EEIMVR – ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA Volta Redonda, 29 de dezembro de 2021

Estudo da Evolução Microestrutural e da Textura Cristalográfica do aço UNS S32304 após Laminação a Frio e Posterior Recozimento

Maisa Silva Fernandes



# MAISA SILVA FERNANDES

# ESTUDO DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DO AÇO UNS S32304 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO E POSTERIOR RECOZIMENTO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Caracterização Microestrutural.

Orientador: Prof. Dr. Weslley Luiz da Silva Assis Coorientador: Prof. Dr. Rodrigo Pinto de Siqueira

## FICHA CATALOGRÁFICA

F363e Fernandes, Maisa Silva Estudo da evolução microestrutural e da textura cristalográfica do aço UNS S32304 após laminação a frio e posterior recozimento / Maisa Silva Fernandes ; Weslley Luiz da Silva Assis, orientador ; Rodrigo Pinto de Siqueira, coorientador. Volta Redonda, 2021. 76 f. : il. Dissertação (mestrado)-Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, 2021. DOI: http://dx.doi.org/10.22409/PPGEM.2021.m.12727514735 1. Caracterização microestrutural. 2. Textura cristalográfica. 3. Aços inoxidáveis dúplex. 4. Deformação plástica. 5. Produção intelectual. I. Assis, Weslley Luiz da Silva, orientador. II. Siqueira, Rodrigo Pinto de, coorientador. III. Universidade Federal Fluminense. Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda. IV. Título. CDD -

Bibliotecário responsável: Debora do Nascimento - CRB7/6368

## MAISA SILVA FERNANDES

# ESTUDO DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DO AÇO UNS S32304 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO E POSTERIOR RECOZIMENTO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Caracterização Microestrutural.

Dissertação aprovada em 29 de dezembro de 2021.

BANCA EXAMINADORA

Prof<sup>o</sup>. Dr<sup>o</sup>. Weslley Luiz da Silva Assis (Orientador)

Assinado de forma digital por RODRIGO PINTO DE SIQUEIRA rodrigosiqueira@id.uff.br:28723363894 Dados: 2021.12.30 12:29:54 -03'00'

Profº. Drº. Rodrigo Pinto de Siqueira (Coorientador)

Assara bisurardi Roisira

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Verona Biancardi Oliveira (Membro Externo – UERJ)

Prof<sup>o</sup>. Dr<sup>o</sup>. Alexandre Furtado Ferreira (Membro Interno – PPGEM/UFF)

À minha avó Maria (*in memoriam*), com todo o meu amor e gratidão.

# AGRADECIMENTOS

A Deus por sempre guiar meus caminhos.

Aos meus pais, Enos e Teresinha, pelo apoio e amor incondicional.

Ao meu namorado, Geovanne, pelo companheirismo e amor.

À minha tia Regina e avó Maria (*in memoriam*), pelo carinho de sempre.

Aos amigos feitos ao longo dessa jornada, em especial ao Diego Baía, pela ajuda constante nos laboratórios.

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Fabiane R. F. da Silva pelas medidas de textura cristalográfica e apoio nos laboratórios de preparação de amostras e microscopia óptica.

Aos meus orientadores, Prof<sup>o</sup>. Dr<sup>o</sup>. Weslley L. S. Assis e Prof<sup>o</sup>. Dr<sup>o</sup>. Rodrigo P. de Siqueira, pelos conhecimentos compartilhados.

A CAPES pelo auxílio financeiro.

À Companhia Siderúrgica Nacional por colaborar na realização da etapa de laminação a frio.

À Aperam South America pelo fornecimento do material estudado.

### RESUMO

Os aços inoxidáveis dúplex conhecidos como lean dúplex apresentam baixos teores de elementos de liga, geralmente níguel e molibdênio, em relação aos acos dúplex comuns. Essa composição química permite, principalmente, que essa nova categoria de dúplex tenha baixo custo e excelentes propriedades mecânicas. Sendo assim, os lean dúplex estão frequentemente sendo empregados tanto na construção civil quanto em chapas para containers na indústria de papel. Por isso, seu estudo sob diferentes condições que simulam os principais processos industriais é tão importante. Logo, este trabalho de dissertação teve como principal objetivo estudar a evolução microestrutural e da textura aço inoxidável lean dúplex UNS S32304 considerando a seguinte seguência de processamento: laminação a quente, laminação a frio e recozimento. A partir da técnica de EBSD, obteve-se resultados de mapeamento de Kernel, de textura e mesotextura para todas as condições estudadas. Além disso, micrografias via microscopia óptica foram analisadas. A ferrita após laminação a quente (condição como-recebido), a frio e tratamento térmico de recozimento apresentou forte fibra  $\alpha$  e uma fraca e, algumas vezes, incompleta fibra  $\gamma$ , enquanto a austenita apresentou a componente Latão de forma mais intensa e as componentes Cubo, Cobre, S e Goss com médias e baixas intensidades. Resultados complementares, como os mapeamentos de Kernel e mesotextura, indicaram que depois do recozimento a ferrita encontrou-se no estado parcialmente recristalizado e a austenita totalmente recristalizada. Por fim, por meio de análises via microscopia óptica, observou-se uma estrutura típica de aço inoxidável dúplex, com lamelas alternadas de ferrita e austenita, que se tornaram cada vez mais finas com o aumento da redução a frio. Ademais, transformação martensítica induzida por deformação na austenita foi observada após trabalho a frio. Nos tempos iniciais de recozimento, a estrutura, principalmente da ferrita, se apresentou mais alongada, se tornando mais próxima de equiaxial após tempos maiores de exposição. Os resultados obtidos foram de acordo com os reportados na literatura e o sequenciamento de processos metalúrgicos considerados não influenciou na evolução das texturas de deformação e recristalização das fases ferrita e austenita.

**Palavras-chave:** Deformação plástica. Aço inoxidável duplex. Tratamento térmico. Textura cristalográfica.

### ABSTRACT

Duplex stainless steels known as lean duplex have low levels of alloying elements, generally nickel and molybdenum, compared to common duplex steels. This chemical composition mainly allows this new category of duplex to have low cost and excellent mechanical properties. As such, lean duplex steels are being used often in both civil construction and container sheets in the paper industry. Consequently, the study of it under different conditions that simulate the main industrial processes is so important. Therefore, this dissertation work had as main objective to study the microstructural and texture evolution of lean duplex stainless steel UNS S32304 considering the following processing sequence: hot rolling, cold rolling and annealing. From the EBSD technique, Kernel, texture and mesotexture mapping results were obtained for all studied conditions. In addition, micrographs via optical microscopy were analyzed. Ferrite after hot rolling (asreceived condition), cold rolling and annealing showed a strong  $\alpha$ -fiber and a weak and sometimes incomplete  $\gamma$ -fiber, while the austenite presented the Brass component more intensely and the Cube, Copper, S and Goss components with medium and low intensities. Complementary results, such as Kernel and mesotexture mappings, indicated that, after annealing, the ferrite was in a partially recrystallized state and the austenite was fully recrystallized. Finally, through optical microscopy analysis, a typical duplex stainless steel structure was observed, with alternating ferrite and austenite lamellae, which became increasingly thinner with increasing cold reduction. Furthermore, deformationinduced martensitic transformation into austenite was observed after cold work. In the initial times of annealing, the structure, mainly that of ferrite, was more elongated. becoming closer to equiaxial after longer exposure times. The results obtained agreed with those that have been reported in the literature and the sequencing of metallurgical processes considered did not influence the evolution of deformation and recrystallization textures of the ferrite and austenite.

**Key words:** Plastic deformation. Duplex stainless steel. Heat treatment. Crystallographic texture.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Sequência de processamentos de laminados de AIDs 2
Figura 2. Ligações de composição e propriedades dos aços inoxidáveis
Figura 3. Arranjo esquemático de distribuição de discordâncias: a) forma homogênea e b) heterogênea
Figura 4. Microestrutura no estado deformado após: a) deformações intermediárias e b) altas deformações
Figura 5. Desenho esquemático de: a) bandas de transição e b) bandas de cisalhamento.
Figura 6. Exemplo de textura (ou componente) em uma chapa laminada
Figura 7. Representação das fibras dos materiais de estrutura CFC no espaço de Euler.
Figura 8. Representação das fibras dos materiais de estrutura CCC: a) no espaço de
Euler e b) na ODF em seção $\varphi_2$ = 45° 17
Figura 9. Sequência das etapas metalúrgicas estudadas
Figura 10. Diagrama de equilíbrio de fases do AID UNS S32304
<b>Figura 11.</b> Microestrutura do aço UNS S32304 na condição como recebido: a) mapa de fases sobreposto ao mapa de qualidade de imagem; micrografia via MO: b) ataque químico com Beraha e c) ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico (Ferrita – região escura; Austenita – região clara) – direção de laminação paralela a horizontal
<b>Figura 12.</b> Micrografias via MO da amostra com 32% de redução: a) ataque químico com Beraha e b) ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico – direção de laminação paralela a horizontal
Figura 13. Micrografias via MO da amostra com 54% de redução: a) ataque químico com Beraha e b) ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico – direção de laminação paralela a horizontal

Figura 20.	ODF da ferrita	da condição com	o recebido	
------------	----------------	-----------------	------------	--

Figura 21. ODF da austenita da condição como recebido.35Figura 22. ODF da ferrita após laminação a frio: a) 32% e b) 54%.36

Figura 23. ODF da austenita após laminação a frio: a) 32% e b) 54%. ...... 37

Figura 25. ODF da austenita da amostra com 32% de redução após tratamento térmico.

Figura 26. ODF da austenita da amostra com 54% de redução após tratamento térmico.

<b>Figura 27.</b> Mapas de Kernel (a,c) e contorno de grão (b,d) para ferrita (a,b) e austenita (c,d) na condição como recebido
<b>Figura 28.</b> Mapas de Kernel (a,c) e contorno de grão (b,d) para ferrita (a,b) e austenita (c,d) após laminação a frio até 32% de redução
<b>Figura 29.</b> Mapas de Kernel (a,c) e contorno de grão (b,d) para ferrita (a,b) e austenita (c,d) após laminação a frio até 54% de redução
<b>Figura 30.</b> Mapa de Kernel da ferrita da amostra com redução de 32% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos
<b>Figura 31.</b> Mapa de Kernel da ferrita da amostra com redução de 54% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos
<b>Figura 32.</b> Mapa de Kernel da austenita da amostra com redução de 32% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos 50
<b>Figura 33.</b> Mapa de Kernel da austenita da amostra com redução de 54% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos 51
<b>Figura 34.</b> Mapa de contorno de ambas as fases da amostra com redução de 32% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos
<b>Figura 35.</b> Mapa de contorno de ambas as fases da amostra com redução de 54% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos 53
Figura 36. Gráfico dureza x tempo após tratamento térmico de recozimento

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Áreas de aplicações dos aços inoxidáveis.    7
Tabela 2. Composição química típica dos aços lean dúplex e dúplex padrão.    8
Tabela 3. Componentes de textura de materiais de estrutura CFC.    16
Tabela 4. Direções e componentes das fibras presentes em materiais de estrutura CFC.17
Tabela 5. Componentes de textura de materiais de estrutura CCC.    17
Tabela 6. Características das fibras encontradas em materiais de estrutura CCC 17
Tabela 7. Composição química do aço inoxidável dúplex UNS S32304 em %peso 19
Tabela 8. Medidas iniciais e finais de cada redução realizada
Tabela 9. Composição química da austenita obtida via EDS.    26
Tabela 10. Valores de EDE. 26
Tabela 11. Fração volumétrica das fases após tratamento térmico (em $\% \pm erro padrão$ )
Tabela 12. Medidas de microdureza Vickers

# SUMÁRIO

1	INT	RODUÇÃO	1
1.1	J	ustificativa, Viabilidade e Motivação	2
2	OB	JETIVOS	4
2.1	C	bjetivo Geral	4
2.2	C	bjetivos Específicos	4
3	RE	VISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1	A	ços Inoxidáveis	. 5
3	.1.1	Aços inoxidáveis dúplex	7
3.2	E	stado Deformado	8
3.3	R	ecuperação e Recristalização	12
3.4	т	extura Cristalográfica	14
4	MA	TERIAIS E MÉTODOS	19
4.1	N	laterial	19
4.2	N	létodos	19
4	.2.1	Laminação a frio	. 20
4	.2.2	Tratamento térmico	. 20
4	.2.3	Preparação metalográfica	. 20
4	.2.4	Microscopia óptica (MO)	. 21
4	.2.5	Fração volumétrica	. 21
4	.2.6	Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	. 21
4	.2.7	Mapa de desorientação média de Kernel	. 22

4	.2.8	Análise química	22
4	.2.9	Microdureza vickers	22
5	RE	SULTADOS E DISCUSSÕES	23
5.1	Т	hermoCalc	23
5.2	c	aracterização Microestrutural	24
5	.2.1	Condição como recebido	24
5	.2.2	Laminação a frio	25
5	.2.3	Tratamento térmico de recozimento	28
5.3	N	licrotextura	34
5	.3.1	Condição como recebido	34
5	.3.2	Laminação a frio	35
5	.3.3	Tratamento térmico de recozimento	38
5.4	۵	esorientação Média de Kernel e Mapa de Contorno de Grão	43
5.5	N	licrodureza Vickers	54
6	со	NCLUSÃO	55
7	SU	GESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	57
8	RE	FERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	. 58

### 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis do tipo dúplex (AIDs) são conhecidos desde os anos 1930, mas devido as análises químicas pouco precisas e altos níveis de tensão residual, o uso comercial desses aços em ambientes corrosivos sob altos esforços mecânicos ocorreu apenas recentemente, dado que a evolução de técnicas metalúrgicas facilitou a produção de ligas mais modernas e com propriedades bem definidas (KEICHEL; FOCT; GOTTSTEIN, 2003a; LILJAS et al., 2008).

O aumento do custo de matérias-primas nos últimos anos incentivou pesquisas sobre a fabricação de aços inoxidáveis com baixo teor de níquel e molibdênio. Sendo assim, os aços dúplex levam vantagem em relação aos outros tipos de inoxidáveis por possibilitar a substituição desses elementos por nitrogênio, manganês e cromo sem grandes perdas nas propriedades. Nessas condições criou-se uma nova categoria chamada de *lean* dúplex (LILJAS et al., 2008).

Diferentes técnicas de produção como fundição, forjamento, extrusão e laminação podem ser empregadas no processo de manufatura dos AIDs. Nos estágios iniciais, esses processos de conformação são geralmente realizados em altas temperaturas e devido as diferentes respostas mecânicas das fases  $\alpha$ -ferrita e  $\gamma$ -austenita, pode ocorrer a formação de trincas e um pobre acabamento superficial. Neste contexto, a laminação a frio é uma alternativa parar contornar esses problemas (PRAMANIK; BERA; GHOSH, 2014).

Os AIDs são principalmente produzidos na forma de produtos planos e, geralmente, segundo a sequência de processamento esquematizada na Figura 1 (FARGAS et al., 2008).



Figura 1. Sequência de processamentos de laminados de AIDs. Fonte: Adaptado de (FARGAS et al., 2008).

A morfologia e a repartição da austenita e ferrita, bem como as condições de trabalho a frio e do tratamento de recozimento, são fatores importantes e conhecidos por controlar as propriedades finais dos aços dúplex. A presença das interfaces  $\alpha/\gamma$  afetam consideravelmente os mecanismos de deformação nesses materiais, em razão da incompatibilidade de deformação nos contornos das fases e do deslizamento cristalográfico das estruturas  $\alpha$  e  $\gamma$ . Além dos mecanismos de maclação da fase austenítica e os múltiplos planos de deslizamentos da fase ferrítica, a deformação plástica ainda pode ocorrer através da transformação martensítica induzida por deformação (MALTA et al., 2018).

No que diz respeito aos fenômenos que podem acontecer durante o recozimento, extensa recuperação e núcleos de recristalização são geralmente observados na ferrita, enquanto que na austenita, a recristalização ocorre de forma descontínua, preferencialmente nas interfaces  $\alpha/\gamma$ , maclas de deformação e bandas de cisalhamento (FARGAS et al., 2008).

#### 1.1 Justificativa, Viabilidade e Motivação

Durante a laminação, as duas fases que compõe os AIDs se alinham na direção desse processo, sendo assim a microestrutura se torna anisotrópica e pode aparecer uma textura cristalográfica bem pronunciada que influencia fortemente as propriedades mecânicas, uma vez que estas são dependes da direção. Portanto, o estudo das mudanças microestruturais e da evolução da textura durante diferentes estágios do

processo de laminação e recozimento é necessário para o entendimento de suas influências nas propriedades do produto final (FARGAS et al., 2008).

O aço *lean* dúplex foi utilizado devido a sua crescente aplicação no campo estrutural, dado que esses materiais foram projetados para compensar uma lacuna de desempenho entres os aços inoxidáveis austeníticos e dúplex padrão e também em razão de serem mais baratos, pois possuem baixos teores de níquel e molibdênio (ESMAILZADEH et al., 2013).

As amostras usadas nesta pesquisa foram cedidas pela empresa *Aperam South America*.

### 2 OBJETIVOS

## 2.1 Objetivo Geral

O objetivo dessa Dissertação de Mestrado foi estudar a evolução da microestrutura e das texturas de deformação e recristalização de um aço inoxidável *lean* dúplex UNS S32304 após laminação a quente seguida de reduções de 32% e 54% no trabalho a frio e posterior recozimento.

## 2.2 Objetivos Específicos

• Realizar laminação a frio em escala laboratorial.

• Investigar as mudanças microestruturais que ocorrem durante a deformação plástica.

- Realizar tratamento térmico.
- Analisar a mudança de dureza antes e depois da laminação e tratamento térmico.

• Realizar análises de EBSD para avaliar a textura de deformação e recristalização.

## **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### 3.1 Aços Inoxidáveis

Aços inoxidáveis podem ser definidos como ligas a base de ferro que contém pelo menos em torno de 12% de cromo em suas composições. Tal quantidade permite a formação de uma camada aderente e auto reparável de óxido de cromo na superfície desses aços, que previne a corrosão em ambientes menos hostis. No entanto, para aplicações em meios mais severos, por exemplo lugares sob atmosfera úmida, a presença de outros elementos, como o carbono, e maiores teores de cromo se fazem necessários (DAVIS, 2000; LO; SHEK; LAI, 2009).

Por muito tempo, a fusão e o refino dos aços inoxidáveis eram realizados somente em um forno a arco elétrico, porém com a evolução tecnológica, hoje essas etapas de processamento são executadas separadamente, isto é, a carga é fundida em um forno elétrico e logo após transferida para uma unidade separada, onde ocorre o ajuste da composição química e a remoção de impurezas. Para essa última operação, normalmente são utilizadas as técnicas de injeção de oxigênio-gás inerte ou injeção de oxigênio sob vácuo, devido a capacidade de produção de aços mais puros e com composições cuidadosamente controladas (COVERT; TUTHILL, 2000).

Para garantir e melhorar propriedades específicas desse grupo de aço, alguns elementos de liga podem ser adicionados às suas composições, tais como molibdênio, níquel, nióbio, alumínio, cobre, titânio, manganês, silício, enxofre e selênio. Não é incomum encontrar alguns desses elementos em elevadas quantidades, porém o teor total dos elementos é mantido abaixo do teor de ferro, para garantir que a liga ainda seja classificada como um aço (DAVIS, 2000; LO; SHEK; LAI, 2009).

Lo, Shek e Lai (2009) reportam que os aços inoxidáveis podem apresentar diferentes microestruturas através de ajustes químicos adequados, logo podem ser classificados de acordo com as mesmas. Com base nessa classificação tem-se os aços inoxidáveis ferrítico, austenítico, martensítico, dúplex (austenítico e ferrítico) e

endurecíveis por precipitação. As composições, propriedades e nomenclatura de alguns aços dessas famílias foram esquematizados na Figura 2.



Figura 2. Ligações de composição e propriedades dos aços inoxidáveis. Fonte: Adaptado de (DAVIS, 2000).

Devido a rica composição química, os aços inoxidáveis possuem excelentes e diversificadas propriedades, sendo assim são utilizados em uma grande variedade de aplicações, como por exemplo, em vasos de reator nuclear, trocadores de calor, tubulações de indústria de óleo, componentes de fornos, etc. As importâncias relativas dos maiores campos que empregam produtos desses aços foram apresentadas na Tabela 1 (DAVIS, 2000).

Tabela 1. Áreas de aplicações dos aços inoxidáveis.				
Aplicação	Porcentual			
Equipamentos Industriais				
Indústria química e de energia	34			
Indústria alimentícia	18			
Transporte	9			
Arquitetura	5			
Bens de Consumo				
Utensílios domésticos	28			
Aplicações em pequenos aparelhos eletro-eletrônicos	6			
Fonte: Adaptado de (DAVIS, 2000).				

Dentre os tipos de aços inoxidáveis citados anteriormente, Baddoo (2008) aborda que o uso de aços dúplex em componentes estruturais aumentou consideravelmente nos últimos tempos. Isso pode explicado pelo fato desse grupo de aço apresentar resistência mecânica maior do que do tipo austenítico e resistência à corrosão similar ou superior.

#### 3.1.1 Aços inoxidáveis dúplex

Os aços inoxidáveis dúplex possuem uma microestrutura constituída de ferrita e austenita em frações aproximadamente iguais. A combinação dessas fases garante a esse tipo de aço elevada resistência mecânica, boa tenacidade e excelente resistência à corrosão sob tensão e à fadiga (COLPAERT; COSTA E SILVA, 2012).

Para obter tais microestrutura e propriedades, há uma maior adição dos elementos cromo, molibdênio e nitrogênio em relação aos aços austeníticos. Esses três elementos levam a uma alta resistência à corrosão e ainda, o nitrogênio como soluto intersticial favorece a resistência mecânica. Como desvantagens dessa mudança de composição química, pode-se citar o aumento da estabilidade da fase  $\sigma$  (sigma) e o aparecimento da fase  $\chi$  (*chi*) (COLPAERT; COSTA E SILVA, 2012). Essas fases são conhecidas como fases intermetálicas e causam um efeito deletério nas propriedades mecânicas e corrosivas do material (JACOB; POVODEN-KARADENIZ, 2020).

Os *lean* dúplex possuem um menor teor de elementos de liga (geralmente níquel e molibdênio) quando comparados com os aços dúplex comuns, como por exemplo o SAF 2205 (ou UNS S31803). Devido a essa redução na composição química, esses aços apresentam um menor custo e um elevado grau de confiabilidade técnica em relação aos

aços inoxidáveis supermatersíticos (ROMMERSKIRCHEN; LEMKEN; HOFFMANN, 2008). Na Tabela 2 foram apresentadas as composições químicas típicas de *lean* dúplex.

A redução do teor de níquel é compensada pelo aumento dos teores de manganês e nitrogênio com o objetivo de estabilizar a fase austenita na microestrutura do produto final. Além disso, o baixo teor de molibdênio empregado nessa família de aços dúplex, limita a precipitação das fases intermetálicas (BHATTACHARYA; SINGH, 2008).

Categoria	UNS	С	Cr	Ni	Мо	Cu	Ν
Loon dúnley	S32101	0,03	21,5	1,5	0,3	-	0,22
Lean duplex	S32304	0,02	23,0	4	0,3	0,3	0,1
Dúpley padrão	S31803	0,02	22,0	5,5	3,0	-	0,17
Duplex paulao	S32205	0,03	22,5	5,8	3,2	-	0,17

Tabela 2. Composição química típica dos aços *lean* dúplex e dúplex padrão.

Fonte: Adaptado de (ALVAREZ-ARMAS, 2008).

#### 3.2 Estado Deformado

Na deformação plástica dos metais apenas uma parcela pequena do trabalho, por volta de 1%, permanece como energia armazenada. Essa energia, fonte das alterações típicas de metais deformados, é resultante dos defeitos pontuais e discordâncias geradas no trabalho a frio. Na etapa de recozimento, o aumento do potencial termodinâmico relacionado à energia elástica destes defeitos leva aos fenômenos de recuperação e recristalização, porém uma discussão fundamentada em densidade, arranjo e distribuição de discordâncias se faz necessária para explicá-los (GAUSS, 2015; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Em metais de estrutura cúbica, a deformação plástica ocorre, principalmente, devido a dois fenômenos conhecidos como deslizamento de planos cristalinos (escorregamento) e maclação. A determinação de qual mecanismo irá levar à deformação permanente nesses materiais depende basicamente da energia de falha de empilhamento (EDE), da taxa e temperatura de deformação (SANDIM, 2003).

Quanto a microestrutura dos policristais sob trabalho a frio, são observadas algumas mudanças importantes como a modificação do formato dos grãos, que tomam uma forma mais alongada, aumento da área dos contornos de grão, aumento da

quantidade de discordâncias, que interagem entre si formando subestruturas complexas, e o aparecimento de uma orientação preferencial, chamada de textura de deformação (PADILHA; SICILIANO JR, 2005; SANDIM, 2003).

Como dito anteriormente, a EDE tem uma importante influência na deformação plástica, pois é ela que define a distribuição das discordâncias no material encruado. Um metal ou liga com estrutura cúbica de faces centradas (CFC) tem baixa EDE e quando deformado apresenta discordâncias com baixa mobilidade, pois as discordâncias parciais estão muito distantes uma das outras, implicando, assim, em uma distribuição homogênea das mesmas na microestrutura (Figura 3a). O contrário é observado em metais e ligas com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) que possuem alto valor de EDE. Nesse caso, as discordâncias parciais estão mais próximas e possuem alta mobilidade podendo se aniquilar com discordâncias vizinhas de sinais opostos levando a uma distribuição heterogênea (Figura 3b) (PADILHA; SICILIANO JR, 2005).



Figura 3. Arranjo esquemático de distribuição de discordâncias: a) forma homogênea e b) heterogênea. Fonte: Adaptado de (PADILHA; SICILIANO JR, 2005).

A deformação plástica pode ser observada tanto em escala macroscópica quanto microscópica, de acordo com o modelo de subdivisão dos grãos. Para materiais de médias e altas EDE, na primeira escala observa-se que os grãos grosseiros se subdividem em distintos componentes cristalográficos. Essa subdivisão continua em menor escala (microscópica) formando blocos celulares, que são definidos como volumes de células de discordâncias contíguas que mostram a mesma combinação de sistemas de deslizamento ativos. Cada bloco é delimitado por densas paredes de discordâncias (*dense dislocation walls* – DDW) e microbandas (*microbands* – MB) após pequenas e médias reduções. Para maiores deformações, as células de discordâncias dão lugar a uma estrutura lamelar separadas por contornos lamelares (*lamellar boundaries* – LB) que,

em sua maioria, são de alto ângulo ( $\Psi > 15^{\circ}$ ) e se alinham com a direção de laminação (HANSEN, 1990; SANDIM, 2003). As estruturas descritas foram esquematizadas na Figura 4.



Figura 4. Microestrutura no estado deformado após: a) deformações intermediárias e b) altas deformações. Fonte: Adaptado de (SANDIM, 2003).

Durante a deformação plástica há instabilidades microestruturais que acarretam uma distribuição heterogênea de defeitos dentro e entre os grãos. As heterogeneidades de deformação, assim chamadas, são regiões com maior densidade de defeitos cristalinos e com maiores diferenças de orientação quando comparadas com a sua vizinhança. Como exemplos dessas heterogeneidades tem-se as bandas de transição, deformação e cisalhamento (Figura 5) (SANDIM, 2003).

As bandas de deformação resultam de distintas rotações sofridas por regiões vizinhas dentro de um mesmo grão e a área estreita entre essas bandas, com células de deformação menores e mais alongadas, são conhecidas como bandas de transição. Essas duas heterogeneidades são as mais encontradas em metais com alta EDE e de grãos grosseiros e se diferem da banda de cisalhamento, principalmente, por se apresentarem delimitadas no interior dos grãos (PADILHA; SICILIANO JR, 2005; SANDIM, 2003).

Bandas de cisalhamento originam de elevado escorregamento localizado durante a deformação e formam ângulos entre 30° e 60° com a direção de laminação. Além disso, são caracterizadas por transpassar vários grãos e representam importantes sítios para o início da recristalização assim como as bandas de transição, uma vez que há consideráveis diferenças de orientação em relação a sua vizinhança (PADILHA; SICILIANO JR, 2005; SANDIM, 2003).



**Figura 5.** Desenho esquemático de: a) bandas de transição e b) bandas de cisalhamento. Fonte: Adaptado de (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JR, 2005).

A deformação nos aços inoxidáveis dúplex é uma questão um pouco complexa, pois a ferrita (estrutura CCC) tende a se deformar segundo o mecanismo de escorregamento, devido a sua alta energia de falha de empilhamento e numerosos sistemas de deslizamento ativos, enquanto a austenita (CFC) pode se deformar através de diferentes mecanismos como escorregamento de discordâncias, maclação mecânica ou plasticidade induzida por transformação martensítica (*transformation induced plasticity* – TRIP). O mecanismo TRIP é afetado pela estabilidade da fase austenita e pela sua EDE, que depende tanto da temperatura de processamento quanto da composição química da liga. De um modo geral, um menor valor de EDE para a austenita promove a maclação ou a transformação martensítica durante a deformação. E, além disso, quanto mais metaestável for a austenita do aço inoxidável em estudo maior será a quantidade de martensita induzida obtida para um determinado grau de redução (GUIMARÃES JR., 2016; HERRERA; PONGE; RAABE, 2011).

A transformação martensítica durante a deformação (efeito TRIP) traz aos aços dúplex uma boa combinação de resistência e ductilidade. Sua formação pode ocorrer através das transformações  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ou  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ , onde  $\alpha'$  é um tipo de martensita em forma de ripas e com estrutura CCC e  $\varepsilon$  é uma martensita intermediária com estrutura hexagonal compacta (HC) (GUIMARÃES JR., 2016; MARIA et al., 2019).

Como a estabilidade da austenita influencia nos mecanismos de deformação, Choi *et al.* (2012) estudaram o efeito da variação do teor de nitrogênio (0,1–0,35% N) no comportamento de aços inoxidáveis dúplex durante laminação a frio. A escolha desse elemento se deu por ele ser um forte estabilizador da austenita e qualquer pequena variação da sua quantidade afeta as características dessa fase, como a fração volumétrica e os valores da EDE. Sendo assim, os resultados encontrados, com relação a microestrutura e propriedade mecânica, foram uma estrutura bandeada de grãos grosseiros na ferrita e finos grãos de austenita e melhores propriedades de tração para maiores porcentagens de nitrogênio, uma vez que a fração volumétrica da austenita aumentou nessas condições levando ao favorecimento da deformação por TRIP.

#### 3.3 Recuperação e Recristalização

Na etapa de recozimento de um metal são observadas mudanças microestruturais por meio de mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos. Essas mudanças ocorrem a fim de minimizar a energia armazenada na deformação e como principais tem-se: I) reações entre defeitos pontuais; II) aniquilações de discordâncias e encolhimento dos anéis das mesmas; III) reordenação de discordâncias com a finalidade de formar configurações de menor energia; IV) formação de contornos de alto ângulo; V) absorção de defeitos pontuais e discordâncias por migração de contornos de alto ângulo; VI) diminuição da área total de contornos de grão. Dessas alterações microestruturais citadas, I, II, III e IV são classificadas como fenômenos de recuperação, V é classificada como recristalização e VI como crescimento de grão. As mudanças que fazem parte da etapa de recuperação ocorrem em temperaturas menos elevadas devido a menor energia de ativação requerida e possibilitam a restauração parcial das propriedades do material previamente deformando (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JR, 2005).

De maneira geral, pode-se dizer que as propriedades são parcialmente restauradas no fenômeno de recuperação, pois as estruturas de discordâncias não são completamente eliminadas, mas atingem um estado metaestável. Logo em seguida, em temperaturas mais elevadas, ocorre a recristalização, constituída de duas etapas – nucleação e crescimento. Em resumo, na primeira verifica-se a formação de novos grãos livres de discordâncias enquanto na segunda, esses novos grãos crescem e substituem a matriz deformada. É importante ressaltar que a recuperação e a recristalização são

fenômenos concorrentes, uma vez que são governados pela energia armazenada do estado deformado e são basicamente diferenciados pela migração de contornos de alto ângulo, que é observada somente na recristalização (GAUSS, 2015; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Em comparação com outros processos no estado sólido, como, por exemplo, a solidificação, a recristalização possui um baixo potencial termodinâmico para transformação e uma alta energia de contornos de grão. Sendo assim, os núcleos que dão origem aos novos grãos recristalizados não são formados por flutuações térmicas, isto é, não são formados durante o recozimento e sim quando o material é deformado e, sob essa condição, estruturas de deformação com alto gradiente de orientação, como as bandas de transição e cisalhamento, são locais preferenciais para o início da recristalização (RIOS et al., 2005).

Materiais com fases dessemelhantes levam a recuperação e a recristalização ocorrerem de forma distinta em cada fase em razão de suas características como estrutura cristalina, composição, grau de encruamento, ductilidade e energia de falha de empilhamento (PADILHA; SICILIANO JR, 2005).

Nos aços inoxidáveis dúplex, depois da laminação a frio, a austenita apresenta maior encruamento e consequentemente maior força motriz para recristalização do que a ferrita. Além do mais, depois de um minuto de recozimento à 950°C, a ferrita já apresenta uma estrutura bem recuperada enquanto as subestruturas de deformação na austenita permanecem praticamente inalteradas até o início da recristalização. Isso acontece porque na fase ferrítica há uma maior mobilidade de discordâncias e altas taxas de difusão (REICK; POHL; PADILHA, 1998).

Ainda em Reick, Pohl e Padilha (1998) é possível verificar que os núcleos de recristalização na ferrita são formados pelo crescimento de subgrãos em estruturas bem recuperadas, ao passo que na austenita isso ocorre de maneira mais descontínua e preferencialmente na interface ferrita/austenita. Além disso, os autores reportam que o fenômeno de recristalização acontece de forma mais rápida na ferrita, mesmo a austenita apresentando maior força motriz para essa etapa. Pois, a baixa energia armazenada na

primeira fase durante o trabalho a frio é compensada pela alta difusividade e alta mobilidade de discordâncias que são observadas em estruturas CCC.

Herrera, Ponge e Raabe (2012) estudaram o comportamento do aço *lean* dúplex UNS S32304 após 70% de redução a frio e posterior recozimento em temperaturas entre 1000 e 1100°C em diferentes tempos. Essa literatura traz como resultados os mesmos fenômenos descritos nessa seção e ainda foi observado que depois de 60 segundos à 1100°C a recristalização primária progrediu em ambas as fases originando uma estrutura do tipo "bambu", onde os contornos de grãos migram perpendicularmente aos contornos das fases. Para o tempo de 600 segundos sob essa mesma temperatura, a "estrutura bambu" começou a mudar para grãos mais equiaxiais e essa nova configuração ficou cada vez mais pronunciada em longos tempos de recozimento. Em menores temperaturas, o comportamento da recristalização foi similar, porém com uma estrutura mais refinada. Dessa maneira, verificou-se que a cinética de recristalização no *lean* dúplex UNS S32304 é análoga a dos dúplex padrão.

### 3.4 Textura Cristalográfica

Em materiais policristalinos, cada grão possui diferença de orientação que pode variar de poucos a dezenas de graus de seus vizinhos, logo esses materiais são considerados um agregado de cristais que podem estar preferencialmente orientados segundo alguma ou algumas orientações particulares, apresentando assim uma textura cristalográfica (SUWAS; RAY, 2014; VIANA; PAULA, 2003).

A textura se desenvolve ou sofre modificações durante os estágios de solidificação, trabalho a quente, a frio e recozimento. No caso das texturas de deformação, sua formação é devida as rotações sucessivas que a rede cristalina pode sofrer quando há grãos orientados de maneira menos favorável ao carregamento. Essa textura ainda depende de outros fatores como orientação inicial dos grãos, temperatura e quantidade de deformação. Além disso, para textura de chapas do tipo {hkl}<uvv> suas componentes são representadas por planos (hkl) e direções [uvw] cristalográficos

14

paralelos ao plano e direção de laminação, respectivamente, como mostrado na Figura 6 (GAUSS, 2015; SUWAS; RAY, 2014; VIANA; PAULA, 2003).



Figura 6. Exemplo de textura (ou componente) em uma chapa laminada. Fonte: Adaptado de (VIANA; PAULA, 2003).

As orientações preferenciais do policristal são determinadas por meio de técnicas como a difração de raios-X e EBSD (*electron backscatter diffraction* – difração de elétrons retroespalhados) em conjunto com a microscopia eletrônica de varredura. Em seguida, podem ser representadas por figuras de polo ou por função de distribuição de orientações cristalinas (*orientation distribution function* – ODF), a qual é mais utilizada atualmente por garantir uma descrição mais completa da textura, informando seus planos e direções e sua fração volumétrica (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; VIANA; PAULA, 2003).

Nas ODFs, a orientação de um grão é dada por três ângulos de Euler ( $\varphi_1$ ,  $\varphi_2 e \phi$  – notação de Bunge), os quais relacionam as principais direções da célula cristalina com os eixos DL, DN e DT – direção de laminação, direção normal e transversal (VIANA; PAULA, 2003).

Em metais e ligas de estrutura CFC com altos valores de EDE, a textura de deformação é a do tipo Cobre e, em subsequente recozimento, a textura Cubo é observada. Enquanto isso, metais ou ligas com baixa EDE possuem textura do tipo Latão. Essas orientações preferenciais são comumente associadas em forma de fibras (Tabela 4), desse modo tem-se a fibra  $\alpha$  que vai da a orientação {011}<100> (orientação Goss) para a orientação Latão (B = {011}<211>) e, também, a fibra  $\beta$  que começa na orientação Cobre (C = {112}<111>), passa pela orientação S = {123}<634> e termina na orientação B = {011}<211>). No espaço de Euler, a fibra  $\alpha$  é melhor acompanhada na seção de  $\varphi_2$  = 0°,  $\phi$  = 45° e  $\varphi_1$  variando de 0° até 35°, enquanto que a fibra  $\beta$  é estudada em  $\varphi_2$  = 45°,

 $\varphi_2 = 65^\circ e \varphi_2 = 90^\circ ou 0^\circ$  (LIMA; LIMA; PADILHA, 2003; ZAID; BHATTACHARJEE, 2014), conforme mostrado na Figura 7. As principais componentes de textura encontradas em materiais CFC após processo de laminação foram apresentadas na Tabela 3.

A textura nos metais CCC apesar de ser mais complexa do que a dos metais CFC, também pode ser descrita em termos de fibras que são conhecidas como  $\alpha$ ,  $\gamma$ ,  $\eta$  e  $\varepsilon$  (Figura 8a). Após processo de laminação a frio, a fibra  $\alpha$ , cuja a representação no espaço de Euler é através da seção de  $\varphi_2 = 45^\circ$  (Figura 8b), prevalece e, após recristalização, as principais orientações observadas são as pertencentes a da fibra  $\gamma$ , que são muito desejáveis em aplicações que envolvem estampagem profunda (SIQUEIRA, 2010; ZAID; BHATTACHARJEE, 2014). As principais componentes de textura dos materiais CCC e as componentes das fibras citadas foram mostradas nas Tabela 5 e Tabela **6**, respectivamente.



Figura 7. Representação das fibras dos materiais de estrutura CFC no espaço de Euler. Fonte: Adaptado de (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Fabela 3. Componentes de textura de materiais de estrutura CF	C.
---	----

Componente	Plano {hkl}	Direção <uvw></uvw>	φ1	ф	φ2
Cobre, C	112	111	90	35	45
S	123	634	59	37	63
Goss	011	100	0	45	90
Latão, B	011	211	35	45	90
Dillamore , D	4 4 11	11 11 8	90	27	45
Cubo	001	100	0	0	0

Fonte: Adaptado de (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Tabela 4. Direções e componentes das fibras presentes em materiais de estrutura CFC.

Fibra	Eixo da fibra	Ângulos de Euler ( $\phi_1$ ; $\phi$ ; $\phi_2$ )
α	<001>//DN	0°, 45°; 0° - 90°; 45°, 0°
γ	<111>//DN	60°, 54,7°; 45° - 90°; 54,7°, 45°
τ	<011>//DT	90°, 0°; 45° - 90°; 90°, 45°
β	-	90°, 35°; 45° - 35°; 45°, 90°

Fonte: Adaptado de (GAUSS, 2015).



Figura 8. Representação das fibras dos materiais de estrutura CCC: a) no espaço de Euler e b) na ODF em seção  $\varphi_2 = 45^\circ$ . Fonte: Adaptado de (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Plano {hkl}	Direção <uvw></uvw>	φ1	ф	φ2			
001	110	45	0	0			
211	011	51	66	63			
111	011	60	55	45			
111	112	90	55	45			
11 11 8	4 4 11	90	63	45			
110	110	0	90	45			
Easta: Adaptada da (HUMDHDEVS: HATHEDLY, 2004)							

Tabela 5. Componentes de textura de materiais de estrutura CCC.

Fonte: Adaptado de (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Tabela 6. Características das fibras encontradas em materiais de estrutura CCC.

F	ibra	Eixo da fibra	Orientações na fibra
	α	<110>//DL	{001}<110>, {112}<110>, {111}<110>
	γ	<111>//DN	{111}<110>, {111}<112>
	η	<001>//DL	{001}<100>, {011}<100>, {001}<110>, {112}<111>
	3	<110>//DT	{011}<011>, {011}<111>, {4 4 11}<11 11 8>, {111}<112>, {011}<100>
Lant	a. Ada	stada da (CIOLIE	

Fonte: Adaptado de (SIQUEIRA, 2010).

Nos aços dúplex, a evolução da textura na laminação é influenciada, principalmente, pelos contornos  $\alpha$ -ferrita/ $\gamma$ -austenita. Este parâmetro pode dificultar a rotação dos cristais, o que resulta em uma menor interferência dos fenômenos de deformação (GAUSS, 2015). Akdut, Foot e Gottstein (1996) demonstraram que textura em ambas as fases desses aços após encruamento é menos intensa quando comparada com a dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos na mesma condição, justamente pela presença dos contornos  $\alpha/\gamma$ . No geral, uma intensa fibra  $\alpha$  é frequentemente observada na ferrita, enquanto na austenita, destaque-se o desenvolvimento das componentes Latão com alta intensidade e Cobre e S, mais fortes em baixas reduções (KUMAR et al., 2017a, 2017b; MANDAL et al., 2017).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Material

Neste projeto de pesquisa foi utilizado um aço inoxidável *lean* dúplex UNS S32304, inicialmente laminado a quente (condição como recebido), fornecido pela empresa *Aperam South America*. A composição química deste aço, informada pelo fabricante, foi apresentada na Tabela 7.

19

Tabela 7. Composição química do aço inoxidável dúplex UNS S32304 em %pes	ю.
--	----

С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	AI
0,0178	1,3495	0,3569	0,0251	0,0003	22,558	3,5721	0,2594	0,0027
Cu	Со	V	Nb	Ti	Sn	w	Ν	Ο
0,4244	0,0365	0,0334	0,0149	0,0041	0,0039	0,0102	0,1206	0,0023
Fonte: Elaborado pelo autor								

Fonte: Elaborado pelo autor.

### 4.2 Métodos

As análises microestrutural e da textura cristalográfica foram feitas após a sequência de processamento esquematizada na Figura 9.



#### 4.2.1 Laminação a frio

A placa de AID UNS S32304 com dimensões (325 x 150 x 5) mm foi cortada em serra-fita modelo BS – 712N de modo a obter três placas com dimensões (100 x 150 x 5) mm. Em seguida, duas dessas placas foram laminadas em múltiplos passes em um laminador de escala laboratorial do fabricante FENN com cilindro de trabalho de diâmetro 133,35 mm instalado no Centro de Pesquisas da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) até as reduções de aproximadamente 30% e 50%. As espessuras iniciais e entre passes foram medidas com um micrômetro e os valores finais foram relacionados na Tabela 8.

Tabela 8. Medidas iniciais e finais de cada redução realizada.							
Amostra	ostra Espessura Inicial Espessura Final						
А	5,13 mm	3,51 mm	32%				
В	5,10 mm	2,37 mm	54%				

Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.2.2 Tratamento térmico

Após laminação a frio, as amostras foram recozidas isotermicamente à 1080°C por 5, 15, 30 e 60 minutos em forno modelo K 250 N2 do fabricante Brasimet instalado no laboratório de Tratamentos Térmicos/UFF-EEIMVR. Tais tempos foram selecionados de modo a acompanhar o início e o fim da recristalização. As amostras foram resfriadas em água a fim de evitar a formação de outras fases durante o resfriamento.

A temperatura foi definida a partir do diagrama de equilíbrio do aço em estudo obtido através do *software* Thermo-Calc a fim de garantir proporções de austenita e ferrita aproximadas e a não formação de outras fases.

#### 4.2.3 Preparação metalográfica

As amostras na condição como recebido, laminadas a frio e recozidas foram cortadas com disco de diamante do tipo *Wafering Blades* e embutidas a quente com resina fenólica. Em seguida, foram lixadas até lixa de grana P2500 e polidas com alumina

em suspensão de 1 µm, pasta de diamante de 0,25 µm e suspensão coloidal de sílica de 0,05 µm para o polimento final.

#### 4.2.4 Microscopia óptica (MO)

Para a caracterização microestrutural via microscopia óptica, as amostras foram submetidas a ataque químico por imersão com o reagente Beraha (20 mL HCL, 80 mL H<sub>2</sub>O e 0,3 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) durante 20 segundos. A fim de revelar os contornos de grão e de macla, foi realizado um ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico (40% v/v) sob tensão entre 1,5 V e 2 V por 30 segundos. O ataque eletrolítico foi feito utilizando uma fonte reguladora de tensão do fabricante Instrutherm e um catodo de aço inoxidável.

O microscópio utilizado na captura de imagens foi o de modelo BX51M da marca Olympus, localizado no laboratório de Microscopia e Preparação de amostras/UFF-EEIMVR.

#### 4.2.5 Fração volumétrica

A quantificação das fases ferrita e austenita foi medida por meio de fração de área obtida com o auxílio do *software* ImageJ. Esse procedimento foi realizado segundo a norma ASTM E1245-03. Foram utilizados 100 campos da seção longitudinal das condições como recebido e recozidas por 5 e 60 minutos sob ampliação de 500X. As amostras utilizadas foram atacadas quimicamente com o reagente Beraha.

#### 4.2.6 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

As medidas de EBSD foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura Zeiss modelo MA 10 com tensão de aceleração 20 kV acoplado a um sistema EBSD equipado com câmera de alta velocidade EDAX – TSL instalado no laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica/UFF-EEIMVR. Durante as varreduras, foi empregado um passo de 1 µm em regiões próximas ao centro da seção longitudinal de
todas as condições estudadas. Os resultados obtidos foram analisados com o auxílio do *software* TSL OIM *Analysis* 7 e a limpeza dos mapeamentos foi efetuada segundo os procedimentos *Grain Dilation* e *Neighbor CI Correlation*. Somente pontos indexados com CI > 0,1 foram considerados.

### 4.2.7 Mapa de desorientação média de Kernel

Os mapeamentos de desorientação média de Kernel foram obtidos através do processamento das medidas de EBSD com o auxílio do *software* TSL OIM *Analysis* 7. Neste trabalho foram considerados 5 vizinhos com uma desorientação máxima de 5°.

### 4.2.8 Análise química

A composição química da fase austenita da condição como recebido foi determinada via EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*), considerando uma varredura em linha dentro de um grão austenítico. Os dados foram processados utilizando o *software* EDAX – Genesis.

### 4.2.9 Microdureza vickers

A microdureza Vickers foi efetuada na seção longitudinal das amostras como recebido, laminadas a frio e recozidas segundo a norma ASTM E384-17. Em cada condição, foram realizadas 30 medidas de dureza com carga de penetração de 0,5 kgf durante 15 segundos em um microdurômetro Shimadzu modelo HMV – 2T instalado no laboratório de Caracterização Microestrutural/UFF-EEIMVR.

### 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos foram divididos em cinco partes. Primeiro, foi mostrado como a temperatura do tratamento térmico foi definida utilizando o *software* Thermo-Calc. Em seguida, foram apresentadas discussões da evolução da microestrutura em todas as condições metalúrgicas consideradas. Logo após, os resultados da microtextura seguidos dos resultados da desorientação média de Kernel foram discutidos. Ambos para todas as condições estudadas. Por fim, valores de dureza foram comentados.

### 5.1 ThermoCalc

O gráfico fase estável x temperatura obtido através do *software* Thermo-Calc foi apresentado na Figura 10. A temperatura de 1080°C (destacada pela linha laranja) foi definida para o tratamento térmico de recozimento devido a não formação de outras fases e a proporção de austenita e ferrita ser de 1:1.



Figura 10. Diagrama de equilíbrio de fases do AID UNS S32304. Fonte: Elaborado pelo autor.

# 5.2 Caracterização Microestrutural

# 5.2.1 Condição como recebido

Na Figura 11 foi possível observar a microestrutura do material em estudo na condição como recebido, isto é, laminado a quente. A ferrita e a austenita se apresentaram em forma de lamelas alternadas e paralelamente alinhadas na direção de laminação em proporções aproximadamente iguais –  $(55,5 \pm 1,1)$ % para  $\alpha$  e  $(44,5 \pm 1,4)$ % para  $\gamma$ . Valores próximos a esses foram apresentados em Malta *et al.* (2018).



Figura 11. Microestrutura do aço UNS S32304 na condição como recebido: a) mapa de fases sobreposto ao mapa de qualidade de imagem; micrografia via MO: b) ataque químico com Beraha e c) ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico (Ferrita – região escura; Austenita – região clara) – direção de laminação paralela a horizontal. Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas Figura 11b e Figura **11**c, obtidas via MO, verificou-se grãos alongados em ambas as fases, sugerindo uma microestrutura recuperada após processo de laminação a quente. No entanto, tal técnica de microscopia não apresenta elementos para uma definição precisa como o método de EBSD. No mapa de fases (Figura 11a) foi possível observar mais detalhes da microestrutura e pôde-se concluir que, possivelmente, a ferrita sofreu recuperação devido a grãos mais alongados enquanto a austenita foi recristalizada, dado a presença de maclas de recozimento (GAUSS, 2015). Esses resultados foram comprovados pelos mapas de Kernel e de contornos de grãos discutidos na seção 5.4.

Em Fargas *et al.* (2008) um aço dúplex EM 1.4462 produzido por UGINE & ALZ (grupo ArcelorMittal) foi analisado após diferentes processos industriais e, após laminação a quente, resultados de microscopia eletrônica de transmissão (MET) revelaram estruturas de subgrãos na ferrita devido a recuperação dinâmica que acontece em aços ferríticos durante deformação em altas temperaturas. Na austenita, um maior tamanho de grão foi observado e isso foi atribuído à recristalização dinâmica que acontece devido a baixa EDE dessa fase.

### 5.2.2 Laminação a frio

A laminação a frio levou a um refinamento da microestrutura, o qual aumentou com o aumento da deformação (Figura 13 e Figura **14**b). Além disso, nas Figura 12 e Figura **13** foi possível observar a formação de martensita induzida por deformação (em destaque e regiões similares). Isso pode ser explicado pelo fato do aço em estudo apresentar menos elementos de liga do que o aço dúplex padrão (SAF 2205), sendo assim, a austenita se torna mais metaestável e mais susceptível a formação de  $\alpha'$  – martensita durante a deformação a frio. Ademais, o valor da EDE também pode influenciar o mecanismo de deformação na austenita. Segundo Rodrigues *et al.* (2019), em EDE menores que 20 mJ/m<sup>2</sup> a transformação martensítica é o mecanismo predominante. Nas Tabela 9 e Tabela **10** foram mostrados a composição química da austenita calculada via EDS e os valores de EDE obtidos através das equações (1)

(SCHRAMM; REED, 1975) e (2) (RHODES; THOMPSON, 1977). Tais resultados apontaram a transformação martensítica como processo de deformação dominante.

Os sítios de nucleação para a martensita induzida por deformação são criados durante a deformação plástica e certas regiões microscópicas, como interseções em bandas de cisalhamento, isto é, bandas de cisalhamento compostas de agregados de falhas de empilhamento, maclas mecânicas e  $\varepsilon$ - martensita são locais preferenciais para essa nucleação. Essas regiões são promovidas por uma baixa EDE e agem como embriões de martensita induzida que podem se desenvolver segundo duas sequências de transformação:  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ou  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ . Essas transformações dependem da composição química, temperatura e taxa de deformação. Outras áreas também propícias para a nucleação de  $\alpha'$  são bandas de cisalhamento individuais, contornos de grãos e interseções entre bandas de cisalhamento e contorno de grão (BREDA et al., 2015; HECKER et al., 1982; MANGONON; THOMAS, 1970; OLSON; COHEN, 1972; TIAN et al., 2017).

A fase ferrita na Figura 14 apresentou-se em maior proporção em relação a austenita, pois o EBSD foi incapaz de diferenciar a região martensítica da ferrítica, como apontado em Malta *et al.* (2018).

$$EDE(mJ/m^2) = -53 + 6.2(\%Ni) + 0.7(\%Cr) + 3.2(\%Mn) + 9.3(\%Mo)$$
(1)

$$EDE(mJ/m^2) = 1,2 + 1,4(\%Ni) + 0,6(\%Cr) + 17,7(\%Mn) - 44,7(\%Si)$$
<sup>(2)</sup>

Tabela 9. Composição química da austenita obtida via EDS.						
Composição Química (austenita)						
Cr	Мо	Mn	Ni	Si		
20,2	1,7	2,2	5,7	1,0		

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 10. Valores de EDE.			
EDE (mJ/m <sup>2</sup> )			
Equação (1)	Equação (2)		
19,8	13,5		
Fonte: Elaborado pelo autor.			





**Figura 12.** Micrografias via MO da amostra com 32% de redução: a) ataque químico com Beraha e b) ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico – direção de laminação paralela a horizontal. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 13. Micrografias via MO da amostra com 54% de redução: a) ataque químico com Beraha e b) ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico – direção de laminação paralela a horizontal. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 14. Mapa de fases sobreposto ao mapa de qualidade de imagem das amostras laminadas: a) 32% e b) 54% – direção de laminação paralela a horizontal. Fonte: Elaborado pelo autor.

# 5.2.3 Tratamento térmico de recozimento

Nas Figura 15 e Figura **16** foram mostrados os mapas de fases sobrepostos aos mapas de qualidade de imagem das amostras laminadas 32% e 54%, respectivamente, após recozimento a 1080°C por 5, 15, 30 e 60 minutos. As frações volumétricas de cada fase depois de 5 e 60 minutos foram indicadas na Tabela 11. Mesmo que a temperatura escolhida tenha sido indicada pelo *software* ThermoCalc como a qual as frações das duas fases estariam na proporção de 1:1 (Figura 10), a ferrita apresentou-se em maior quantidade em relação a austenita. Uma vez que as condições na prática não se encontram dentro de um equilíbrio perfeito, como é considerado no ThermoCalc, tal discrepância pode ser observada.

**Tabela 11.** Fração volumétrica das fases após tratamento térmico (em  $\% \pm$  erro padrão).

Tompo	Ferrita		Austenita	
Tempo	32%	54%	32%	54%
5 minutos	57,9 ± 0,6	56,9 ± 0,7	42,1 ± 0,8	43,1 ± 0,9
60 minutos	55,7 ± 0,7	56,1 ± 0,8	$44,3 \pm 0,9$	43,9 ± 1,1
Fonte: Elaborado pelo autor.				



Figura 15. Mapa de fases sobreposto ao mapa de qualidade de imagem da amostra laminada em 32% após recozimento: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.





Austenita

Nos primeiros tempos observou-se possíveis sinais de recristalização primária na austenita, ou seja, grãos bem pequenos e equiaxiais presentes nesta fase, principalmente nas amostras com 54% de deformação (Figura 16a e Figura **16**b). Após

30 e 60 minutos, crescimento de grão foi observado em ambas as fases (Figura 15c, Figura **15**d, Figura **16**c e Figura **16**d).

Inicialmente, a ferrita apresentou grãos mais alongados e a partir de 30 minutos de tratamento térmico foi possível notar a transformação de sua estrutura para uma mais equiaxial. Esse fenômeno pôde ser melhor observado nas micrografias obtidas via microscopia óptica apresentadas nas Figura 17 e Figura **18**. Ademais, no maior grau de deformação (Figura 16 e Figura **18**) a microestrutura mostrou-se mais refinada quando comparada com a de redução a frio de 32% (Figura 15 e Figura **17**).

Resultados semelhantes foram apresentados em Keichel, Foct e Gottstein (2003a) e Malta *et al.* (2018). Esses estudos explicam que a transformação da microestrutura para um formato mais equiaxial em subsequentes tempos de tratamento térmico se dá, pois, em uma junção tripla, ou seja, uma junção composta por um contorno de grão e contornos entre duas fases, as lamelas de uma fase são quebradas em pequenos pedaços pela penetração da outra fase (Figura 19). Esse mecanismo é controlado por difusão, por isso o tempo é um fato importante. Algumas áreas de junção tripla foram destacadas com círculos brancos nas Figura 15 e Figura **16**.



Figura 17. Micrografias via microscopia óptica da amostra com 32% de redução após tratamento térmico (ferrita – cinza escuro; austenita – branco): a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos (ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico) – Regiões equiaxiais em destaque. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 18. Micrografias via microscopia óptica da amostra com 54% de redução após tratamento térmico (ferrita – cinza escuro; austenita – branco): a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos (ataque eletrolítico com solução de ácido nítrico) Regiões equiaxiais em destaque. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 19. Representação esquemática da microestrutura e das energias interfaciais na junção tripla. Fonte: Adaptado de (KEICHEL; FOCT; GOTTSTEIN, 2003a).

#### 5.3 Microtextura

#### 5.3.1 Condição como recebido

Após laminação a quente (condição como-recebido), a textura da ferrita (Figura 20) foi composta principalmente pela fibra  $\alpha$  – <110>//RD – com alta intensidade na componente Cubo Girado {001}<110>. Ademais, houve o desenvolvimento de uma fraca e incompleta fibra  $\gamma$  – <111>//ND. Esse resultado sugere predominância do fenômeno de recuperação durante a deformação a quente (GONÇALVES, 2015). Para a austenita (Figura 21), as principais componentes observadas foram Latão {110}<112> com maior intensidade, Cubo {100}<001>, Cobre {112}<111>, S {123}<634> e Goss {011}<100> com médias e baixas intensidades. Resultados semelhantes podem ser consultados em Fargas *et al.* (2008), Gonçalves, Santos e Oliveira (2018) e Rodrigues *et al.* (2019). A presença da componente Cubo é um forte indicativo de que, durante a laminação a quente, a austenita sofreu recristalização dinâmica (FARGAS et al., 2008).



Figura 20. ODF da ferrita da condição como recebido. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 21. ODF da austenita da condição como recebido. Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 5.3.2 Laminação a frio

Após redução a frio de 32%, houve um enfraquecimento da fibra  $\alpha$  e um fraco desenvolvimento da fibra  $\gamma$  na ferrita (Figura 22a), que se encontra espalhada e deslocada para baixo. Porém, com aumento da deformação (Figura 22b), observou-se um fortalecimento das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . Entretanto, nessa última, tal fortalecimento ocorreu de forma discreta e isso pode ser devido a sua baixa intensidade na condição inicial (GONÇALVES; SANTOS; OLIVEIRA, 2018; KEICHEL; FOCT; GOTTSTEIN, 2003a, 2003b). Já o pronunciado fortalecimento da fibra  $\alpha$  é verificado uma vez que essa possui alta estabilidade na ferrita laminada a frio (GONÇALVES; SANTOS; OLIVEIRA, 2018; RAABE; LÜCKE, 1993).

A textura da fase austenítica (Figura 23) não apresentou mudanças expressivas, ou seja, as mesmas componentes após laminação a quente puderam ser observadas após trabalho a frio, com exceção do enfraquecimento e desaparecimento da componente Cubo nas reduções de 32% e 54%, respectivamente, pois essa componente não é estável na laminação a frio (GONÇALVES, 2015). Foi possível observar também

que ocorreu um enfraquecimento da componente Cobre, que pode ser justificada por uma maior deformação por maclas e bandas de cisalhamentos (MOURA, 2016). Resultados semelhantes são mostrados em Humphreys e Hatherly (2004) para uma liga latão 70:30. Após diversos graus de redução, concluiu-se que a componente Latão é intensificada com o aumento da deformação, enquanto a componente Cobre é enfraquecida.



Figura 22. ODF da ferrita após laminação a frio: a) 32% e b) 54%. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 23. ODF da austenita após laminação a frio: a) 32% e b) 54%. Fonte: Elaborado pelo autor.

A baixa intensidade de algumas componentes de textura na ferrita, principalmente da fibra  $\gamma$ , pode ser devido às reduções a frio realizadas somente até valores intermediários. Uma vez que a textura de deformação depende do grau de redução, possivelmente em reduções a frio acima de 70%, a fibra  $\gamma$  estaria mais completa e pronunciada como é esperado para aços monofásicos de estrutura CCC (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991; SUWAS; RAY, 2014) e como observado em aços dúplex em Dandekar *et al.* (2021) e Gauss (2015).

Posto que a textura de ambas as fases foi bastante parecida com as correspondentes dos materiais monofásicos, é possível considerar que a ferrita e austenita do dúplex apresentaram os mesmos principais mecanismos de deformação que

os aços ferríticos e austeníticos (KEICHEL; FOCT; GOTTSTEIN, 2003b; MOURA, 2016). Além disso, certas orientações que aparecem nos tratamentos iniciais mantêm-se estáveis na laminação a frio e, por consequência, levam ao enfraquecimento e até mesmo o não aparecimento de componentes típicas em aços de fase única. Portanto, é de extrema importância o controle de formação de textura nos estágios anteriores de processamento (RYŚ; RATUSZEK, 2010).

Outro fator que deve ser levado em consideração é o tipo de dado analisado. Nesta dissertação foram estudados dados de microtextura, sendo assim, certas intensidades e/ou a ausência de componentes podem estar associadas à região medida, não representando o todo. Em outras palavras, os resultados são locais e não estatísticos.

Ao comparar os resultados deste trabalho para o aço UNS S32304 com os trabalhos de Moura *et al.* (2021) e Gonçalves, Santos e Oliveira (2018) para o mesmo material, porém recozido antes da laminação a frio, observou-se os mesmos resultados da evolução da textura após encruamento para ambas as fases. Sendo assim, aparentemente não houve interferência da sequência de processamento escolhido neste estudo.

#### 5.3.3 Tratamento térmico de recozimento

As ODFs das fases após recozimento foram apresentadas nas Figura 24 a Figura **26**. Notou-se que a fibra  $\alpha$  continuou sendo a componente de textura mais intensa na ferrita (Figura 24) e não houve o fortalecimento e, em algumas condições, nem o completo desenvolvimento da fibra  $\gamma$ , como ocorre em aços ferríticos após tratamento térmico (GAO et al., 2014; RODRIGUES et al., 2017; SAMAJDAR et al., 1997). A austenita (Figura 25 e Figura **26**) manteve as orientações observadas após laminação a quente e a frio. Além disso, a presença da componente Cubo indica que o fenômeno de recristalização ocorreu nessa fase durante o tratamento térmico. Resultados semelhantes para aços dúplex e *lean* dúplex podem ser vistos em Fargas *et al.* (2008), Gauss (2015), Gonçalves, Santos e Oliveira (2018) e Moura *et al.* (2021). Tais estudos realizaram a etapa de recozimento também entre as laminações a quente e a frio. Logo, como

mencionado na seção 5.3.2, o sequenciamento de processos metalúrgicos escolhido para esse trabalho, isto é, laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento não influenciou nos resultados da evolução da textura das fases ferrita e austenita.



Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 25. ODF da austenita da amostra com 32% de redução após tratamento térmico. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 26. ODF da austenita da amostra com 54% de redução após tratamento térmico. Fonte: Elaborado pelo autor.

Tanto o fenômeno de recristalização quanto as componentes de textura após tratamento térmico dependem da textura de deformação. Em aços ferríticos, as

componentes de laminação {001}<110> e {112}<110> tendem a se recuperar durante o recozimento, enquanto as componentes {111}<110> e {111}<112> preferencialmente sofrem recristalização, pois armazenam mais energias durante a laminação e possuem condições favoráveis para nucleação e para a migração de contornos de grão. Quando ocorre o fenômeno de recuperação, a textura de deformação é conservada, isto é, a fibra  $\alpha$  é mantida após recozimento. Para o caso de ocorrência de recristalização primária, as componentes da fibra  $\alpha$  desaparecem e a fibra  $\gamma$  ou, pelo menos, uma forte componente {111}<112> se desenvolvem. Esta última componente é típica dos materiais CCC depois da recristalização primária, pois a relação de orientação entre núcleos {111}<112> e a componente de laminação {112}<110> é próxima a 27° <110>, denominada de  $\Sigma$ 19a, em termos de contornos CSL. Devido à alta mobilidade deste contorno de grão, os núcleos de {111}<112> crescem seletivamente na matriz deformada {112}<110>. Além disso, a orientação {111}<112>, uma vez que possui elevadas densidade de discordância e taxa de nucleação (KEICHEL; FOCT; GOTTSTEIN, 2003a; RAABE; LÜCKE, 1993).

Dado que a fibra  $\alpha$  se manteve após tratamento na ferrita e uma fraca e algumas vezes incompleta fibra  $\gamma$  foi observada, pode-se dizer que ambos os processos de restauração ocorreram nessa fase, isto é, houve uma recristalização parcial da microestrutura. Porém, tal resultado pode ter sido influenciado também pelo grau de deformação a frio, que não foi tão elevado. Em caso de reduções a frio maiores que 70%, a fibra  $\gamma$  após recozimento poderia estar mais pronunciada e completa como observado em aços monofásicos CCC (EMREN; VON SCHLIPPENBACH; LÜCKE, 1986; HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991; RAABE; LÜCKE, 1993) e no estudo de Keichel, Foct e Gottstein (2003a) com aços dúplex.

Outro fator a ser considerado é a presença de uma segunda fase. Possivelmente a presença da austenita pode ter inibido a processo de nucleação da componente  $\{111\}<112>$  e outros mecanismos favorecendo a permanência da fibra  $\alpha$  prevaleceram (KEICHEL; FOCT; GOTTSTEIN, 2003a).

Segundo Ahmed e Bhattacharjee (2016), Ahmed e Bhattacharjee (2014) e Zaid e Bhattacharjee (2015), a manutenção da textura de deformação na austenita após recozimento pode ser atribuída pela recristalização descontínua sem uma seleção de orientação preferencial. Todavia, para Donadille *et al.* (1989) e Keichel, Foct e Gottstein (2003a) essa permanência de textura dos tratamentos anteriores pode ocorrer devido baixa mobilidade de contornos de grão ocasionada por "ancoramento" de soluto. Lindell (2015) é um exemplo de estudo no qual os autores consideraram essa última hipótese para um aço austenítico 304L em comparação com um 316L.

### 5.4 Desorientação Média de Kernel e Mapa de Contorno de Grão

Com o mapa de desorientação média de Kernel (KAM – Kernel Average *Misorientation*) foi possível analisar a energia elástica armazenada nas subestruturas de cada fase, relacionada com a densidade de discordâncias e o acúmulo de deformação plástica. Seus cálculos se baseiam na média de desorientação de cada pixel ou região com no mínimo 2° em relação aos seus vizinhos e é considerado um bom meio para avaliar o grau de deformação e recristalização presente nas subestruturas de deformação de uma dada fase (DIAS, 2019).

Na Figura 27 foram apresentados os mapeamentos de KAM para as fases ferrita (Figura 27a) e austenita (Figura 27c) na condição como recebido. Observou-se que a desorientação de KAM foi mais alta para a ferrita, indicando que essa fase se encontrou recuperada após a laminação a quente, como discutido nas seções anteriores. Já a austenita apresentou predominante ausência de intensidade de KAM, confirmando seu estado recristalizado.

Os resultados de KAM puderam ser confirmados pelos resultados obtidos com os mapas de contorno de grão (Figura 27b e Figura 27d). Na ferrita (Figura 27b) prevaleceram os contornos de baixo ângulo, apontando para um acúmulo de energia nessa fase. Enquanto na austenita (Figura 27d), maiores frações de contornos de alto ângulo, característica de material recristalizado, foram encontrados.

Uma alta intensidade de KAM foi verificada em ambas as fases após trabalho a frio (Figura 28a, Figura **28**c, Figura **29**a e Figura **29**c) devido ao elevado acúmulo de energia na forma de arranjos de subestrutura celular que acontece durante a deformação,

uma vez que não há temperatura suficiente para ativar os mecanismos de restauração. Regiões com maiores valores de KAM, sinalizando grande quantidade de energia armazenada, podem ser devido à presença de martensita induzida por deformação que, segundo Choi *et al.* (2012b), apresenta KAM mais altos que a ferrita e austenita. Mais uma vez em concordância com os resultados de KAM, foi observado que ambas as fases depois da laminação a frio apresentaram grande quantidade de contornos de baixo ângulo (Figura 28b, Figura **28**d, Figura **29**b e Figura **29**d).

Os mapeamentos de KAM após tratamento térmico de recozimento foram mostrados nas Figura 30 a Figura **33**. Observou-se que a ferrita (Figura 30 e Figura **31**) apresentou regiões de baixa e média intensidade, sendo a primeira em maior escala, apontando para uma estrutura praticamente 90% recristalizada logo no início do tratamento térmico. Além disso, como já mencionado anteriormente, os médios valores de KAM indicaram que, juntamente com fenômeno de recristalização, ocorreu o de recuperação, ou seja, após recozimento ocorreu a recristalização parcial dessa fase. Em conformidade com esses resultados, nas Figura 34 e Figura **35** notou-se que a ferrita apresentou contornos de baixo e alto (mais frequente) ângulo.

A baixa intensidade de KAM (Figura 32 e Figura **33**), de modo geral, bem como a predominância de contornos de alto ângulo observados (Figura 34 e Figura **35**) sugerem que a austenita também está recristalizada desde os primeiros 5 minutos de recozimento. Áreas em vermelhos podem ser devido à artefatos nas amostras gerados durante o processo de preparação metalográfica, erro de medições e à influência da presença de uma segunda fase.

A alta fração de área recristalizada em ambas as fases já no primeiro tempo de tratamento térmico pode ser explicada pela grande quantidade de energia armazenada durante a laminação a frio (Figura 28 e Figura **29**), a qual age como força motriz para ativar esse mecanismo de restauração. Tal energia armazenada pode ter sido potencializada principalmente pela incompatibilidade de deformação das duas fases com estruturas cristalinas distintas e, portanto, mecanismos de deformação e ativação de sistemas de deslizamentos diferentes.



Figura 27. Mapas de Kernel (a,c) e contorno de grão (b,d) para ferrita (a,b) e austenita (c,d) na condição como recebido. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 28. Mapas de Kernel (a,c) e contorno de grão (b,d) para ferrita (a,b) e austenita (c,d) após laminação a frio até 32% de redução. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 29. Mapas de Kernel (a,c) e contorno de grão (b,d) para ferrita (a,b) e austenita (c,d) após laminação a frio até 54% de redução. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 30. Mapa de Kernel da ferrita da amostra com redução de 32% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 31. Mapa de Kernel da ferrita da amostra com redução de 54% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 32. Mapa de Kernel da austenita da amostra com redução de 32% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 33. Mapa de Kernel da austenita da amostra com redução de 54% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 34. Mapa de contorno de ambas as fases da amostra com redução de 32% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.



Figura 35. Mapa de contorno de ambas as fases da amostra com redução de 54% após tratamento térmico: a) 5 minutos, b) 15 minutos, c) 30 minutos e d) 60 minutos. Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.5 Microdureza Vickers

Na Tabela 12 foram apresentados os resultados de microdureza Vickers das condições como recebido e laminados a frio. Foi possível observar que a dureza aumentou com o aumento do grau de deformação, pois na laminação a frio ocorre mudanças microestruturais como heterogeneidades de deformação e formação de novas fases, isto é, o aparecimento de martensita induzida por deformação que acarretam as alterações observadas.

Após recozimento (Figura 36), a microdureza foi mais baixa em relação aos valores das amostras laminadas a frio desde os primeiros 5 minutos de tratamento. Esse resultado foi mais um indicativo que já nessa etapa a recristalização ocorreu em ambas as fases de forma expressiva, como discutido na seção 5.4.

l abela 12. Medidas de microdureza Vickers
--

Condição	Microdureza (HV)		
Como recebido	255 ± 1,49		
Laminado 32%	350 ± 2,41		
Laminado 54%	422 ± 5,08		



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 36. Gráfico dureza x tempo após tratamento térmico de recozimento. Fonte: Elaborado pelo autor.

# 6 CONCLUSÃO

Com os resultados obtidos foi possível chegar às seguintes conclusões:

 A microestrutura apresentada na condição como recebido foi uma estrutura típica dos aços inoxidáveis dúplex após laminação a quente, isto é, lamelas alternadas de ferrita e austenita em proporções aproximadamente iguais.

II. Após laminação a frio, a microestrutura se apresentou mais refinada e com a presença de martensita induzida por deformação na austenita. Valores de EDE indicaram que o principal mecanismo de deformação desta fase se deu por transformação martensítica.

III. Após recozimento, a ferrita continuou com seu formato alongado até 15 minutos de tratamento, enquanto a austenita apresentou sinais de recristalização primária com uma estrutura de grãos mais arredondados e menores. A partir de 30 minutos, a estrutura de ambas as fases se tornou mais equiaxial e crescimento de grão foi observado.

IV. Fibra α com maior intensidade na componente Cubo Girado e uma fraca e incompleta fibra γ foram observadas na ferrita na condição como recebido. A austenita apresentou a componente Latão de forma mais intensa e as componentes Cubo, Cobre, S e Goss com médias e baixas intensidades.

V. Após 32% de deformação a frio, a ferrita apresentou fracas fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . Ambas se tornaram mais fortes com o aumento da redução até 54%, porém para a fibra  $\gamma$  tal aumento de intensidade foi pouco expressivo. Estudos apontaram para valores intermediários de redução e a baixa intensidade dessa fibra nos tratamentos preliminares como razões para o comportamento observado.

VI. A austenita após trabalho a frio apresentou praticamente as mesmas componentes observadas na condição como recebido, com exceção do enfraquecimento e desaparecimento da componente Cubo nas reduções de 32% e 54%, respectivamente. Além disso, a componente Cobre também foi enfraquecida.

VII. A fibra γ não foi intensificada após recozimento na ferrita, como acontece em aços monofásicos. Logo, supõe-se que a presença de uma segunda fase e o grau de deformação a frio influenciaram o desenvolvimento da textura nessa etapa. A presença da austenita pode ter levado a ativação de novos mecanismos e/ou outros núcleos na fase ferrítica que prevaleceram e cresceram durante a recristalização, levando a inibição do mecanismo de nucleação da fibra  $\gamma$ . Além disso, a permanência da fibra  $\alpha$  pode ser devido a recristalização parcial dessa fase.

- VIII. Após recozimento, a austenita apresentou as mesmas componentes de textura observadas nos tratamentos anteriores, indicando uma recristalização descontínua e/ou baixa mobilidade de contornos de grão, segundo estudos.
  - IX. A comparação dos resultados obtidos com os apresentados na literatura para o mesmo material, porém recozido antes do trabalho a frio, indicou que a sequência de processamento escolhida nesta dissertação não influenciou a evolução das texturas de deformação e recristalização de ambas as fases.

 X. Mapas de KAM e de contornos de grãos apontaram fenômenos de recuperação e recristalização na ferrita e na austenita, respectivamente, após laminação a quente (condição como recebido).

- XI. Baixos valores de KAM e elevada fração de contornos de alto ângulo em ambas as fases após recozimento indicaram que a recristalização ocorreu de forma predominante logo nos primeiros 5 minutos de tratamento térmico.
- XII. A dureza do material aumentou com o grau de deformação a frio devido às mudanças microestruturais características dessa etapa. Após tratamento térmico, houve uma diminuição da dureza, confirmando que ocorreu uma recristalização expressiva em todos os tempos considerados.

# 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

• Análises microestruturais via MET para observar subestruturas em ambas as fases a fim de confirmar os mecanismos de deformação e restauração.

• Medição de dureza em cada fase com objetivo de avaliar o comportamento individual da ferrita e da austenita após cada condição metalúrgica estudada.

• Realizar análises de EBSD em microscópio de alta resolução, FEG/SEM – *Field Emission Gun* – *Scanning Electron Microscopy*, para atingir maior relevância estatísticas dos resultados.

• Estudar os efeitos da deformação na recristalização para amostras com 70% de redução a frio por laminação.
## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMED, M. Z.; BHATTACHARJEE, P. P. Evolution of microstructure and texture during isothermal annealing of a heavily warm-rolled duplex steel. **ISIJ International**, v. 54, n. 12, p. 2844–2853, 2014.

AHMED, M. Z.; BHATTACHARJEE, P. P. Microstructure, texture, and tensile properties of a severely warm-rolled and annealed duplex stainless steel. **steel research international**, v. 87, n. 4, p. 472–483, 2016.

AKDUT, N.; FOOT, J.; GOTTSTEIN, G. Cold rolling texture development of  $\alpha/\gamma$  duplex stainless steels. **Steel Research**, v. 67, n. 10, p. 450–455, 1996.

ALVAREZ-ARMAS, I. Duplex stainless steels: Brief history and some recent alloys. **Recent Patents on Mechanical Engineering**, v. 1, n. 1, p. 51–57, 2008.

ASTM INTERNATIONAL. **E1245-03 Standard practice for determining the inclusion or second-phase constituent content of metals by automatic image analysis**. Annual Book of ASTM Standards: Vol 03.01, 2016.

ASTM INTERNATIONAL. **E384-17 Standard test method for microindentation** hardness of materials. Annual Book of ASTM Standards: Vol 03.01, 2017.

BADDOO, N. R. Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities. **Journal of Constructional Steel Research**, v. 64, n. 11, p. 1199–1206, 2008.

BHATTACHARYA, A.; SINGH, P. M. Role of microstructure on the corrosion susceptibility of UNS S32101 duplex stainless steel. **Corrosion**, v. 64, n. 6, p. 532–540, 2008.

BREDA, M. et al. Effects of cold rolling and strain-induced martensite formation in a SAF 2205 duplex stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46, n. 2, p. 577–586, 2015.

CHOI, J. Y. et al. Effects of nitrogen content on TRIP of Fe–20Cr–5Mn–xN duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 534, p. 673–680, 2012a.

CHOI, J. Y. et al. TRIP aided deformation of a near-Ni-free, Mn–N bearing duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 535, p. 32–39, 2012b.

COLPAERT, H.; COSTA E SILVA, A. L. V. DA. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4<sup>a</sup> ed. São Paulo: Blucher, 2012.

COVERT, R. A.; TUTHILL, A. H. Stainless steels: An introduction to their metallurgy and corrosion resistance. **Dairy, Food and Environmental Sanitation**, v. 20, n. 7, p. 506–517, 2000.

DANDEKAR, T. R. et al. Multistep cross rolling of UNS S32101 steel: Microstructure, texture, and magnetic properties. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 30, n. 4, p. 2916–2929, 2021.

DAVIS, J. R. (ED.). Alloy digest sourcebook: Stainless steels. 1<sup>a</sup> ed. Ohio: ASM International, 2000.

DIAS, F. L. Efeito da homogeneização na microestrutura e distribuição característica dos contornos de grão e sua influência nas propriedades mecânicas e desempenho em corrosão do aço inoxidável duplex 2205. Belo Horizonte: Dissertação - Universidade Federal de Minas Gerais, 2019.

DONADILLE, C. et al. Development of texture and microstructure during cold-rolling and annealing of F.C.C. alloys: Example of an austenitic stainless steel. **Acta Metallurgica**, v. 37, n. 6, p. 1547–1571, 1989.

EMREN, F.; VON SCHLIPPENBACH, U.; LÜCKE, K. Investigation of the development of the recrystallization textures in deep drawing steels by ODF analysis. **Acta Metallurgica**, v. 34, n. 11, p. 2105–2117, 1986.

ESMAILZADEH, M. et al. Microstructure and mechanical properties of friction stir welded lean duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 561, p. 486–491, 2013.

FARGAS, G. et al. Microstructural evolution during industrial rolling of a duplex stainless steel. **ISIJ International**, v. 48, n. 11, p. 1596–1602, 2008.

GAO, F. et al. Development of γ-fibre recrystallisation texture in medium–chromium ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 30, n. 14, p. 1735–1741, 2014.

GAUSS, C. Evolução microestrutural do aço inoxidável dúplex UNS S32205 durante laminação a frio e posterior recozimento. Lorena: Dissertação - Escola de Engenharia de Lorena (USP), 2015.

GONÇALVES, K. A. M. B. Influência da deformação a frio e recozimento na textura cristalográfica e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex UNS S31803 E UNS S32304. Belo Horizonte: Dissertação - Universidade Federal de Minas Gerais, 2015.

GONÇALVES, K. A. M. B.; SANTOS, D. B.; OLIVEIRA, T. R. DE. Analysis of the crystallographic microtexture of a UNS S32205 and a UNS S32304 duplex stainless steels after cold rolling and heat treatment. **Materials Research**, v. 21, n. 4, 2018.

GUIMARÃES JR., J. M. Tranformação martensítica induzida por deformação em aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 deformados por diferentes processos. Ponta Grossa: Dissertação - Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2016.

HANSEN, N. Cold deformation microstructures. **Materials Science and Technology**, v. 6, n. 11, p. 1039–1047, 1990.

HECKER, S. S. et al. Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: Part I. Magnetic measurements and mechanical behavior. **Metallurgical Transactions A**, v. 13, n. 4, p. 619–626, 1982.

HERRERA, C.; PONGE, D.; RAABE, D. Design of a novel Mn-based 1GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability. **Acta Materialia**, v. 59, n. 11, p. 4653–4664, 2011.

HERRERA, C.; PONGE, D.; RAABE, D. Recrystallization during annealing of a cold rolled lean duplex stainless steel. **Materials Science Forum**, v. 715–716, p. 550–550, 2012.

HÖLSCHER, M.; RAABE, D.; LÜCKE, K. Rolling and recrystallization textures of bcc steels. **Steel Research**, v. 62, n. 12, p. 567–575, 1991.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2<sup>a</sup> ed. Amsterdam: Elsevier, 2004.

JACOB, A.; POVODEN-KARADENIZ, E. Predictive computations of intermetallic  $\sigma$  phase evolution in duplex steel. I) Thermodynamic modeling of  $\sigma$  phase in the Fe–Cr–Mn–Mo–Ni system. **Calphad**, v. 71, p. 1–14, 2020.

KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G. Deformation and annealing behavior of nitrogen alloyed duplex stainless steels. Part II: Annealing. **ISIJ International**, v. 43, n. 11, p. 1788–1794, 2003a.

KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G. Deformation and annealing behavior of nitrogen alloyed duplex stainless steels. Part I: Rolling. **ISIJ International**, v. 43, n. 11, p. 1781–1787, 2003b.

KUMAR, A. et al. Microstructure and texture development during cold rolling in UNS S32205 and UNS S32760 duplex stainless steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48, n. 5, p. 2349–2362, 2017a.

KUMAR, A. et al. Texture development during cold rolling of Fe–Cr–Ni alloy-experiments and simulations. **Philosophical Magazine**, v. 97, n. 23, p. 1939–1962, 2017b.

LILJAS, M. et al. Development of a lean duplex stainless steel. **Steel Research International**, v. 79, n. 6, p. 466–473, 2008.

LIMA, N. B. DE; LIMA, L. M. G. DE; PADILHA, A. F. Texturas de recristalização. In: **Textura e relações de orientação**. 2<sup>a</sup> ed. São Paulo: IPEN, 2003.

LINDELL, D. Texture evolution of warm-rolled and annealed 304L and 316L austenitic stainless steels. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 82, 2015.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 65, n. 4–6, p. 39–104, 2009.

MALTA, P. O. et al. Microstructure and texture evolution of duplex stainless steels with different molybdenum contents. **Materials Characterization**, v. 142, p. 406–421, 2018.

MANDAL, A. et al. Effect of rolling and subsequent annealing on microstructure, microtexture, and properties of an experimental duplex stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48, n. 12, p. 5960–5977, 2017.

MANGONON, P. L.; THOMAS, G. The martensite phases in 304 stainless steel. **Metallurgical Transactions**, v. 1, n. 6, p. 1577–1586, 1970.

MARIA, G. G. B. et al. ε-Martensite formation for low strains in a lean duplex stainless steel. **Materials Letters**, v. 234, p. 283–286, 2019.

MOURA, A. N. DE. Estudo da evolução microestrutural e das propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304 durante o recozimento final. Vitória: Dissertação - Instituto Federal do Espírito Santo, 2016.

MOURA, A. N. DE et al. Effect of cold rolling reduction on texture, recrystallization and mechanical properties of UNS S32304 Lean Duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 802, p. 140577, 2021.

OLSON, G. B.; COHEN, M. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. **Journal of the Less Common Metals**, v. 28, n. 1, p. 107–118, 1972.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3<sup>a</sup> ed. São Paulo: ABM, 2005.

PRAMANIK, S.; BERA, S.; GHOSH, S. K. Influence of cold rolling on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel. **Steel Research International**, v. 85, n. 5, p. 776–783, 2014.

RAABE, D.; LÜCKE, K. Textures of ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 9, n. 4, p. 302–312, 1993.

REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A. F. Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. **ISIJ International**, v. 38, n. 6, p. 567–571, 1998.

RHODES, C. G.; THOMPSON, A. W. The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 8, n. 12, p. 1901–1906, 1977.

RIOS, P. R. et al. Nucleation and growth during recrystallization. **Materials Research**, v. 8, n. 3, p. 225–238, 2005.

RODRIGUES, D. G. et al. Effects of annealing conditions on recrystallization, texture, and average normal anisotropy coefficient of a niobium-stabilized ferritic stainless steel. **steel research international**, v. 88, n. 12, p. 1–12, 2017.

RODRIGUES, D. G. et al. Effect of low cold-rolling strain on microstructure, texture, phase transformation, and mechanical properties of 2304 lean duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 150, p. 138–149, 2019.

ROMMERSKIRCHEN, I.; LEMKEN, S.; HOFFMANN, R. Lean duplex materials for line pipe applications in sweet and slightly sour environments. Abu Dhabi International Petroleum Exhibition and Conference. Anais... In: ABU DHABI INTERNATIONAL PETROLEUM EXHIBITION AND CONFERENCE. Abu Dhabi, UAE: Society of Petroleum Engineers, 2008.

RYŚ, J.; RATUSZEK, W. Rolling texture formation in super-duplex stainless steel. **Solid State Phenomena**, v. 163, p. 145–150, 2010.

SAMAJDAR, I. et al.  $\gamma$ -Fibre recrystallization texture in IF-steel: an investigation on the recrystallization mechanisms. **Materials Science and Engineering: A**, v. 238, n. 2, p. 343–350, 1997.

SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de deformação: Uma visão microscópica. In: **Textura e relações de orientação**. 2ª ed. São Paulo: IPEN, 2003.

SCHRAMM, R. E.; REED, R. P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n. 7, p. 1345–1351, 1975.

SIQUEIRA, R. P. DE. Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio. Lorena: Tese - Escola de Engenharia de Lorena (USP), 2010.

SUWAS, S.; RAY, R. K. Crystallographic texture of materials. London: Springer, 2014.

TIAN, Y. et al. Deformation microstructure and deformation-induced martensite in austenitic Fe-Cr-Ni Alloys depending on stacking fault energy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48, n. 1, p. 1–7, 2017.

VIANA, C. S. DA C.; PAULA, A. DOS S. Texturas de deformação. In: **Textura e relações** de orientações. 2ª ed. São Paulo: IPEN, 2003.

ZAID, M.; BHATTACHARJEE, P. P. Electron backscatter diffraction study of deformation and recrystallization textures of individual phases in a cross-rolled duplex steel. **Materials Characterization**, v. 96, p. 263–272, 2014.

ZAID, M.; BHATTACHARJEE, P. P. Microtexture of constituent phases in a heavily warmrolled and annealed duplex stainless steel. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 82, 2015.