 10 medidas igualmente espaçadas, na superfície perpendicular à DL (DN - DL), a fim de analisar o perfil de dureza do material, obtendo-se média e desvio-padrão das medidas.

3.6.4 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

Foi realizada uma análise com a utilização de detector de difração de elétrons retroespalhados instalado em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca TESCAN, modelo MIRA3, instalado no LCE-UFSCar. O passo de varredura utilizado foi de 0,8 μm para a amostra CR e 0,4 μm para as demais. O objetivo foi fazer uma avaliação mais detalhada da microestrutura, bem como diferenciar maclas de martensitas, visto que na microscopia óptica a resolução e a morfologia das fases não permitem uma quantificação precisa. Através desta análise foi possível obter informações referentes ao tamanho de grãos e os mapas de fases para acompanhar o tratamento de reversão nas diferentes temperaturas.

Para essa análise, optou-se pelas amostras submetidas à laminação criogênica com 10, 20 e 30% de deformação, além da amostra que apresentou os melhores resultados após a reversão. A superfície de análise foi a mesma da análise via MO. Entretanto, para remoção do ataque eletrolítico, a amostra foi polida novamente utilizando solução aquosa de alumina de 1 μm para posterior polimento eletrolítico com uma solução composta por 40% de ácido fosfórico, 30% de ácido sulfúrico e água. Esse processo foi conduzido por meio do sistema ElectroMet 4 da marca Buehler, com aplicação de 30 V durante 30 s. Para otimização do tempo, a imagem de EBSD da amostra CS foi gentilmente fornecida pelo Doutorando Diogo Pedrino Braga^[17].

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

A partir dos resultados de DRX, as fases foram identificadas e quantificadas. Dessa forma, foi possível analisar o desenvolvimento da transformação martensítica com o progresso da deformação criogênica e o posterior tratamento térmico de reversão. Os difratogramas de DRX em perspectiva para o AIA 201LN na condição inicial e em todas as condições de redução em espessura, normalizados com relação ao seu pico de maior intensidade, são apresentados na Figura 13.

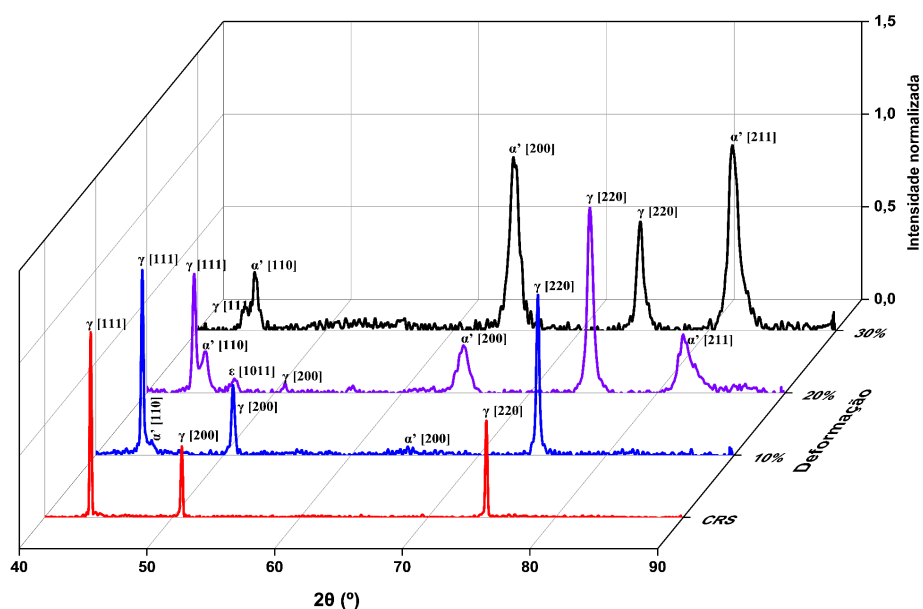


Figura 13 - Difratogramas em perspectiva do AIA 201LN, obtidos com radiação $\text{CuK}\alpha$, para as amostras na CS e com 10, 20 e 30% de redução em espessura.

Nota-se na Figura 13 que as intensidades dos picos associados à austenita (γ) decrescem consideravelmente com o progresso da deformação criogênica. Os picos da martensita (α'), que não foram identificados na amostra CS, aumentaram substancialmente com o avanço da deformação. Um pico de martensita (ϵ) foi identificado apenas na amostra com 20% de redução em espessura.

Na Figura 14 tem-se os difratogramas de DRX individuais da amostra CS e das amostras deformadas pela laminação criogênica nas diferentes reduções em espessura obtidas.

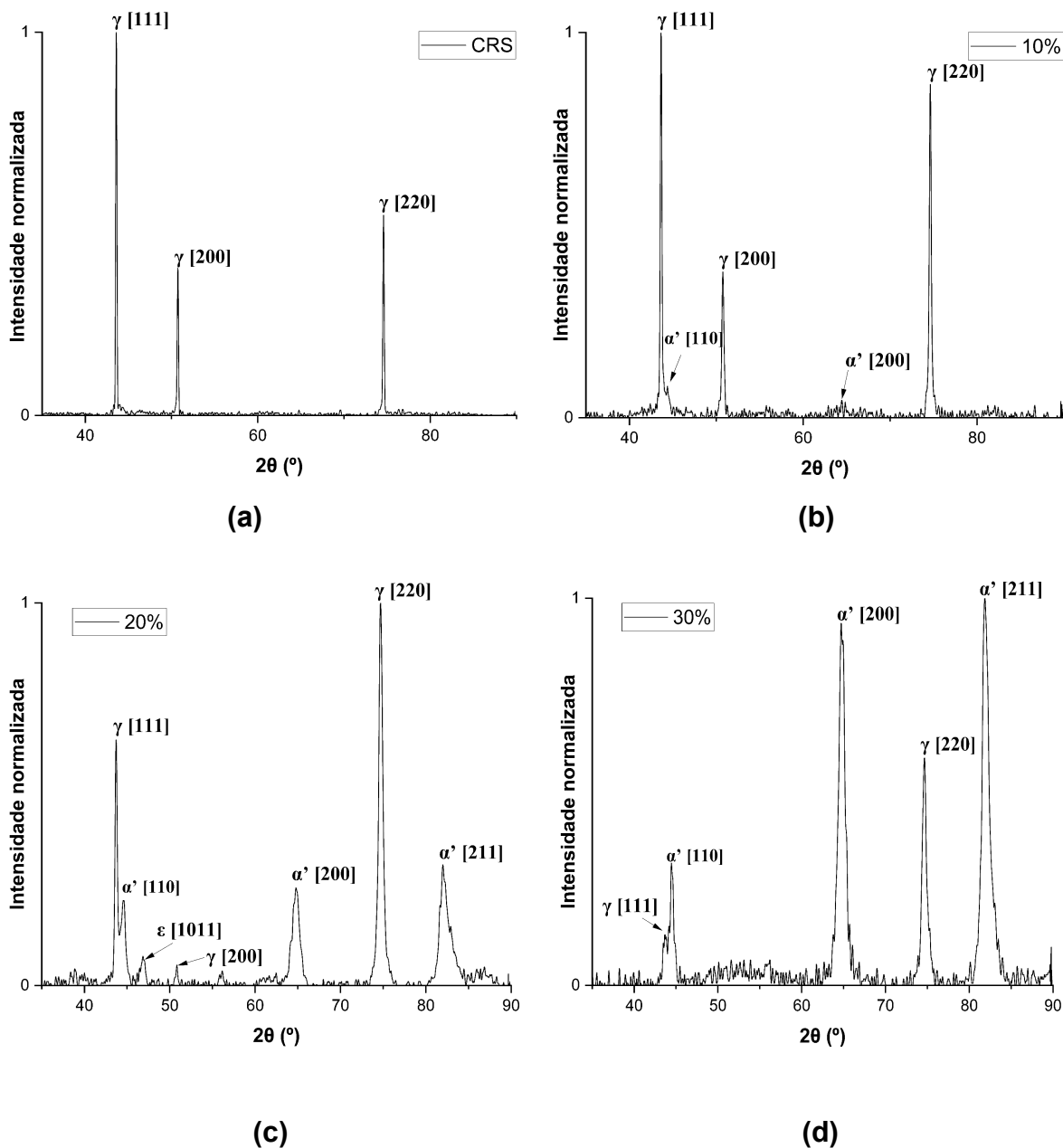


Figura 14 - Difratoformas de DRX, obtidos com radiação de $\text{CuK}\alpha$, do AIA 201LN nas condições (a) CS, (b) SLC10, (c) SLC20 e (d) SLC30.

O difratograma de DRX da amostra CS é mostrado na Figura 14(a). Nota-se que não há ocorrência de picos de martensita. Então, nessa condição tem-se uma microestrutura CFC totalmente austenítica, visto que o pico mais intenso (111) e os picos (200) e (220) correspondem aos planos da fase (γ). Isto está em concordância com os resultados relatados na literatura para o aço 201LN^[3, 4, 14, 15, 50, 51].

Percebe-se que para redução de 10% em espessura, Figura 14(b), ocorre o

surgimento dos picos (110) e (200) associados à α' (CCC). No entanto, há uma maior predominância dos picos associados à γ (CFC), com o pico (111) sendo o mais intenso. Este resultado se mostrou semelhante aos da literatura para o AIA 201LN laminado a frio^[4, 51].

Como pode ser observado na Figura 14(c), a redução de 20% em espessura resultou na diminuição da intensidade dos picos da fase γ e no surgimento do pico (211) referente à martensita α' . Neste caso, o pico mais intenso passou a ser o (220) associado a γ . Além disso, somente nessa condição, foi observado o pico (1011) referente a martensita ϵ (HC).

Observa-se na Figura 14(d), que a partir da deformação de 30% o material ainda contém γ . Porém, os picos de α' são predominantes e mais intensos, sendo que as intensidades dos picos (200) e (211) apresentaram-se semelhantes e de maior intensidade. Além disso, observa-se que o pico (200) relativo a γ desaparece.

Após a análise qualitativa dos difratogramas, foi realizada a quantificação das fases da γ e α' a partir da aplicação dos resultados de DRX na Equação (8), para as amostras do AIA 201LN submetidas à laminação criogênica. A Figura 15 apresenta os valores percentuais das fases identificadas em função do grau de deformação aplicada. Os resultados evidenciam, de modo geral, um incremento significativo na fração volumétrica da martensita induzida por deformação (MID), acompanhado por uma correspondente redução na fração de austenita γ ^[4, 15, 51].

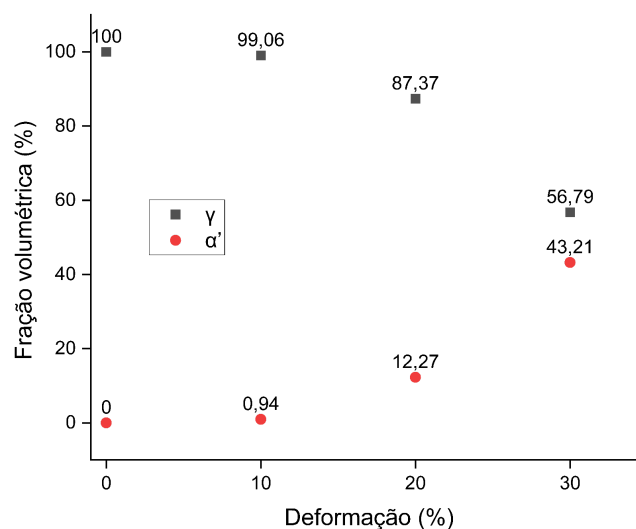


Figura 15 - Fração volumétrica de γ e α' , em função da deformação criogênica de 0% (CS), 10%, 20% e 30%, para o AIA 201LN, obtida pelo refinamento de Rietveld.

Esse fenômeno relaciona-se ao aumento das deformações internas com a aplicação de tensões de compressão externas. Com isso, ocorre a distorção da rede cristalina com a geração de discordâncias e o cisalhamento entre elas, o que, por sua vez, promove a nucleação de embriões de α' ^[38]. Esse comportamento era previsto, já que o AIA 201LN é suscetível ao efeito TRIP, no qual ocorre a transformação da γ metaestável em MID, devido à instabilidade da γ em temperaturas próximas ou inferiores à temperatura ambiente^[4, 5, 15, 51].

Nesse sentido, a Tabela 5 reúne alguns resultados disponíveis na literatura para um comparativo do percentual da fração volumétrica da MID obtida pela laminação a frio e criogênica, em função da redução percentual em espessura para os aços 201LN e 304L.

Tabela 5 - Percentuais de α' obtidos pelo refinamento de Rietveld para os aços 201LN e 304L com 10%, 20% e 30% de deformação a frio e criogênica.

Deformação	Laminação criogênica		Laminação a frio	
	Fração volumétrica de α'			
	201LN	304L ^[32]	201LN ^[15]	304L ^[15]
10%	0,94%	41%	0,00%	3,87%
20%	12,27%	68%	6,13%	14,87%
30%	43,21%	88%	7,76%	16,40%

Fonte: o autor.

Nota-se que o processo de laminação criogênica resultou em um maior volume de α' do que a frio, em ambos os aços. Isto está relacionado com o aumento da taxa de nucleação de α' , devido a redução da EFE em função da diminuição da temperatura de deformação^[21]. Com redução da temperatura, a mobilidades das discordâncias torna-se mais restrita, e sua quantidade aumenta devido à supressão parcial da recuperação dinâmica, que é termicamente ativada. Isto resulta no aumento do cisalhamento que é capaz de promover distorções na rede cristalina e, conseqüentemente, no aumento dos sítios de nucleação da α' . Além disso, para materiais CFC, em baixas temperaturas, a deformação pode ocorrer através da formação de maclas, que é facilitada em baixas EFE. Assim, quanto menor a temperatura, maior a fração volumétrica transformada^[55].

Ademais, o grau de transformação da MID está relacionado com a composição química. Percebe-se que, as frações volumétricas do aço 201LN foram inferiores às do aço 304L, tanto para laminação criogênica, como a frio. Devido aos elevados teores de Mn e N na composição química, resultando em uma redução da suscetibilidade ao efeito TRIP, uma vez que esses elementos estabilizam a γ ^[15, 55].

O AIA 201LN, após a etapa de LC, foi recozido para obtenção da reversão martensítica. A Figura 16 mostra os difratogramas em perspectiva do AIA 201LN com redução de 30% em espessura e recozido, por 30 min, nas temperaturas estabelecidas. As intensidades foram normalizadas com relação ao seu pico de maior intensidade e foram obtidas pela análise de DRX.

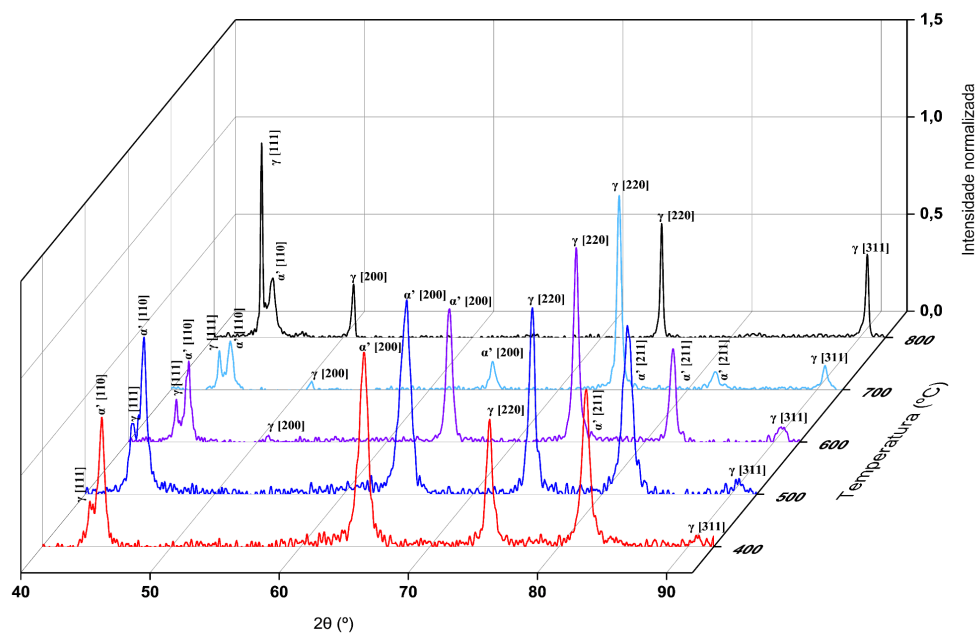


Figura 16 - Difratogramas de DRX em perspectiva do AIA 201LN, obtidos com radiação $\text{CuK}\alpha$, para as amostras com 30% de redução em espessura e recozidas a 400, 500, 600, 700 e 800 °C, por 30 min.

De modo geral, à medida que o recozimento avançou para temperaturas mais elevadas, houve um decréscimo nos picos associados à fase α' . Em contrapartida, os resultados indicaram um incremento na intensidade dos picos associados à γ , com o decorrer do recozimento.

Na Figura 17 tem-se os difratogramas de DRX individuais da amostra com redução de 30% em espessura e recozidas nas diferentes temperaturas de recozimento determinadas para avaliação da transformação da reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$.

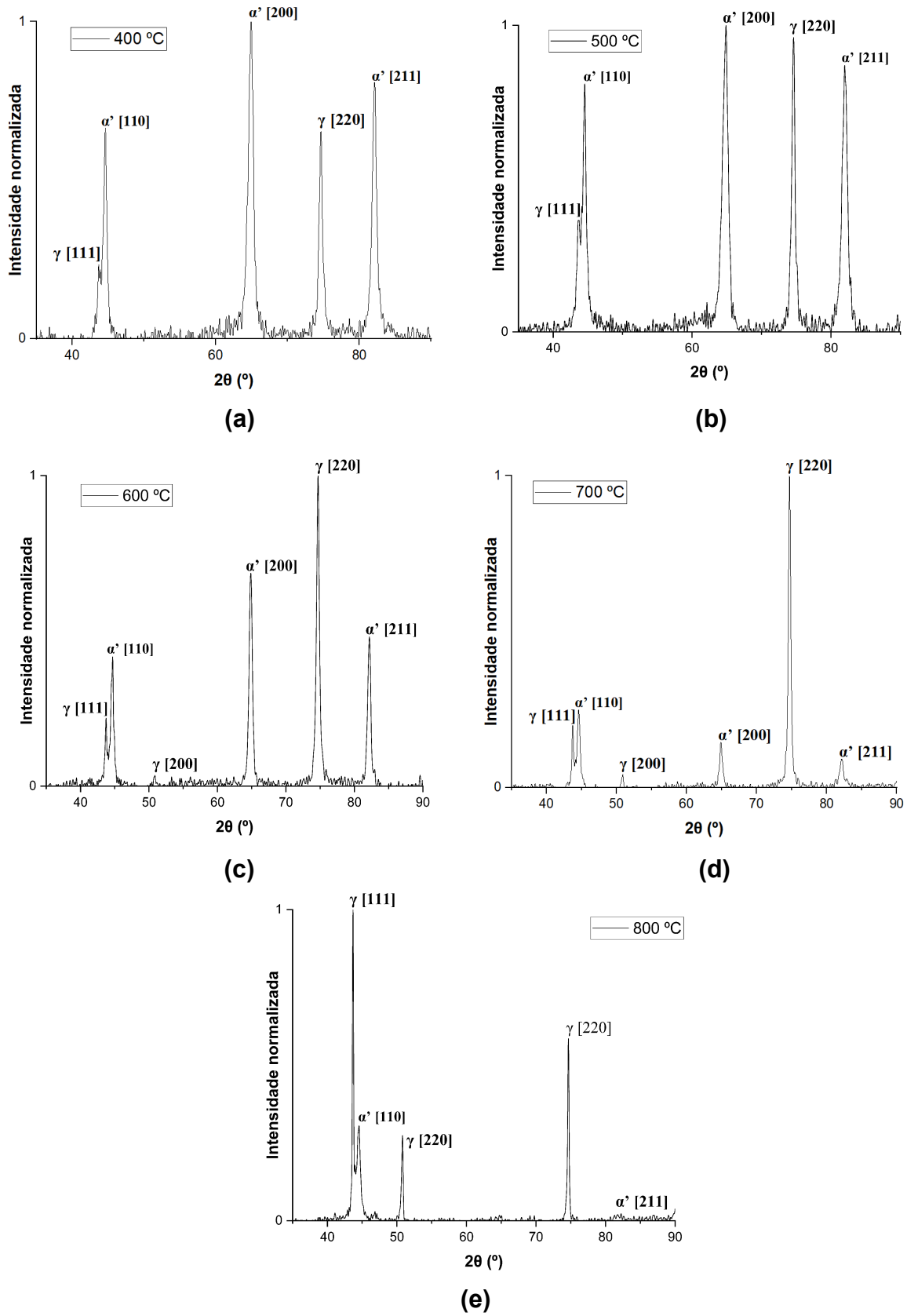


Figura 17 - Difratoigramas de DRX, obtidos com radiação de $\text{CuK}\alpha$, da amostra SLC30 recozida a: (a) 400 °C, (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C e (e) 800 °C.

No recozimento a 400 °C, nota-se a predominância de picos associados a α' , sendo o pico (200) o mais intenso, como mostrado na Figura 17(a). No entanto, a 500 °C, o pico (220) referente à fase γ apresenta praticamente a mesma intensidade do pico (200) da α' . Com o aumento da temperatura para 600 e 700 °C, o pico (220) passa ser o de maior intensidade, em detrimento da redução significativa dos picos da α' . Além disso, há o surgimento do pico (200) referente à fase γ .

A 800 °C a intensidade da α' diminui. Os picos (110) e (211) diminuem e o pico (200) desaparece, como observado na Figura 17(e). Em relação a γ , nota-se que o pico (111) se torna o de maior intensidade e há uma redução do pico (220). Assim, os resultados mostram que houve a reversão da α' , entretanto foi detectada a presença de α' residual. Este comportamento está em consonância com o observado para o aço 201LN laminado a frio^[4, 50, 14].

Assim, como nas amostras laminadas criogenicamente, após a identificação das fases por DRX, foi realizada a quantificação das fases observadas através do refinamento de Rietveld com o auxílio do software X'Pert Highscore Plus. Os valores obtidos da quantificação de fases são apresentados na Figura 18, que indica os percentuais de austenita e martensita em função da temperatura de recozimento.

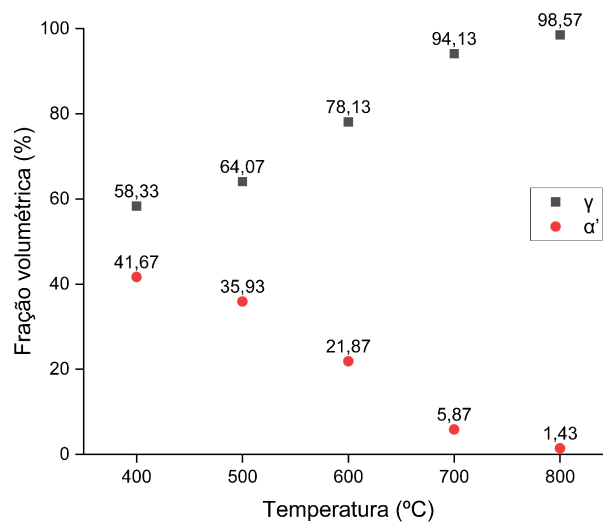


Figura 18 - Fração volumétrica de γ e α' em função da temperatura de recozimento da amostra SLC30.

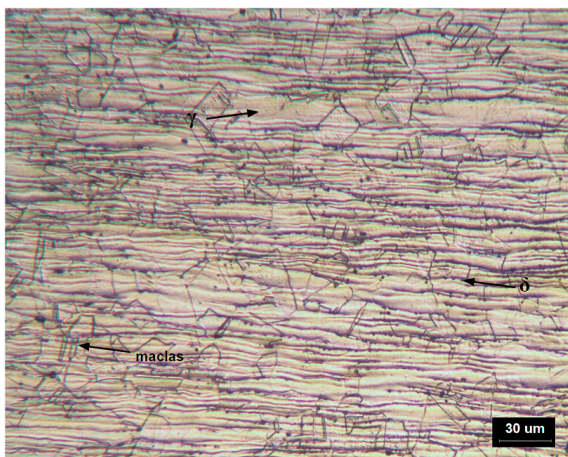
A martensita induzida por deformação perde sua estabilidade em temperaturas elevadas e pode ser revertida em γ mediante tratamento térmico^[4, 15].

Isto é observado pelos resultados obtidos para a quantificação de fases para as amostras recozidas na Figura 18. Observa-se que, como esperado, o percentual de α' decresce com o aumento da temperatura de recozimento.

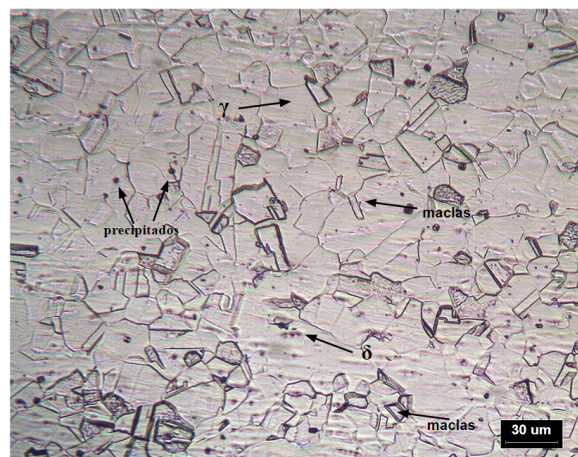
4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

As amostras do AIA 201LN foram caracterizadas na condição CR, solubilizada, submetida a laminação criogênica e posterior tratamento térmico de recozimento. Para isso, as microestruturas foram obtidas por MO após ataque eletrolítico com ácido oxálico para revelar a microestrutura.

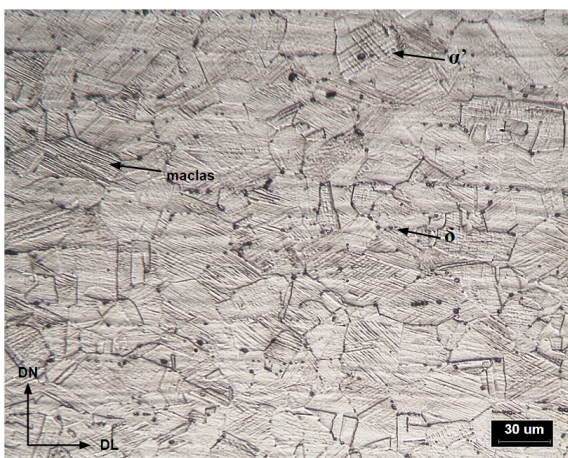
A Figura 19 mostra as microestruturas obtidas pelas micrografias ópticas representativas do AIA 201LN nas condições CR, CS e laminado em diferentes graus de deformação a temperatura criogênica.



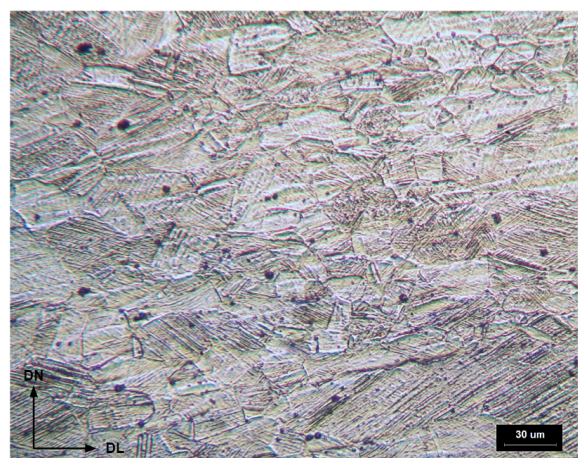
(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 19 - Microestruturas do AIA 201LN na condição (a) CR, (b) CS, (c) LCS10, (d) LCS20, (e) LCS30. Ataque eletrolítico em ácido oxálico.

Observa-se na Figura 19(a), que a amostra CR apresentou um aspecto ondulado, possivelmente decorrente à segregação química. Além disso, é possível notar a presença de ferrita δ , como indicado na figura. Ao observar a micrografia da Figura 19(b), correspondente ao AIA 201LN solubilizado a 1150 °C por 30 minutos (CS), fica evidente que a solubilização foi efetiva, pois os grãos se mostraram mais equiaxiais, com algumas maclas de recozimento, resultantes do processo de recristalização. A microestrutura da amostra CS consiste em grãos austeníticos recristalizados, com tamanho médio de grão de $25 \pm 5 \mu\text{m}$, determinado pela Norma ASTM E112^[39, 47]. Embora o difratograma de DRX mostrado na Figura 14(a) indique que a microestrutura seria composta apenas pela fase γ , nota-se que a micrografia apresentou uma pequena quantidade de ferrita δ e precipitados. Os resultados obtidos estão de acordo com trabalhos anteriores^[3, 4, 5, 7, 15, 17].

Comparando os aspectos microestruturais apresentados na Figura 19 com resultados da literatura para o mesmo aço, porém laminado a frio, pode-se inferir que as regiões mais claras nas micrografias correspondem à γ em processo de encruamento devido ao aumento da redução acumulada. Por outro lado, as regiões escuras representam a martensita α' ^[3, 4].

A evolução microestrutural durante o processo de deformação criogênica e o subsequente tratamento térmico de reversão, foi acompanhada pela análise microestrutural do AIA 201LN. A literatura aponta que, em AIA's metaestáveis, com

baixo teor de Ni e alto teor de Mn e N, a formação de α' , pela transformação de fase induzida pela deformação, tende a aumentar conforme a redução se intensifica durante a laminação^[3, 4, 15, 50]. Assim, pode-se observar na Figura 19 a progressão da transformação microestrutural do aço 201LN submetido à deformação criogênica.

Nota-se o refinamento progressivo da microestrutura à medida que a deformação aumenta. Para uma redução de 10% na espessura, a microestrutura é composta majoritariamente por grãos de γ , com aspecto equiaxial e tamanho médio de grão de cerca de $24 \pm 1 \mu\text{m}$. Além disso, é possível identificar, no interior do grão, a presença de martensita e maclas de deformação. A martensita resultante da transformação surge na forma de placas ou agulhas. No entanto, uma vez que a martensita formada é muito fina, geralmente não é possível caracterizá-la por MO^[55].

Conforme a deformação criogênica prosseguiu para 20% de redução (Figura 19(d)), o AIA 201LN desenvolveu uma microestrutura cada vez mais refinada, devido ao aumento da fração de α' e maclas. Além disso, para uma redução de 30% (Figura 19(e)), os grãos apresentaram-se alongados na DL. As agulhas de martensita e os contornos de grãos da γ tornaram-se menos evidentes, devido à distorção severa. Já o tamanho médio de grão foi estimado em aproximadamente $21 \pm 2 \mu\text{m}$ e $17 \pm 1 \mu\text{m}$ para as reduções de 20% e 30%, respectivamente.

O mecanismo de deformação em aços austeníticos depende fortemente da EFE. Dessa forma, durante a laminação criogênica, o acúmulo da densidade de defeitos aumenta e restringe a recuperação dinâmica devido à baixa EFE do material sob investigação, como pode ser visto na Tabela 2. Portanto, espera-se que tanto a martensita induzida por maclas quanto por deformação sejam vistas nas micrografias das amostras deformadas^[27].

A propagação da martensita α' , ocorre pela repetida nucleação de novos embriões e seu coalescimento. De acordo com a literatura, as interseções das bandas de cisalhamento, na forma de maclas de deformação ou feixes de falhas de empilhamento, atuam como locais para nucleação da MID^[5]. Trabalhos anteriores mostraram que a interseção de duas placas de martensita ϵ constitui um sítio de nucleação de α' . Já foi relatado que a interseção entre uma placa de ϵ e um sistema de escorregamento ativo também pode atuar como sítio de nucleação da α' . Outra possibilidade é a interseção entre uma placa de ϵ e uma macla ou um contorno de grão. Além disso, há estudos que relatam que grãos de α' podem ser nucleados nos contornos de grão da γ sem a existência da fase ϵ ^[18].

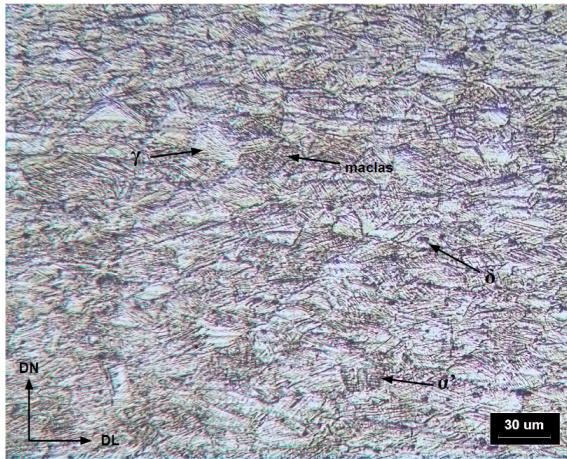
Diferentemente do que ocorre em alguns estudos para laminação a frio^[3, 4, 14, 15, 50, 51], o aço 201LN submetido à laminação criogênica não suportou uma redução em espessura superior a cerca de 30%, devido ao alto grau de encruamento do material. Quando a deformação criogênica excedeu esse limite, a amostra fraturou, como pode ser observado na Figura 20. No entanto, há estudos na literatura^[5, 43], para o aço 201L deformado através da laminação a frio, em que a MID aumenta com uma tendência quase linear até reduções de 25% de espessura e fica saturada para reduções de espessura superiores a 40%.



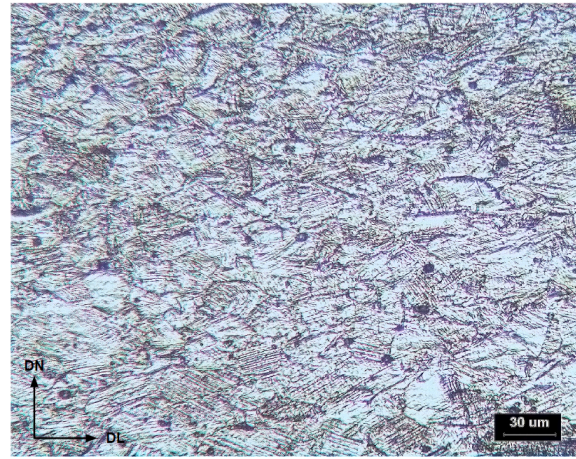
Figura 20 - Amostra fraturada após laminação criogênica superior a 30%.

Durante a laminação criogênica, a diminuição da EFE promove um aumento na densidade de discordâncias à medida que a deformação prossegue. Desse modo, a taxa de encruamento é maior e atinge um limite de saturação devido à formação de emaranhados de discordâncias que dificultam o escorregamento. Até atingir a saturação, as discordâncias estão organizadas em arranjos celulares. Com o aumento da deformação, não há mudança na densidade de discordâncias. No entanto, ocorre a rotação entre as células, resultando em uma maior desorientação local, com contornos de baixo ângulo passando a ser contornos de alto ângulo. A partir disso, são gerados subgrãos até que atinjam o tamanho limite que é dado pelo tamanho do arranjo celular^[4].

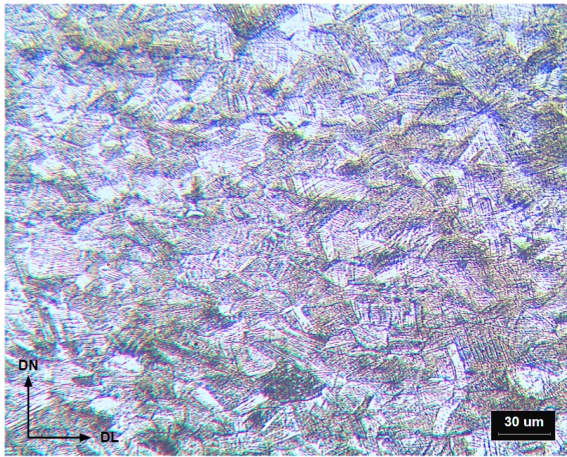
A evolução da reversão martensítica pode ser vista na Figura 21, a qual mostra a microestrutura do material deformado criogenicamente até 30% de redução em espessura e recozido a diferentes temperaturas por 30 min.



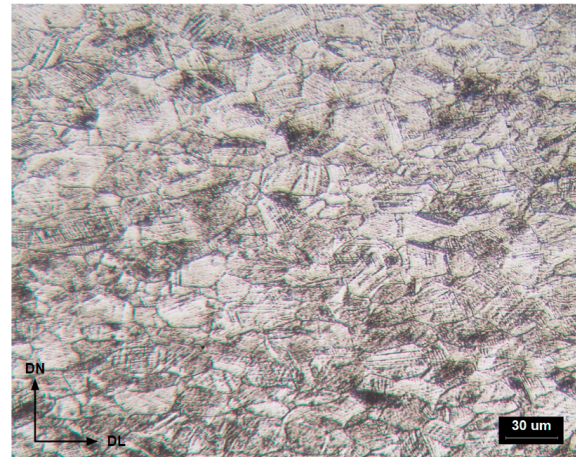
(a)



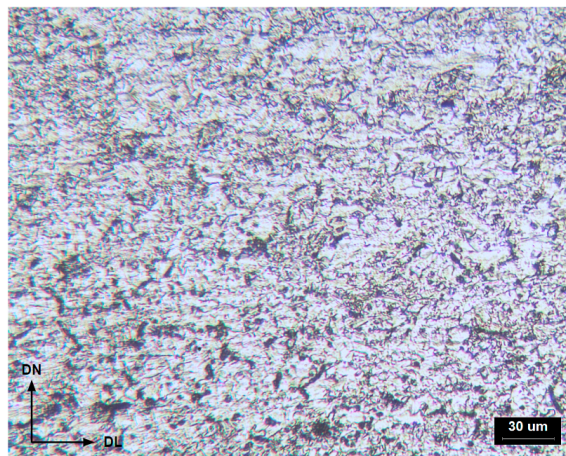
(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 21 - Microestruturas do AIA 201LN com 30% de deformação na condição recozido por 30 min nas temperaturas (a) 400°C, (b) 500 °C, (c) 600 °C, (d) 700 °C e (e) 800 °C. Ataque eletrolítico em ácido oxálico.

Observa-se que até 700 °C, a microestrutura é composta por martensita na forma agulhas, fase γ encruada e grãos equiaxiais de austenita revertida. A fase γ pode ser identificada pela coloração mais clara. Notam-se regiões refinadas e mais escuras entre os grãos da fase γ . Essas regiões correspondem às regiões de coexistência da MID com pequenas regiões de austenita revertida. Os grãos apresentaram tamanhos médios de aproximadamente $17 \pm 2 \mu\text{m}$, $19 \pm 3 \mu\text{m}$, $17 \pm 1 \mu\text{m}$, $16 \pm 1 \mu\text{m}$ e $4 \pm 1 \mu\text{m}$ para as temperaturas de recozimento de 400, 500, 600, 700 °C e 800 °C, respectivamente.

A partir de 700 °C, as regiões de coexistência de α' e γ revertida passam a ser mais evidentes. Isto indica que a reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$, ocorreu de maneira mais pronunciada. Também é observado o início da recristalização da austenita não transformada em martensita durante a deformação. A recristalização é praticamente completada a 800 °C, como pode ser visto na Figura 21(e). O tamanho médio de grão para essa condição é cerca de 80% menor em relação à amostra CS. Este resultado difere em relação ao que se tem na literatura para o AIA 201 laminado a frio com 60% redução em espessura e recozido a 800 °C por 180 min, o qual apresentou tamanho médio de grãos da ordem de $10 \mu\text{m}$ ^[18].

A partir da análise das micrografias obtidas para a amostra recozida, fica evidente a reversão de α' com estrutura CCC para γ de estrutura CFC. Também é possível inferir que houve um refinamento microestrutural bastante intenso quando comparada com a micrografia obtida para a amostra na condição CS, Figura 19(b).

A reversão $\alpha' \rightarrow \gamma$ nos AIA's pode ocorrer pelo mecanismo difusional ou cisalhante em função da temperatura. Na forma difusional, os grãos de γ se revertem pela nucleação de embriões na fase martensítica. Conforme a reversão prossegue, esses embriões crescem. Já por cisalhamento, tem-se os fenômenos de recuperação e recristalização. Os grãos de γ revertida são constituídos pelas elevadas densidades de discordâncias da α' . Essas discordâncias se rearranjam com a continuação do tratamento térmico de reversão, formando células e subgrãos. Isso resulta no refinamento microestrutural^[4, 5, 18].

A nucleação da γ revertida pode ocorrer nas interfaces entre α' e γ remanescente ou nos contornos entre as α' . Quando a nucleação ocorre nas interfaces, os novos grãos crescem com a mesma orientação da γ deformada. No entanto, quando a nucleação ocorre nos contornos da α' , a γ nucleada não apresenta traços da γ deformada^[18].

4.3 ENSAIO DE DUREZA

A caracterização mecânica foi realizada pela dureza Vickers, com o intuito de verificar a influência da fração de MID obtida pela deformação criogênica e o efeito do recozimento nesta propriedade mecânica. Os valores apresentados resultaram de uma média de 10 leituras igualmente espaçadas na superfície das amostras. A Figura 22 ilustra a evolução da dureza em função da deformação criogênica.

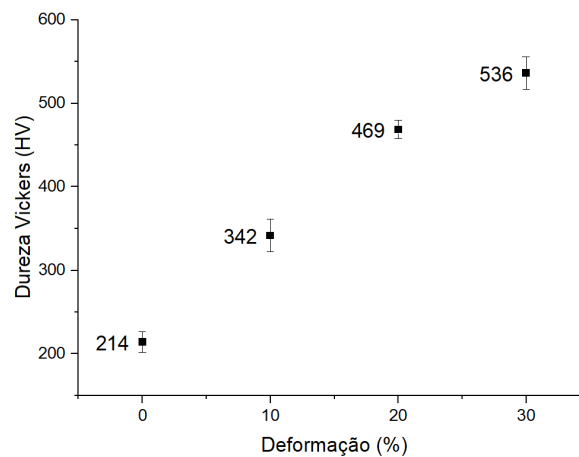


Figura 22 - Gráfico da dureza Vickers em função da deformação criogênica. O ponto zero corresponde à condição CS.

Como pode ser visto na Figura 22, a dureza aumentou com o acréscimo da deformação aplicada. Estudos anteriores^[4, 15] realizados com o AIA 201LN submetido a laminação a frio indicaram um comportamento semelhante. Para deformação de 30% em espessura obteve-se uma dureza de cerca 2,5 vezes maior do que a amostra CS. Essa observação está relacionada com o aumento da fração de martensita α' e da densidade de discordâncias. Além disso, a estrutura martensítica (CCC) apresenta maior resistência à deformação do que a austenita com estrutura CFC a temperatura ambiente^[52].

A estrutura CFC possui sistemas de deslizamentos com planos e direções mais compactos e passíveis de deslizamentos cruzados. Apesar da estrutura CCC também apresentar 12 sistemas de deslizamentos, as direções e sistemas de escorregamento são menos compactos e não são passíveis de deslizamento cruzado. Isso leva à multiplicação e ao acúmulo de discordâncias, resultando no aumento da formação de α' e seu encruamento, conforme a deformação aumenta^[4].

Como pode ser observado na Tabela 6, foi possível comparar os resultados obtidos com os apresentados na literatura para o AIA 304 laminado criogenicamente^[27] e para os AIA's 201 e 304 laminados a frio^[50].

Tabela 6 - Dureza Vickers dos aços 201LN, 201 e 304 submetidas a laminação criogênica e a frio para as deformações de 10%, 20% e 30%.

Deformação	Laminação criogênica		Laminação a frio	
	201LN	304 ^[27]	201 ^[50]	304 ^[50]
Dureza (HV)				
10%	342 ± 20	283	277 ± 4	225 ± 6
20%	469 ± 11	362	430 ± 4	343 ± 16
30%	536 ± 20	424	492 ± 4	405 ± 12

Fonte: o autor.

O AIA 201LN, submetido à laminação criogênica, apresentou dureza superior em todos os graus de deformação, quando comparado com o AIA 304 na mesma condição. A dureza média apresentada, tanto pelo AIA 304 quanto para o AIA 201 laminados a frio, foi inferior às condições aplicadas no aço em estudo.

O encruamento do AIA 201LN é superior aos dos aços da série 300, devido, principalmente, à sua composição química. O endurecimento ocorre através da solução sólida dos solutos intersticiais de N, visto que sua concentração é cerca de duas vezes maior do que na série 300^[15, 51]. A maior dureza no material deformado criogenicamente em comparação com o laminado a frio está relacionado com o aumento da densidade de discordância e ao aumento da quantidade de martensita^[50, 53].

Após a laminação criogênica, foi selecionada a deformação de 30% para análise da reversão por meio de tratamento térmico de recozimento, já que foi a condição que apresentou maior fração volumétrica de α' . As amostras foram recozidas em diferentes temperaturas por 30 min e resfriadas ao ar. Os resultados das medidas de dureza Vickers obtidos são mostrados na Figura 23.

No decorrer da transformação da MID, surgem tensões adicionais devido à natureza não homogênea do processo de transformação de fase. Essas tensões estão relacionadas com a acomodação e crescimento das fases, resultando em

diferenças volumétricas entre elas. Como a reversão $\gamma \rightarrow \alpha'$ consiste na expansão volumétrica, a matriz austenítica é estabilizada pela grande quantidade de tensões residuais de natureza compressiva, o que resulta no aumento da dureza^[55].

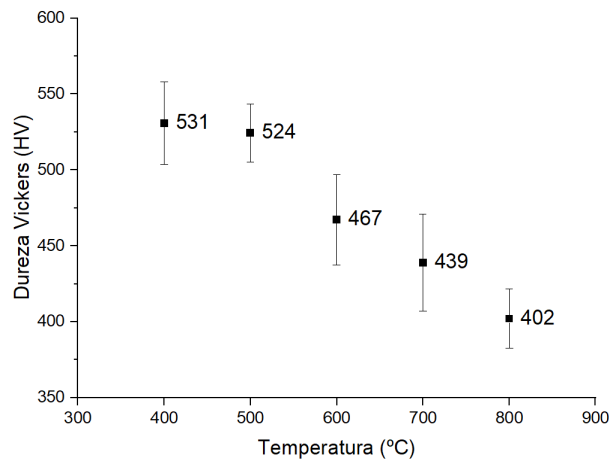


Figura 23 - Gráfico da dureza Vickers em função da temperatura de recozimento por 30 minutos da amostra SLC30.

Como mostra a Figura 23, a dureza do material a 400 °C manteve-se praticamente a mesma em relação à amostra SLC30 e após o recozimento a 500 °C. Entre 600 e 700 °C, a dureza caiu mais significativamente, chegando a 439 HV para o recozimento a 700 °C. Já o recozimento a 800 °C resultou em uma dureza aproximadamente 24% menor do a 400 °C, porém cerca de duas vezes maior em comparação com a amostra CS.

A manutenção da dureza diante o recozimento pode estar relacionada à recuperação do material entre 400 e 500 °C, em que as placas de martensita podem crescer, mantendo constante a dureza do material. Conforme relatado na literatura, a reversão martensítica inicia-se por volta de 600 °C, e é completada em temperaturas próximas a 750 °C. Com isso, a queda na dureza pode ser atribuída à reversão da MID e à recristalização^[18].

O recozimento dos AIA's promove a recuperação do material pela eliminação e o rearranjo de defeitos de discordâncias e falhas de empilhamento, aliviando as tensões impostas durante a deformação^[18]. As bandas de deformação são estáveis e podendo resistir ao recozimento até 800 °C numa região não recristalizada. Já a fase ϵ é estável até aproximadamente 200 °C e a α' até 400 °C^[50, 53].

O aumento da temperatura promove uma aproximação das discordâncias

parciais que resultam no aumento da EFE. Então, a mobilidade das discordâncias aumenta e elas tendem a se aniquilarem com discordâncias de sinais opostos. Dessa forma, materiais com alta EFE apresentam menor densidade de discordâncias do que materiais com baixa EFE. Além disso, a redução da densidade de discordâncias pode ocorrer pela difusão dos átomos com o aumento da temperatura. Assim, o encruamento diminui resultando na redução da dureza^[4].

A Tabela 7 apresenta um comparativo entre os resultados de dureza Vickers para as temperaturas de recozimento, obtidos neste estudo e os encontrados na literatura. Os estudos foram realizados para tempo de recozimento maior no AIA 304 com 50% de deformação criogênica e 60% de deformação a frio^[53] e no AIA 201 com 60% de deformação a frio^[44].

Tabela 7 - Comparação da dureza Vickers em função da temperatura de recozimento para os AIA's 201LN, 201 e 304, em diferentes condições de processamento.

	Laminação criogênica		Laminação a frio	
	201LN	304 ^[53]	201 ^[44]	304 ^[53]
Deformação	30%	50%	60%	60%
Tempo recoz.	30 min	1h	1h	1h
Temperatura	Dureza (HV)			
400 °C	531 ± 27	555	-	477
500 °C	524 ± 19	457	489 ± 13	463
600 °C	467 ± 30	400	446 ± 6	420
700 °C	439 ± 32	340	316 ± 6	385
800 °C	402 ± 20	230	277 ± 3	261

Fonte: o autor.

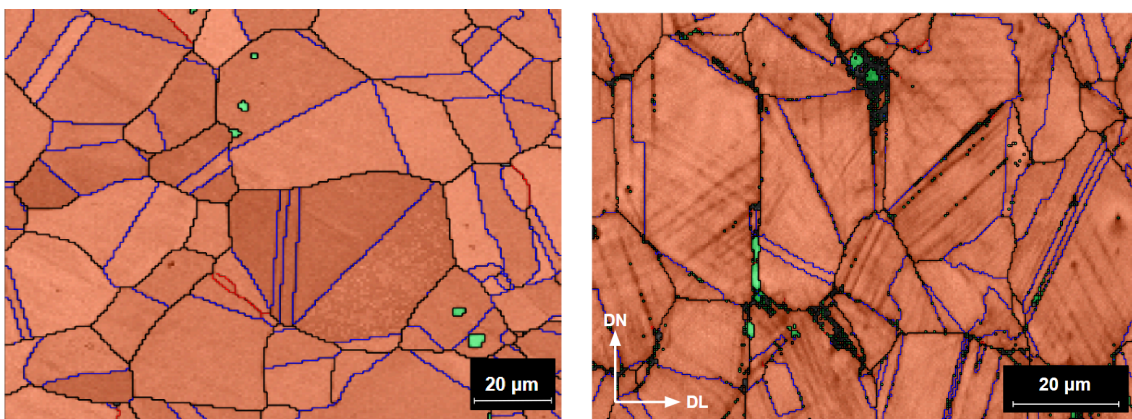
A laminação criogênica resultou em valores de dureza Vickers superiores aos obtidos pela laminação a frio. A dureza do AIA da série 200 foi expressivamente maior do que a da série 300. Para temperatura de reversão de 800 °C, a dureza do AIA 201LN submetido à laminação criogênica dobrou em relação ao laminado a frio. Enquanto para o AIA 304 esta variação não foi significativa. Vale destacar que os

processamentos descritos na literatura foram realizados para deformações e tempos de recozimento maiores do que os utilizados neste estudo.

O maior endurecimento promovido pela laminação criogênica está relacionado ao maior refino microestrutural. Com a redução do diâmetro médio dos grãos, há um aumento na quantidade de planos cristalinos com orientações diferentes, o que resulta em uma maior área de contornos de grãos que atuam como barreiras impedindo o escorregamento das discordâncias. Logo, o aço com granulometria grosseira apresenta menor dureza do que um material com granulometria fina^[4]

4.4 CARACTERIZAÇÃO VIA EBSD

Para uma avaliação mais apurada da evolução microestrutural do AIA 201LN durante a laminação criogênica e posterior tratamento térmico de reversão, a caracterização da microestrutura foi realizada via EBSD. Os dados foram tratados pelo software ATEX© e estão representados na Figura 24. O comportamento do material nas diferentes reduções por deformação criogênica é evidenciado a partir da condição não deformada.



(a)

(b)

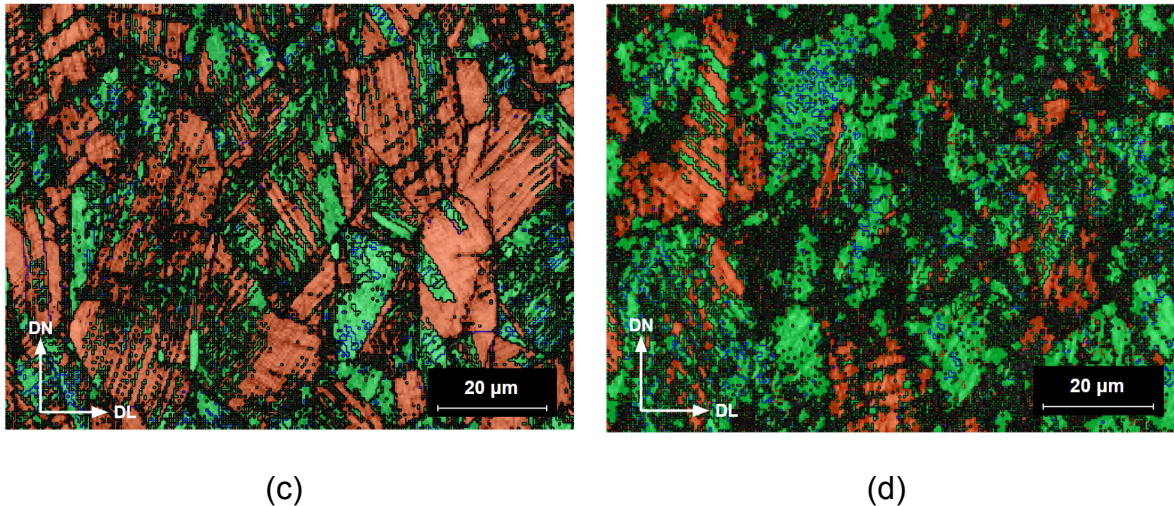


Figura 24 - Resultados da análise de EBSD para as amostras do AIA 201LN: (a) CS, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30%. Em verde são apresentadas as regiões contendo α' e, em vermelho, γ . As linhas pretas indicam os contornos de alto ângulo ($15-55^\circ$ e $> 65^\circ$), as linhas azuis indicam contornos de macla ($55^\circ-65^\circ$) e as linhas vermelhas indicam os contornos de baixo ângulo ($5-15^\circ$).

Com os resultados obtidos para a condição CS na Figura 24(a), confirma-se que a estrutura da amostra é composta majoritariamente pela γ , indicado pela tonalidade vermelha. Também, constatou-se que os grãos são equiaxiais com a presença de maclas visíveis, indicadas pela cor azul. Como o material apresenta-se recristalizado, era esperada uma quantidade muito pequena de contornos de baixo ângulo, como identificado pelos contornos na cor vermelha.

Além disso, a microestrutura apresenta ilhas, indicadas pela cor verde, atribuída a ferrita δ (CCC). Essa observação, vai ao encontro dos resultados obtidos por MO e pela técnica de ferritoscopia, como encontrado na literatura para o aço 201LN deformado a frio, na qual foi identificado um volume inferior a 1% de fase ferromagnética atribuída à fase δ ^[4, 18, 54].

Os mapas de EBSD não conseguem identificar a maioria dos contornos de maclas de deformação, pois essas interfaces apresentam larguras da ordem de grandeza de 10 nm, menores que o passe de varredura utilizado. Apenas os feixes de maclas na forma grosseira são indexados. Eles foram localizadas por meio de um ângulo de desorientação entre 55° e 65° , identificadas pela cor azul^[17].

As Figuras 24(b), (c) e (d), representam a distribuição de fases para as

amostras do AIA 201LN com 10, 20 e 30% de deformação criogênica, respectivamente. Pelas imagens é possível identificar os possíveis sítios de nucleação de α' , indicados pela cor verde, na matriz austenítica de coloração vermelha. Nota-se que α' nuclea nos sítios gerados pela deformação plástica, como mencionado anteriormente, ou seja, nas maclas de deformação, falhas de empilhamentos e bandas de deformação^[5].

No mapa de fases para deformação de 20% em redução, na Figura 24(c), mostra o incremento substancial da α' . Nota-se que os grãos restantes de γ passam a apresentar uma maior fragmentação por contornos de baixo ângulo. O aumento da deformação faz com que as fases tenham morfologia alongada alinhada paralelamente à LD. Eventualmente, é difícil caracterizar o AIA 201LN altamente deformado, devido a dificuldade de indexação de alguns grãos; isto é também observado para as amostras deformadas em até 30%.

A Figura 24(d) revela uma microestrutura praticamente martensítica, como já observado pelas medidas de difração de raios X. Além disso, a presença de regiões de γ no interior α' indica que o crescimento desses grãos ocorreu a partir dos contornos de grão. Conforme a redução ultrapasse a deformação de 30%, ocorre apenas aumento da densidade de defeitos na martensita, devido à sua fragmentação. Também pode-se observar que a microestrutura passa a apresentar um aspecto mais refinado. Isto foi possível devido ao aumento do número de sítios preferenciais para a nucleação de grãos ultrafinos de γ revertida^[4, 18].

Devido ao baixo teor de C nos AIA's, a distorção tetragonal da rede cristalina não ocorre. Assim, a α' presente na microestrutura do aço 201LN, deformado sob condição criogênica, possui uma estrutura CCC. A fração volumétrica de α' , estimada pelo EBSD, para as deformações criogênicas de 10, 20 e 30% em espessura, foi de 1,77%, 36,72% e 50,22%, respectivamente. Em comparação com os valores obtidos por DRX, a maior variação volumétrica foi observada na deformação de 20%, em que os resultados EBSD foram 3 vezes maiores. Para as deformações de 10% e 30%, a variação não foi muito significativa, apresentando aumentos em torno de duas e uma vez, respectivamente, em relação aos do DRX .

O mapeamento de fases para o aço laminado criogenicamente até 30% de redução em espessura e recozido por 30 minutos na temperatura de 800 °C é mostrado na Figura 25.

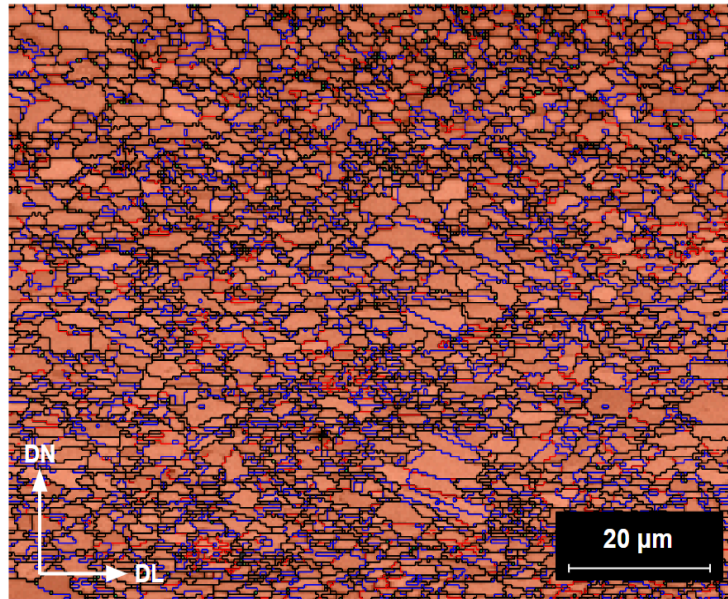


Figura 25 - Resultados da análise de EBSD para a amostra SLC30_800. Em vermelho são apresentadas as regiões da fase γ . As linhas pretas indicam os contornos de alto ângulo ($15-55^\circ$ e $> 65^\circ$), as linhas azuis indicam contornos de macla ($55^\circ-65^\circ$) e as linhas vermelhas indicam os contornos de baixo ângulo ($5-15^\circ$).

A morfologia da γ revertida é influenciada pela forma inicial dos grãos de α' . Caso a estrutura da α' seja do tipo ripas, a fase de γ nucleia nos limites e interseções das ripas e desenvolvem-se a partir destes sítios com morfologia de placas finas. Ao passo que, se a estrutura da α' for formada por célula de discordâncias, os grãos nucleiam nos contornos de grãos da α' e a γ apresenta forma equiaxial^[6]. Além disso, analisando-se a Figura 25 é possível observar que a γ revertida possui uma quantidade de contornos de baixo ângulo em seu interior. Isso indica que estes grãos são os não transformados em α' durante a laminação.

A partir da técnica de EBSD foi possível estimar o tamanho médio de grão. A amostra SLC30, submetida a recozimento por 30 min na temperaturas de 800°C , apresentou uma redução do tamanho médio de grão em torno de 10 vezes em relação à amostra CS. Em contraste, o valor encontrado para essa condição foi cerca de 2 vezes menor do que os valores estimados por MO. Além disso, as amostras CS, 10%, 20% e 30%, apresentaram, respectivamente, os tamanho médio de grão de $20,8 \pm 9 \mu\text{m}$, $15,9 \pm 9 \mu\text{m}$, $3,3 \pm 6 \mu\text{m}$ e $2,2 \pm 4 \mu\text{m}$.

6 CONCLUSÕES

Este estudo foi estruturado com o objetivo de determinar as melhores condições para o refinamento microestrutural de um AIA 201LN submetido à laminação criogênica e ao tratamento de reversão martensítica. Com base nos resultados obtidos, foi possível observar um incremento na fração volumétrica de α' e uma redução na fase γ , em função do aumento da laminação criogênica. Uma tendência oposta foi identificada durante a reversão martensítica pelo tratamento térmico de recozimento do AIA 201LN.

A partir da discussão proposta, definiu-se que a melhor condição de deformação criogênica consistiu na redução de 30% em espessura, apresentando um aumento na fração volumétrica de α' em 43%, segundo os dados de DRX e em 50% de acordo com os resultados de EBSD. Nessa condição, o material apresentou dureza de aproximadamente 536 HV, cerca de 2,5 vezes maior em relação à amostra solubilizada e sem deformação (214 HV). Com relação ao tratamento de reversão martensítica, a melhor condição foi estipulada para uma temperatura de 800 °C por 30 minutos. Nesta condição, a amostra apresentou um refinamento microestrutural significativo em relação a amostra CS, sendo $20,81 \pm 9,37 \mu\text{m}$ para amostra CS e $2,15 \pm 3,76 \mu\text{m}$ para amostra SLC30_800. Desse modo, a dureza Vickers para essa condição foi de $402 \pm 20 \text{ HV}$, ou seja, 2 vezes maior do que a condição apenas solubilizada com $214 \pm 12 \text{ HV}$.

Portanto, o estudo apresentado evidencia os principais aspectos das transformações observadas para o AIA 201LN submetido a laminação criogênica e subsequente tratamento térmico de recozimento para reversão martensítica. No entanto, ainda são necessários estudos para aprofundar a compreensão dos fenômenos observados, principalmente em relação aos aspectos microestruturais. Nesse sentido, recomenda-se a realização da técnica de EBSD com intervalos de passe de varredura menores em trabalhos futuros para uma avaliação mais assertiva acerca da microestrutura.

7 REFERÊNCIAS

- [1] Southern Africa Stainless Steel Development Association. State of the Nation. **Global & Local Stats and Analysis**. Disponível em: <<https://sassda.co.za/news-home/stainless-steel-magazine/stainless-steel-magazine-november-2020/state-of-the-nation/>>. Acesso em: 27 abr. 2024.
- [2] OUTOKUMPU STAINLESS, A. B. **Handbook of Stainless Steel**. Avesta: Outokumpu Stainless AB, 2013.
- [3] ALVES, Y. M. DOS S. **Reversão da transformação martensítica em aço inoxidável austenítico ASTM 201LN laminado a frio**. 2020. 121f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2020.
- [4] CORDEIRO, L. C. A. **Evolução estrutural no processamento termomecânico para reversão de um aço inoxidável austenítico ASTM 201LN com efeito TRIP**. 2022. 176f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2022.
- [5] CRUZ, R. B. DA. **Influência do tratamento termomecânico de reversão martensítica nas propriedades de um aço inoxidável austenítico 201LN deformado via ECAP**. 2019. 166f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2019.
- [6] CROOKERS, Roger. **Pickling and passivating stainless steel**. Materials and Applications Series. 2 ed. Luxemburg: Euro Inox, 2007. v. 4, 13 p.
- [7] PELISSARI, G. H. **Comportamento de fluência e tração a quente do aço inoxidável austenítico AISI 201LN**. 2020. 140f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2020.
- [8] PAREDES, R. S. C. **Aços inoxidáveis: metalurgia e soldabilidade**. Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais. Universidade Federal do Paraná, 2020.
- [9] Fei, Z.; Pan, Z.; Cuiuri, D.; Li, H.; Van Duin, S.; Yu, Z. Microstructural characterization and mechanical properties of K-TIG welded SAF2205/AISI316L dissimilar joint. *J. Manuf. Process.* 2019, 45, 340–355.
- [10] HAMUYUNI, Joseph et al. Simulation-based life cycle assessment of ferrochrome smelting technologies to determine environmental impacts. **Journal of Cleaner Production**, Finlândia, v. 295, mai. 2021, 126503 p. Disponível em: <<https://www.scielo.br/j/ci/a/xGvYVbSSkZxGhY5Lc6Ls5Yp/?lang=pt>>. Acesso em: 10 mai. 2024.
- [11] COLPAERT, Hubertus; SILVA, A. L. V. DA C. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4 ed. São Paulo: Blucher, 2008. v. 4. 652 p.
- [12] SILVA, A. L. V. DA C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 2 ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2010. v. 3. 664 p.
- [13] SILVA, A. L. V. DA C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 4. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2021. E-book. Disponível em: <<https://plataforma.bvirtual.com.br>>. Acesso em: 29 abr. 2024.
- [14] MORAES, N. C. et al. **Cinética de reversão da martensita em austenita no recozimento do aço inoxidável austenítico 201LN laminado a frio**. In: 73 Congresso Anual da ABM, 73., 2018, São Paulo. ABM Proceedings, 2018. p. 2685-2696.
- [15] SILVA, C. S. DA. **Formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN**. 2017. 194f.

Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.

[16] MCGUIRE, M. F. Austenitic Stainless Steels. In: MCGUIRE, M. F. **Stainless Steels for Design Engineers**. 1 ed. Ohio, USA: ASM International, Materials Park, 2008. p. 312.

[17] BRAGA, D. P. et al. Influence of temperature and stress state on the TWIP behavior of 201LN and 316LV austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, São Carlos, v. 863, jan. 2023, p.144527. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509322019074>>.

Acesso em: 10 mai. 2024.

[18] SOUZA FILHO, I. R. DE. **Estudo da evolução microestrutural e das propriedades magnéticas do aço inoxidável austenítico AISI 201 laminado a frio**. 134f. Dissertação (Mestrado em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos) – Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

[19] OSHIMA Takayuki et al. Efforts to save nickel in austenitic stainless steels. **ISIJ International**, Japão, v. 12, n. 3, jan. 2007, p. 359-36. Disponível em: <https://www.jstage.jst.go.jp/article/isijinternational/47/3/47_3_359/_article#citedby-wrap>. Acesso em: 10 mai. 2024.

[20] CARBÓ, H. M. **Aços Inoxidáveis: Aplicações e Especificações**. São Paulo: ArcelorMittal Brasil, v.29, 2008. Disponível em: <<https://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf>>.

Acesso em: 10 ma. 2024.

[21] MALLICK, Pratik et al. Effect of cryogenic deformation on microstructure and mechanical properties of 304 austenitic stainless steel. **Materials Characterization**, India, v. 133, nov. 2017, p. 77-86. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1044580317316923>>.

Acesso em: 10 mai. 2024.

[22] GAUSS, Christian et al. In situ synchrotron X-ray evaluation of strain-induced martensite in AISI 201 austenitic stainless steel during tensile testing. **Materials Science and Engineering: A**, Ohio, v. 651, jan. 2016, p. 507-516, 2016. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509315305724>>.

Acesso em: 10 mai. 2024.

[23] HAMADA, A. S et al. Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two Cr–Mn grade austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, Finlândia, v. 559, jan. 2013, p. 336-344. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509312012415>>.

Acesso em: 10 mai. 2024.

[24] **Aços Inoxidáveis: Aplicações e especificações**. Cadernos Técnicos Aperam Serviços, v. 1, 2020. Disponível em: <<https://www.aperamservicos.com.br/wp-content/uploads/2020/09/Caderno1.pdf>>.

Acesso em: 10 mai. 2024.

[25] CHARLES, et al. **Austenitic chromium-manganese stainless steels - A european approach**. Materials and Applications Series. 1 ed. Bélgica: Euro Inox, 2012. v. 12.

[26] STARCK, L. F. **Estudo in situ utilizando radiação síncrotron do aço inoxidável 316L produzido por manufatura aditiva**. 2021. 145f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2022.

- [27] SINGH, Rahul et al. Mechanical behavior of 304 Austenitic stainless steel processed by cryogenic rolling. **Materials Today: Proceedings**, Índia, v. 5, n. 9, ago. 2018, p. 16880-16886. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2214785318307685>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [28] CRIVOI, M. R. **Estudo in situ da deformação criogênica em aços inoxidáveis AISI 430 e AISI 316L utilizando radiação síncrotron**. 2018, 90f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2018.
- [29] MAGALHÃES, D. C. C. **Microestrutura e propriedades mecânicas da liga AA6061 processada por deformação plástica severa em temperatura criogênica**. 2018. 173f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2017.
- [30] ANTUNES, A. E. B. et al. Comportamento plástico do aço inoxidável austenítico em baixa temperatura. **Rem: Revista Escola de Minas**, São Paulo, v. 60, mar. 2007, p. 141-147. Disponível em: <<https://www.scielo.br/j/rem/a/HchBKG7pDdXL9BydKrmSfyK/#>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [31] ANAS, N. M. et al. Effect of immersion duration in liquid nitrogen for cryorolled A5052 aluminium sheet alloy. **Procedia Chemistry**, Malásia, v. 19, p. 241-246. 2016
- [32] Alves, J. M. et al. **Transformação martensítica induzida por deformação plástica durante laminação criogênica em aço inoxidável 304L**. In: 72 Congresso Anual da ABM, 1., 2017, São Paulo. ABM Proceedings, 2017. p. 974-980.
- [33] DEMACO. **Cryogenic Applications: Definitions, examples, and more**. Disponível em: <<https://demaco-cryogenics.com/cryogenics/cryogenic-applications/>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [34] DIETER G. E. **Mechanical Metallurgy**. 2 ed. Nova York: McGraw-Hill, 1976.
- [35] HAMADA, A. S. et al. Enhancement of mechanical properties of a TRIP-aided austenitic stainless steel by controlled reversion annealing. **Materials Science and Engineering: A**, Índia, v. 628, mar. 2015, p. 154-159. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509315000581>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [36] OTSUKA, K; WAYMAN, C. M. E. **Shape Memory Materials**. 1 ed. Reino Unido: Cambridge University Press, 1998. p. 284.
- [37] SILVA, M. R. DA. **Refusão superficial a laser da liga com memória de forma Cu-11, 8Al-3, 2Ni-3Mn (% Peso)**. 2017. 115f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2017.
- [38] PUCCI, F. R. **Efeito da laminação criogênica na transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aço inoxidável superdúplex**. 2021. 132f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2021.
- [39] MOALLEMI, M. et al. Deformation-induced martensitic transformation in a 201 austenitic steel: the synergy of stacking fault energy and chemical driving force. **Materials Science and Engineering: A**, Irã, v. 653, jan. 2016, p. 147-152. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.006>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [40] SOUZA FILHO, I. R. DE et al. Strain partitioning and texture evolution during cold rolling of AISI 201 austenitic stainless steel. **Materials Science and**

- Engineering: A**, São Paulo, ago. 2017, v. 702, p. 161-172. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.010>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [41] MARÉCHAL, David. **Linkage between mechanical properties and phase transformations in a 301LN austenitic stainless steel**. 2011. 245f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Universidade da Colúmbia Britânica, Canadá, 2011.
- [42] HAEBNER, Frank et al. Separation of static recrystallization and reverse transformation of deformation-induced martensite in an austenitic stainless steel by calorimetric measurements. **ISIJ international**, Alemanha, v. 43, n. 9, jan. 2003, p. 1472 - 1474. Disponível em: <<https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.1472>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [43] REZAEI, Ahmad et al. Production of nano/ultrafine grained AISI 201L stainless steel through advanced thermo-mechanical treatment. **Materials Science and Engineering: A**, Irã, v. 528, n. 15, jun. 2011, p. 5025 – 5029. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.093>>. Acesso em 10 mai. 2024.
- [44] SOUZA FILHO, I. R. et al. Effects of strain-induced martensite and its reversion on the magnetic properties of AISI 201 austenitic stainless steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 419, p. 156-165, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.06.027>. Acesso em: 27 jul. 2024.
- [45] DE BELLEFON, G. Meric; VAN DUYSSEN, J. C.; SRIDHARAN, K. Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts. **Journal of Nuclear Materials**, v. 492, p. 227-230, 2017.
- [46] GALINDO-NAVA, E. I.; RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO, P. E. J. Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects. **Acta Materialia**, v. 128, p. 120-134, 2017.
- [47] ASTM E407-15: **Standard Practice for Microetching Metals and Alloys**. U.S.A: ASTM- International, 2015.
- [48] ASTM E384-17: **Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials**. U.S.A: ASTM- International, 2017.
- [49] ASTM E975-22: **Standard Test Method for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation**. U.S.A: ASTM- International, 2023.
- [50] MORAIS, Viviane Lima de. **Estudo comparativo da deformação a frio e da resistência à corrosão nos aços inoxidáveis austeníticos AISI 201 e AISI 304**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010. doi:10.11606/D.3.2010.tde-23082010-100406. Acesso em: 2024-08-11.
- [51] Cordeiro, Leandra Carla Aparecida; Alves, Yuri Mikael dos Santos; Silva, Caroline Serafim da; Souza, Camila Oliveira de; Moraes, Náhrima Chambela; Paula, Anderson dos Santos; Brandão, Luiz Paulo Mendonça. **AVALIAÇÃO DOS MÉTODOS PARA QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE MARTENSITA FORMADA DURANTE O PROCESSO DE LAMINAÇÃO A FRIO DO AÇO ASTM 201LN**, p. 1444-1455. In: 74º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2019. ISSN: 2594-5327, DOI 10.5151/2594-5327-33443
- [52] PADILHA, A. F.; SICILIANO JUNIOR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. [S.l.]: Associação Brasileira de metalurgia e Materiais, 2005.
- [53] Singh, J. Influence of deformation on the transformation of austenitic stainless steels. **J Mater Sci** 20, 3157–3166 (1985). <https://doi.org/10.1007/BF00545181>

[54] DE SOUZA, C. O. et al. **ESTUDO COMPARATIVO PARA DISTINTAS CONDIÇÕES DE LAMINAÇÃO A FRIO E RECOZIMENTO PARA REVERSÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 201LN.** In: 73º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2019. DOI:10.5151/1516-392X-31547.

[55] FERZIN, JÉSSICA WILLVEIT et al. **ESTUDO POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO DE DOIS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS.** 2016. 101f. Trabalho de Conclusão de Curso – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2016.