

SILVANA CARREIRO DE OLIVEIRA

**“AÇOS INOXIDÁVEIS: ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE
CARREGAMENTOS CÍCLICOS NA MICROESTRUTURA DO AÇO
INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 304L E DE DIFERENTES
TRATAMENTOS TÉRMICOS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS
MARTENSÍTICOS 420”**

VOLTA REDONDA

2023

SILVANA CARREIRO DE OLIVEIRA

“AÇOS INOXIDÁVEIS: ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE CARREGAMENTOS
CÍCLICOS NA MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 304L E
DE DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS
MARTENSÍTICOS 420”

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação
em Engenharia Metalúrgica como requisito parcial para a
obtenção do grau de Doutora em Engenharia Metalúrgica
da Universidade Federal Fluminense.

Área de Concentração: **Processamento e
Caracterização de Materiais**

Linha de Pesquisa: **Materiais Avançados**

ORIENTADOR: PROF. Dr. GLÁUCIO SOARES DA FONSECA

Volta Redonda

2023

Ficha catalográfica automática - SDC/BEM
Gerada com informações fornecidas pelo autor

O48a Oliveira, Silvana Carreiro de
Aços inoxidáveis: estudo da influência de carregamentos
cíclicos na microestrutura do aço inoxidável austenítico
304L e de diferentes tratamentos térmicos nos aços
inoxidáveis martensíticos 420 / Silvana Carreiro de
Oliveira. - 2023.
181 f.: il.

Orientador: Gláucio Soares da Fonseca.
Tese (doutorado)-Universidade Federal Fluminense, Escola de
Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda, Volta
Redonda, 2023.

1. Aço inoxidável. 2. Tratamento térmico. 3. Corrosão.
4. Produção intelectual. I. Fonseca, Gláucio Soares da,
orientador. II. Universidade Federal Fluminense. Escola de
Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda. III.
Título.

CDD - XXX

SILVANA CARREIRO DE OLIVEIRA

“AÇOS INOXIDÁVEIS: ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE CARREGAMENTOS
CÍCLICOS NA MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 304L E
DE DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS NOS AÇOS INOXIDÁVEIS
MARTENSÍTICOS 420”

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação
em Engenharia Metalúrgica como requisito parcial para a
obtenção do grau de Doutora em Engenharia Metalúrgica
da Universidade Federal Fluminense.

Área de Concentração: **Processamento e
Caracterização de Materiais**

Linha de Pesquisa: **Materiais Avançados**

Aprovado em 31 de março de 2023.

BANCA EXAMINADORA

Glaucio Soares da Fonseca
glauciofonseca@id.uff.br:30137753861

Assinado de forma digital por Glaucio Soares da Fonseca
DN: cn=Glaucio Soares da Fonseca, o=Universidade Federal Fluminense,
email=glauciofonseca@id.uff.br, c=BR
Dados: 2023.05.13 14:25:13 -03'00'

Prof. GLÁUCIO SOARES DA FONSECA, Dr. – Orientador
EEIMVR – UFF – Universidade Federal Fluminense

Elivelton Alves Ferreira

Assinado de forma digital por Elivelton Alves Ferreira
DN: cn=Elivelton Alves Ferreira, o=Universidade Federal Fluminense,
ou=Universidade Federal Fluminense,
email=eliveltonalves@id.uff.br, c=BR
Dados: 2023.05.13 12:23:26 -03'00'

Prof. ELIVELTON ALVES FERREIRA, Dr.
EEIMVR – UFF – Universidade Federal Fluminense

Fabiane R. F. da Silva

Prof^ª. FABIANE ROBERTA FREITAS DA SILVA, Dra.
EEIMVR – UFF – Universidade Federal Fluminense

Adriana E. Carvalho

Prof^ª. ADRIANA EVARISTO DE CARVALHO, Dra.
UFGD – Universidade Federal da Grande Dourados

Jorge Franklin Mansur Rodrigues Filho

JORGE FRANKLIN MANSUR RODRIGUES FILHO, Ph.D
(ETSMTL - École de Technologie Supérieure de Montréal – Canadá)

Volta Redonda, 31 de março de 2023

Dedico este trabalho a Deus, aos meus amados pais
Emilson e Adelaide, ao meu esposo Raphael, às minhas
irmãs Susana e Simone e amigos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter sido meu refúgio e fortaleza nos momentos mais difíceis, me dando a força e coragem necessárias para seguir em frente e chegar a esse tão sonhado momento.

Aos meus pais, Emilson e Adelaide, que sempre me incentivaram a continuar meus estudos. Pelo amor, carinho, paciência, dedicação e, principalmente, pela certeza de que eu conseguiria vencer mais essa batalha. Sem vocês eu não teria chegado até aqui.

Ao meu esposo Raphael, por ser, além de tudo, um grande amigo. Por todas as vezes que renunciou a muitas coisas para que eu pudesse concluir mais essa etapa. Pelo amor, carinho, companheirismo e por sempre acreditar em mim.

Aos professores D. Sc. Gláucio Soares da Fonseca, D. Sc. Fabiane Roberta Freitas da Silva e D. Sc Elivelton Alves Ferreira, pelo conhecimento compartilhado e por me ajudarem a consolidar essa etapa tão importante da minha vida. E a todos os mestres e professores que me ajudaram durante esta etapa e que contribuíram e contribuem nesta busca interminável pelo conhecimento.

A todos meus amigos que tornam meus dias mais alegres e divertidos. Os momentos que passamos juntos vão ficar para sempre guardados com carinho na memória. Um agradecimento especial deve ser feito ao Diego, Maísa, Kateryne, Mônica e Priscila, pois sem eles a realização desse trabalho teria sido muito mais difícil.

À Aperam Inox América do Sul S/A pela doação das amostras, sem as quais não seria possível a realização deste trabalho.

Aos que porventura não foram citados, meu muito obrigado.

“Por vezes sentimos que aquilo que
fazemos não é senão uma gota de água no mar.
Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota”. -
Madre Teresa de Calcutá

RESUMO

De grande importância para as indústrias nas áreas de petróleo e gás, aeronáutica, petroquímica, química e inúmeras outras, os aços inoxidáveis entraram no foco de projetos de pesquisa visando o aprimoramento do seu processo de fabricação, de suas propriedades e de sua microestrutura. Essa ampla utilização ocorre devido ao fato de que este tipo de aço possui alta resistência à corrosão, alta tenacidade, boa soldabilidade e elevada resistência mecânica. Este tipo de aço é ligado principalmente por ferro, carbono e cromo, mas pode conter, também, outros elementos como o níquel e o molibdênio. Os aços inoxidáveis podem ser classificados em martensíticos, ferríticos, austeníticos, ferrítico-austenítico (Duplex) e endurecidos por precipitação. No presente trabalho, o primeiro objeto de estudo foi o aço inoxidável austenítico AISI 304L, que tem como característica, após deformado, apresentar transformação induzida por plasticidade, conhecida como efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*). Foi realizada a caracterização microestrutural da amostra como recebida e após ter passado por ensaio de fadiga de baixo ciclo, sofrendo deformação cíclica, sendo que a amostra deformada possuía um concentrador de tensão. A técnica escolhida para a análise foi a difração de elétrons retroespalhados (EBSD), para que fosse possível observar a transformação martensítica no material. As amostras que passaram pelo ensaio de fadiga de baixo ciclo apresentaram uma grande concentração de martensita induzida por deformação na região próxima do concentrador de tensão. O segundo objeto de estudo foi o aço inoxidável martensítico das classes 420A e 420D, cujas propriedades podem ser alteradas através de tratamento térmico. A sequência típica de tratamento térmico é austenitização, têmpera e revenimento, e após sua realização, o material irá apresentar a microestrutura composta de martensita, austenita retida e carbonetos não dissolvidos. Os parâmetros para realização desses tratamentos publicados na literatura são controversos, então, foram realizados tratamentos térmicos de austenitização e têmpera com diferentes temperaturas e tempos de encharque, seguido de revenimento, também em temperaturas diferentes. Após os tratamentos térmicos, foram realizados ensaios de dureza, e de corrosão eletroquímica de potencial de circuito aberto e polarização cíclica. Foi realizada caracterização microestrutural via microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por energia dispersiva (EDS) para determinar qual das condições empregadas apresenta a melhor resistência à corrosão e dureza. Com o auxílio da distribuição estatística de Cromo após a corrosão, para o aço AISI 420A, a condição que apresentou melhor combinação de dureza e resistência à corrosão foi quando a amostra foi austenitizada na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e depois revenida na temperatura de 400°C durante 60 minutos. Já para o aço AISI 420D, essa melhor condição foi encontrada na amostra austenitizada na temperatura de 1015°C durante 60 minutos e depois revenida na temperatura de 200°C durante 60 minutos.

Palavras-chave: Aço inoxidável austenítico 304L, efeito TRIP, aços inoxidáveis martensíticos 420, tratamentos térmicos, corrosão.

ABSTRACT

Stainless steels have been the focus of research projects aiming to improve their manufacturing process, properties and microstructure due to their great importance to the oil and gas, aeronautics, petrochemical, chemical and other industries. This attention comes from their properties, such as high corrosion resistance, toughness, weldability and mechanical strength. Stainless steel is basically an iron, carbon and chromium alloy, but may also contain other elements such as nickel and molybdenum. They are classified as martensitic, ferritic, austenitic, ferritic-austenitic (Duplex) and age-hardened. In the present work, the first object of study was the austenitic stainless steel AISI 304L, which, when deformed, may present transformation-induced plasticity, known as TRIP effect (*Transformation Induced Plasticity*). A microstructural characterization was carried out in the material as received and after a low cycle fatigue test. The deformed sample had a notch. The Electron Backscattered Diffraction (EBSD) results showed martensitic transformation in the material. After the low-cycle fatigue testings, a high concentration of strain-induced martensite was observed near to the notch. The second object of study was martensitic stainless steel of classes 420A and 420D, whose properties can be altered by heat treatment. The typical heat treatment sequence is austenitizing, quenching and tempering. After its completion, the material will show a microstructure composed of martensite, retained austenite and unpreserved carbides. The parameters published in the literature for these heat treatment steps are controversial. Hence, the author applied a series of different temperatures and soaking times for austenitizing, quenching and tempering. After the heat treatments, hardness and open-circuit potential electrochemical corrosion test and cyclic polarization were carried out. Microstructural characterization was performed via Optical Microscopy (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) to determine which of the employed conditions presents the best corrosion resistance and hardness. With the support of the statistical distribution of Chromium after corrosion, for AISI 420A steel, austenitizing at 1015°C for 120 minutes, followed by quenching and tempering at 400°C for 60 minutes resulted in the best combination of hardness and corrosion resistance. As for the AISI 420D steel, this best combination resulted from austenitizing at 1015°C for 60 minutes followed by quenching and tempering at 200°C for 60 minutes.

Key-word: Austenitic stainless steel 304L, TRIP effect, martensitic stainless steel 420, heat treatments, corrosion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Gráfico ilustrando a passividade dos aços-cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial [12].	28
Figura 2: Gráfico ilustrando o efeito do cromo na resistência dos aços à oxidação a altas temperaturas. A curva mostra a penetração da oxidação em cubos de 1/2", aquecidos durante 48 horas a 1000°C [12].	28
Figura 3: Gráfico mostrando o consumo brasileiro de aço inoxidável [13].	29
Figura 4: Gráfico mostrando a produção brasileira de aço inoxidável [13].	29
Figura 5: Curva tensão x deformação de aços austeníticos estáveis e metaestáveis (Adaptado de [16]).	35
Figura 6: Representação esquemática da relação entre a martensita induzida por tensão e martensita induzida por deformação [27].	38
Figura 7: Fração volumétrica de ϵ e α' para o aço inoxidável 304L em função da deformação, em diferentes temperaturas (Adaptado de [31]).	39
Figura 8: Fração volumétrica de martensita induzida por deformação α' em função da deformação plástica verdadeira do aço tracionado EN 1.4318-1 deformado em taxas de $3 \cdot 10^{-4}$, 10^{-1} e $200 s^{-1}$ em temperatura ambiente (Adaptado de [2]).	40
Figura 9: Fração volumétrica de fase ferromagnética como uma função do número de ciclos para amostras fadigadas a $\Delta\epsilon_{pl} = 2,5 \cdot 10^{-2}$ (deformação plástica) em temperaturas de 103K e 203K (Adaptado de [34]).	41
Figura 10: Comparação entre curvas de tensão-deformação sob diferentes modos de tensão (Adaptado de [7]).	42
Figura 11: Porcentagem em volume da transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha'$ durante o carregamento e descarregamento (Adaptado de [7]).	43
Figura 12: Efeitos do carbono e nitrogênio no campo da austenita em ligas ferro-cromo (Adaptado de [37]).	44
Figura 13: Microestrutura de um aço inoxidável martensítico temperado, apresentando a martensita em ripas [40].	45
Figura 14: Diagrama típico de um ciclo de tratamento térmico de têmpera e revenimento para um aço AISI 420 aplicado em cutelaria (Adaptado de [44]).	46
Figura 15: Efeito da temperatura e tempo de austenitização na dureza de um aço inoxidável AISI 420 (Adaptado de [5]).	48

Figura 16: Dureza de um aço inoxidável martensítico AISI 420 após passar por revenimento em diferentes temperaturas (Adaptado de [5]).	48
Figura 17: Efeito da temperatura de austenitização na perda de massa por corrosão em um aço inoxidável AISI 420 (Adaptado de [51]).	50
Figura 18: Etapas dos procedimentos experimentais utilizados para o aço inoxidável austenítico 304L.	52
Figura 19: Modelo de corpo de prova utilizado no ensaio de fadiga [54].	53
Figura 20: Amostra deformada devidamente preparada para posterior análise.	56
Figura 21: Etapas dos procedimentos experimentais utilizados para os aços inoxidáveis martensíticos AISI 420A e 420D.	57
Figura 22: Desenho esquemático de como são determinados alguns valores característicos da curva de polarização (Adaptado de [11]).	63
Figura 23: Mapas de orientação do aço inoxidável austenítico 304L como recebido e seu triângulo estereográfico. Os círculos pontilhados destacam as maclas	65
Figura 24: Mapas de orientação agrupados do material como recebido e seu respectivo triângulo estereográfico.	65
Figura 25: Mapas de orientação do aço inoxidável austenítico 304L e seu triângulo estereográfico. Os pontos (grãos) pequenos representam a martensita	67
Figura 26: Mapas de orientação agrupados do aço inoxidável austenítico 304L após sofrer deformação e seus respectivos triângulos estereográficos.	68
Figura 27: Mapa dos contornos de grãos do material como recebido.	69
Figura 28: Mapa dos contornos de grãos da amostra deformada	70
Figura 29: Mapa dos contornos de grãos de austenita da amostra deformada	71
Figura 30: Mapa dos contornos de grãos de martensita da amostra deformada	72
Figura 31: Frequência de contornos CSL da amostra como recebida	73
Figura 32: Frequência de contornos CSL da amostra deformada.	74
Figura 33: Frequência dos tipos de pontos triplos da amostra como recebida	75
Figura 34: Frequência dos tipos de pontos triplos da amostra deformada.	76
Figura 35: Relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) da amostra como recebida	77
Figura 36: Relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) da amostra deformada.	78
Figura 37: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos do material como recebido.	79

Figura 38: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos do material deformado.	79
Figura 39: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos de austenita do material deformado.	80
Figura 40: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos de martensita do material deformado.	81
Figura 41: Mapa das fases presentes no aço inoxidável austenítico 304L após deformação cíclica. (a) Região do entalhe até 400 μm e (b) destaque da região do entalhe, aproximadamente 30 μm .	81
Figura 42: Microestrutura do aço AISI 420A como recebido.	83
Figura 43: Microestrutura do aço AISI 420D como recebido.	83
Figura 44: Principais microconstituintes do aço inoxidável AISI 420A em função da temperatura	85
Figura 45: Principais microconstituintes do aço inoxidável AISI 420D em função da temperatura	85
Figura 46: Dureza do aço 420A após austenitização e têmpera	87
Figura 47: Microestruturas do aço 420A após austenitização e têmpera em 980°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.	89
Figura 48: Microestruturas do aço 420A após austenitização e têmpera em 1015°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.	90
Figura 49: Microestruturas do aço 420A após austenitização e têmpera em 1050°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.	91
Figura 50: Dureza do aço 420A após revenimento com austenitização realizada por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.	93
Figura 51: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 980°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.	94
Figura 52: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 980°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.	95
Figura 53: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 980°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C, com os carbonetos destacados e (b) 400°C.	95
Figura 54: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1015°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.	96
Figura 55: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1015°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.	97

Figura 56: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1015°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	97
Figura 57: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1050°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	98
Figura 58: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1050°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	98
Figura 59: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1050°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	99
Figura 60: Curva de polarização do aço 420A no estado como recebido.....	100
Figura 61: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera a (a) 980°C, (b) 1015°C e (c) 1050°C.....	101
Figura 62: Micrografia após ensaio de corrosão do aço 420A que passou por têmpera a 980°C por 30 minutos.....	103
Figura 63: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C	104
Figura 64: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420A que passou por têmpera em 980°C e depois pelo revenimento. ...	105
Figura 65: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C	106
Figura 66: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420A que passou por têmpera em 1015°C e depois pelo revenimento. ...	107
Figura 67: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C.	108
Figura 68: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420A que passou por têmpera em 1050°C e depois pelo revenimento. ...	109
Figura 69: Micrografia em MEV do aço 420A no estado como recebido, após ensaio de corrosão.	110
Figura 70: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A no estado como recebido.	110
Figura 71: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A como recebido realizada (a) na matriz ferrítica e (b) no carboneto.....	111
Figura 72: Micrografia em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos, mostrando apenas as marcas de lixa da preparação da amostra.....	112

Figura 73: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 30 minutos	113
Figura 74: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 30 minutos	113
Figura 75: Micrografias em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos	114
Figura 76: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 120 minutos	114
Figura 77: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 120 minutos, realizada (a) no ponto EDS1; (b) no ponto EDS2 e (c) no ponto EDS3.....	115
Figura 78: Micrografia em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos e revenimento a 400°C durante 60 minutos	116
Figura 79: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 30 minutos e revenido a 400°C durante 60 minutos.....	117
Figura 80: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 30 minutos e depois revenido a 400°C por 60 minutos, realizada (a) no ponto EDS1 e (b) no ponto EDS2.....	117
Figura 81: Micrografia em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos e revenimento a 400°C durante 60 minutos	118
Figura 82: Ponto de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 120 minutos e revenido a 400°C durante 60 minutos	119
Figura 83: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 120 minutos e depois revenido a 400°C por 60 minutos.	119
Figura 84: Distribuição da quantidade de Cromo na amostra como recebida do aço 420A após ensaio de corrosão.	121
Figura 85: Distribuição da quantidade de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras do aço 420A após tratamento de austenitização e têmpera	122
Figura 86: Distribuição da quantidade de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras do aço 420A após tratamento de austenitização, têmpera e revenimento.	123
Figura 87: Dureza do aço 420D após austenitização e têmpera	125

Figura 88: Microestruturas do aço 420D após austenitização e têmpera em 980°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.....	126
Figura 89: Microestruturas do aço 420D após austenitização e têmpera em 1015°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.....	127
Figura 90: Microestruturas do aço 420D após austenitização e têmpera em 1050°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.....	128
Figura 91: Dureza do aço 420D após revenimento com austenitização realizada por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.....	130
Figura 92: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 980°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	131
Figura 93: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 980°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	131
Figura 94: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 980°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	132
Figura 95: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1015°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	132
Figura 96: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1015°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	133
Figura 97: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1015°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	134
Figura 98: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1050°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	134
Figura 99: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1050°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	135
Figura 100: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1050°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.....	135
Figura 101: Curva de polarização do aço 420D no estado como recebido.....	136
Figura 102: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera a (a) 980°C, (b) 1015°C e (c) 1050°C.	137
Figura 103: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C.	139
Figura 104: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420D que passou por têmpera em 980°C e depois pelo revenimento. ...	140

Figura 105: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C	141
Figura 106: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420D que passou por têmpera em 1015°C e depois pelo revenimento. 142	
Figura 107: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C	143
Figura 108: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420D que passou por têmpera em 1050°C e depois pelo revenimento. 144	
Figura 109: Micrografia em MEV do aço 420D no estado como recebido, após a corrosão.145	
Figura 110: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D no estado como recebido após a corrosão.	145
Figura 111: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D como recebido realizada (a) na matriz ferrítica e (b) no carboneto.....	146
Figura 112: Micrografia em MEV após ensaio de corrosão do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos	147
Figura 113: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos.	147
Figura 114: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos.....	148
Figura 115: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos	148
Figura 116: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos.	149
Figura 117: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos realizada (a) no ponto EDS1; (b) no ponto EDS2 e (c) no ponto EDS3.	150
Figura 118: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos	151

Figura 119: Ponto de realização da microanálise EDS no aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos.	151
Figura 120: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos.....	152
Figura 121: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos e revenimento a 200°C durante 60 minutos	152
Figura 122: Ponto de realização da microanálise EDS no aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C durante 30 minutos e revenido a 200°C durante 60 minutos.....	153
Figura 123: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C por 30 minutos e depois revenido a 200°C por 60 minutos.	153
Figura 124: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos e revenimento a 200°C durante 60 minutos	154
Figura 125: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C durante 60 minutos e revenido a 200°C durante 60 minutos.....	154
Figura 126: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos realizada (a) no ponto EDS1; (b) no ponto EDS2; (c) no ponto EDS3 e (d) no ponto EDS4.....	155
Figura 127: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos e revenimento a 200°C durante 60 minutos	156
Figura 128: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C durante 120 minutos e revenido a 200°C durante 60 minutos.....	157
Figura 129: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos realizada (a) no ponto EDS1 e (b) no ponto EDS2.	157
Figura 130: Distribuição da quantidade de Cromo na amostra como recebida do aço 420D após o ensaio de corrosão.	159

Figura 131: Distribuição da quantidade de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras do aço 420D após austenitização e têmpera.....	159
Figura 132: Distribuição da quantidade de (a) ferro e (b) cromo nas amostras do aço 420D tratadas termicamente após o ensaio de corrosão.....	161
Figura 133: Dureza dos aços (a) AISI 420A e (b) AISI 420D nos estados como recebido (CR), após austenitização e têmpera (AeT) e após os revenimento em 200°C e 400°C (Rev 200 e Rev 400).....	162
Figura 134: Distribuição de Cromo na amostra como recebida após o ensaio de corrosão dos aços AISI 420A e 420D.....	163
Figura 135: Distribuição de Cromo após ensaio de corrosão dos aços (a) AISI 420A e (b) AISI 420D que passaram por austenitização e têmpera.....	164
Figura 136: Distribuição de Cromo após ensaio de corrosão dos aços (a) AISI 420A e (b) AISI 420D que passaram por austenitização, têmpera e revenimento.....	165

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades mecânicas de aços inoxidáveis martensíticos recozidos [1].....	30
Tabela 2: Algumas composições químicas de aços martensíticos [1].	30
Tabela 3: Especificação técnica (% em peso) de alguns aços inoxidáveis ferríticos [12].	31
Tabela 4: Especificação e composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (Adaptado de [15]).....	33
Tabela 5: Composição química do aço inoxidável austenítico 304L	53
Tabela 6: Propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico 304L.....	53
Tabela 7: Etapas do ensaio de fadiga (Adaptado de [54]).....	54
Tabela 8: Composição química do aço inoxidável martensítico AISI 420A.....	58
Tabela 9: Composição química do aço inoxidável martensítico AISI 420D.....	58
Tabela 10: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos do material como recebido.	69
Tabela 11: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos da amostra deformada.	70
Tabela 12: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos de austenita da amostra deformada.....	71
Tabela 13: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos de martensita da amostra deformada.....	72
Tabela 14: Dados da relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama- Wassermann (NW) da amostra como recebida	77
Tabela 15: Dados da relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama- Wassermann (NW) da amostra deformada.....	78
Tabela 16: Valor dureza Vickers média do aço inoxidável AISI 420A no estado como recebido.	84
Tabela 17: Valor de dureza Vickers média do aço inoxidável AISI 420D no estado como recebido.	84
Tabela 18: Dureza Vickers do aço inoxidável martensítico AISI 420A após tratamento de austenitização e têmpera.....	86
Tabela 19: Dureza Vickers do aço 420A após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 200°C.....	92
Tabela 20: Dureza Vickers do aço 420A após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 400°C.....	92

Tabela 21: Parâmetros eletroquímicos obtidos para a amostra como recebida do aço 420A.	100
Tabela 22: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera.....	102
Tabela 23: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre passivação; **: não sofre pites).	104
Tabela 24: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre pites).....	106
Tabela 25: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre pites; -: corrosão generalizada).....	108
Tabela 26: Valores densidade de corrente de corrosão para as amostras como recebida, austenitizada e temperada a 1015°C por 30 e 120 minutos e com revenimento em 400°C.	120
Tabela 27: Dureza Vickers do aço inoxidável martensítico AISI 420D após tratamento de austenitização e têmpera.....	124
Tabela 28: Dureza Vickers do aço 420D após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 200°C.	129
Tabela 29: Dureza Vickers do aço 420D após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 400°C.	129
Tabela 30: Parâmetros eletroquímicos obtidos para a amostra como recebida do aço 420D.	136
Tabela 31: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera (*: não sofre pites; -: corrosão generalizada).....	138
Tabela 32: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em 200°C e 400°C.....	140
Tabela 33: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre pites).....	141
Tabela 34: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre passivação).	143
Tabela 35: Valores densidade de corrente de corrosão para as amostras como recebida, austenitizada e temperada a 1015°C por 30, 60 e 120 minutos e com revenimento em 200°C do aço AISI 420D	158

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
CFC	Cúbica de Face Centrada
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
HC	Hexagonal Compacta
AI	Aço inoxidável
AIA	Aço Inoxidável Austenítico
γ	Austenita
α'	Martensita (ferromagnética)
ϵ	Martensita (paramagnética)
M_s	Temperatura a partir da qual a austenita transforma-se espontaneamente em martensita devido ao resfriamento
M_f	Temperatura final da transformação martensítica
M_d	Temperatura mais alta na qual a deformação induz a transformação martensítica
$\sigma_{A \rightarrow M}$	Tensão crítica para ocorrer a nucleação da martensita
σ_e^A	Limite de escoamento da austenita
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
CTLU	<i>Cyclic Tensile Loading and Unloading</i>
σ_m	Tensão média
σ_a	Tensão alternada
R	Razão de carga
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Tensão cíclica máxima
$\sigma_{m\acute{i}n}$	Tensão cíclica mínima
N_f	Número de ciclos até a falha
σ_e	Limite de escoamento
σ_{LRT}	Limite de resistência à tração
$\epsilon_{m\acute{i}n}$	Deformação cíclica mínima
$\epsilon_{m\acute{a}x}$	Deformação cíclica máxima
$\Delta\epsilon$	Faixa de deformação total
$\Delta\epsilon_p$	Componente plástica

$\Delta\varepsilon_e$	Componente elástica
UFF	Universidade Federal Fluminense
EEIMVR	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda
CP	Corpo de prova
EBS	<i>Electron Backscatter Diffraction</i>
CSL	<i>Coincidence Site Lattice</i>
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
TCC	Tetragonal de corpo centrado
OCP	<i>Open Circuit Potential</i>
E_{pite}	Potencial de pite
E_{corr}	Potencial de corrosão
E_{pass}	Potencial de passivação
i_{corr}	Densidade de corrente de corrosão
i_{pass}	Densidade de corrente de passivação
H	Contorno de alto ângulo
L	Contorno de baixo ângulo
C	Contorno especial
KS	Kurdjumov-Sachs
NW	Nishiyama-Wassermann
CR	Como recebido
AeT	Austenitização e têmpera
Rev	Revenimento

Sumário

1	Introdução.....	23
2	Objetivos	26
2.1	Objetivo Geral.....	26
2.2	Objetivos específicos	26
3	Revisão Bibliográfica.....	27
3.1	Aços inoxidáveis	27
3.1.1	Classificação dos aços inoxidáveis	30
3.2	Aço inoxidável austenítico.....	32
3.2.1	Martensita induzida por deformação.....	36
3.3	Aço inoxidável martensítico	43
3.3.1	Tratamentos térmicos em aços inoxidáveis martensíticos.....	45
3.3.2	Propriedades do aço inoxidável martensítico	47
4	Materiais e métodos	52
4.1	Aço inoxidável austenítico.....	52
4.1.1	Material	52
4.1.2	Métodos.....	54
4.2	Aço inoxidável martensítico	57
4.2.1	Material	57
4.2.2	Métodos.....	58
5	Resultados e discussão	64
5.1	Aços inoxidáveis austeníticos	64
5.1.1	Figuras de polo inversas.....	64
5.1.2	Análise dos contornos de grão	68
5.1.3	Ângulo de misorientação entre os grãos	78
5.1.4	Mapa das fases	81
5.2	Aços inoxidáveis martensíticos.....	82
5.2.1	Análise microestrutural e mecânica do material como recebido.....	83
5.2.2	Análise termodinâmica.....	84
5.2.3	Caracterização do aço AISI 420A após tratamentos térmicos	86
5.2.4	Caracterização do aço AISI 420D após os tratamentos térmicos.....	124
5.2.5	Comparação dos resultados dos aços AISI 420D e AISI 420D	162
6	Conclusão	167
7	Trabalhos Futuros.....	173
8	Referências	174

1 INTRODUÇÃO

A ação da corrosão é um problema que causa muita preocupação para os engenheiros, pois ela é capaz de provocar a perda de peças metálicas, o que pode gerar inúmeros prejuízos. Para que esse problema fosse resolvido, foram desenvolvidos e aperfeiçoados novos métodos de proteção aos metais e novas ligas com uma maior resistência à corrosão foram criadas. Uma das ligas criadas para resolver este problema foi o aço inoxidável [1].

Aços inoxidáveis são ligas de aço que contém em sua composição ferro (Fe), carbono (C) e cromo (Cr), sendo que o teor do cromo é acima de 10,5%. Outros elementos químicos também podem ser adicionados com o intuito de melhorar uma determinada propriedade. Possuem boa resistência à corrosão, soldabilidade e propriedades mecânicas e, devido a esse fato, são amplamente utilizados em muitas aplicações de engenharia [1] [2].

Em 2021, a produção mundial de aço inoxidável aumentou 14,5% com relação ao ano de 2020, atingindo 58,3 milhões de toneladas. Esse aumento expressivo representa uma recuperação da produção, que teve queda de 2,5% no ano de 2020 em relação ao ano de 2019 por conta da pandemia de Covid-19 [3].

Essa categoria de aço ainda pode ser dividida em cinco categorias, de acordo com a microestrutura formada a temperatura ambiente, que são: martensíticos, ferríticos, austeníticos, ferrítico-austeníticos (Duplex) e endurecidos por precipitação [1].

Dentre as categorias citadas, os austeníticos são os mais produzidos e utilizados mundialmente, correspondendo a cerca de 2/3 da produção mundial de aços inoxidáveis. A escolha desse tipo de aço inoxidável se deve, principalmente, a sua boa resistência à corrosão e oxidação, soldabilidade e resistência mecânica à quente. Eles também possuem alta tenacidade (inclusive em baixas temperaturas), boa relação entre resistência e ductilidade e resistência à fluência em altas temperaturas. Essas propriedades fazem com que sejam muito utilizados em componentes industriais de alta responsabilidade [4].

Outra classificação que pode ser feita dentro da classe dos aços inoxidáveis austeníticos é de acordo com o efeito que a deformação à frio tem sobre esse aço. Sendo assim, a classe pode, então, ser dividida em: austeníticos estáveis e austeníticos metaestáveis. Os austeníticos estáveis são conhecidos por manterem a estrutura austenítica mesmo após a aplicação de uma acentuada deformação à frio. Já os austeníticos metaestáveis são aqueles onde ocorre a transformação da estrutura austenítica para martensítica quando estão sujeitos à deformação à frio em temperaturas abaixo da temperatura máxima de formação de martensita [1].

Dentre os tipos de aços inoxidáveis, outro muito utilizado é o martensítico, que possui diversas aplicações, como por exemplo em cutelaria, instrumentos cirúrgicos, ferramentas de corte, palhetas de turbinas, dentre outros. Esses aços são ligas com teor de carbono que varia de 0,1% até 1,1% e o teor de cromo varia de 11% a 18%. Na condição recozida, os aços martensíticos possuem uma matriz ferrítica, sendo necessários tratamentos de têmpera para a obtenção da matriz martensítica e depois revenimento para melhoria da ductilidade e tenacidade. São muito utilizados quando a aplicação necessita de boa resistência à corrosão, elevada dureza e resistência ao desgaste [5] [6].

O presente trabalho realizou análises em dois aços inoxidáveis distintos. Em um primeiro momento, o foco do estudo foi o aço inoxidável austenítico metaestável 304L e, em um segundo momento, o foco foi os aços inoxidáveis martensíticos AISI 420A e AISI 420D.

O aço AISI 304L é metaestável e pode sofrer transformação de fase induzida por deformação, conhecida por efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) [7]. É considerado um aço TRIP de alta liga e contém elementos como o Cromo e Níquel em porcentagens elevadas, que são responsáveis por aumentar a resistência à corrosão atmosférica [4]. Apresenta uma boa combinação de propriedades, porém, no estado recozido, o limite de escoamento é baixo (entre 190 e 350 MPa) e não é possível aumentar seu valor utilizando tratamento térmico. Quando trabalhado à frio, exhibe um encruamento acelerado, devido à formação da martensita- α' e um grande aumento da resistência à ductilidade, devido ao prolongamento do tempo de início do fenômeno de estrição. [8]

Quando recozido e em temperatura ambiente, sua microestrutura apresenta 100% de austenita, com estrutura cristalina CFC, que é estabilizada pelo níquel. Pequenas quantidades de ferrita- δ podem ser encontradas no material e são resíduos do processo de solidificação [4].

Já os aços inoxidáveis martensíticos do tipo 420 tem como principal característica a precipitação de carbonetos de Cromo na sua matriz ferrítica. Por isso, é necessária a realização de austenitização em altas temperaturas para que esses carbonetos sejam dissolvidos, o que irá aumentar a resistência mecânica e à corrosão desses aços [6].

Devido a todas as características citadas, nota-se que os aços AISI 304L, AISI 420A e AISI 420D possuem uma grande aplicabilidade em diversos segmentos, logo, seu estudo é de suma importância. O estudo do aço inoxidável 304L tem como objetivo obter as principais características microestruturais deste aço no estado como recebido e após ter sofrido deformação cíclica e realizar uma posterior comparação das mudanças microestruturais que o material sofreu após ser deformado. Vale ressaltar que a amostra deformada possui um entalhe, o que possibilita a investigação dos efeitos de concentradores de tensão na transformação martensítica deste aço. Existem diversos estudos envolvendo a transformação martensítica nos aços inoxidáveis austeníticos, mas a maior parte deles envolve carregamento monotônico [2] [9] [10]. Como esses materiais, na prática, são submetidos a diferentes tipos de carregamentos, além da possibilidade da existência de concentradores de tensão na geometria da peça, esse estudo se torna importante para analisar os efeitos do carregamento cíclico nesse tipo de material.

Já o estudo dos aços AISI 420A e AISI 420D tem como objetivo observar o comportamento das propriedades mecânicas e de corrosão após tratamentos térmicos em diferentes condições e, com isso, verificar qual será o melhor tratamento para ser aplicado nesses aços. A escolha pela utilização de diferentes parâmetros de tratamento térmico ocorreu devido ao fato de que as propriedades mecânicas e de corrosão desses aços são fortemente influenciadas pelas condições em que os tratamentos térmicos são realizados, sendo os efeitos da temperatura e tempo de austenitização na resistência à corrosão bastante controversos na literatura [5] [11].

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Com relação ao aço inoxidável austenítico AISI 304L, o principal objetivo é caracterizar sua microestrutura no estado como recebido e após sofrer deformação cíclica por fadiga de baixo ciclo, quando há presença de um concentrador de tensão na superfície. Já com relação ao aço inoxidável martensítico, o objetivo principal é analisar a influência de diferentes condições de realização de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas e de corrosão dos aços AISI 420A e 420D.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Aço inoxidável austenítico:

- Analisar os mapas de orientação do material utilizando a técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV);
- Com os mapas de orientação, obter as características dos contornos de grão e sua misorientação, bem como a distribuição das fases;
- Comparar os resultados obtidos para a amostra como recebida e deformada.

Aços inoxidáveis martensíticos:

- Obter os valores de dureza dos aços antes e após os tratamentos térmicos;
- Obter as curvas de polarização dos aços antes e após os tratamentos térmicos;
- Analisar se ocorre endurecimento secundário após o tratamento de revenimento;
- Identificar a presença de carbonetos na matriz e se ocorre a dissolução de precipitados;
- Realizar a distribuição de Cr por EDS após o processo de corrosão;
- Comparar o comportamento mecânico e de resistência à corrosão e, dessa forma, verificar qual é o melhor tratamento para cada aço.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

No presente capítulo, será apresentado um breve resumo sobre os aços inoxidáveis, com foco nos tipos austeníticos e martensíticos.

3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

Um aço inoxidável (AI) é aquele que possui em sua composição ferro, carbono e cromo, sendo que este último possui um teor acima de 12%. Outros elementos de liga também podem estar presentes na composição deste aço, tais quais o níquel e molibdênio, porém, sua adição irá depender dos seguintes fatores: processo de fabricação, propriedades e aplicação. A adição do cromo como elemento de liga é responsável pelo aumento da resistência à oxidação e à corrosão do aço. Essas propriedades, juntamente com suas altas tenacidade e resistência mecânica, fizeram com que os aços inoxidáveis ganhassem maior destaque nas pesquisas no ramo da metalurgia [12].

A elevada resistência à corrosão deste tipo de aço se deve à formação de uma camada de óxidos mistos (de ferro, cromo e outros elementos de liga). A formação, ou não, desta camada, sua impermeabilidade e sua taxa de dissolução no meio corrosivo, irão controlar a resistência do material à corrosão [1].

A espessura dessa camada, bem como o teor de cromo nela contida, aumenta à medida que se melhora o polimento superficial. Dessa maneira, quanto melhor for o polimento superficial, melhor será a resistência à corrosão do aço [12].

A Figura 1 mostra a importância do cromo como elemento de proteção à corrosão. A partir da análise do gráfico, nota-se que à medida que o teor de cromo no aço aumenta, o mesmo passa de uma condição de grande corrosibilidade para a condição de ser praticamente indestrutível pela corrosão [12].

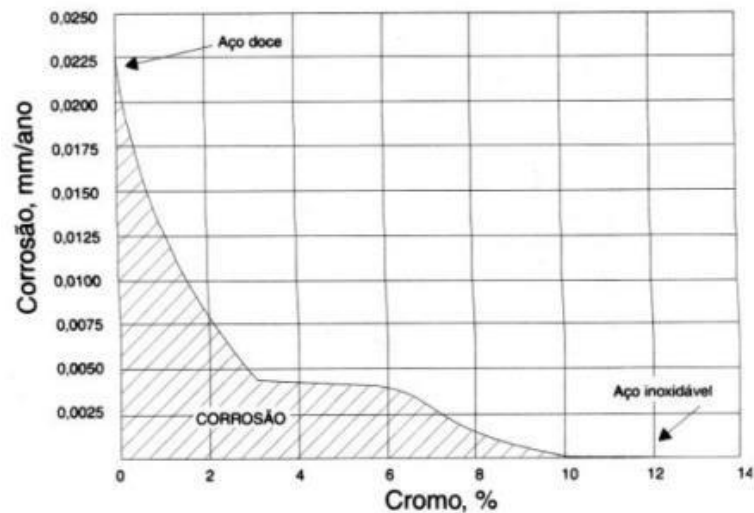


Figura 1: Gráfico ilustrando a passividade dos aços-cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial [12].

Quando o aço se encontra sob altas temperaturas, se comporta da mesma maneira, ou seja, à medida que aumenta o teor de cromo, sua resistência à oxidação também aumenta. Porém, o efeito mais positivo do cromo só ocorre quando seu teor se encontra acima de 20%, conforme pode ser observado na Figura 2 [12].

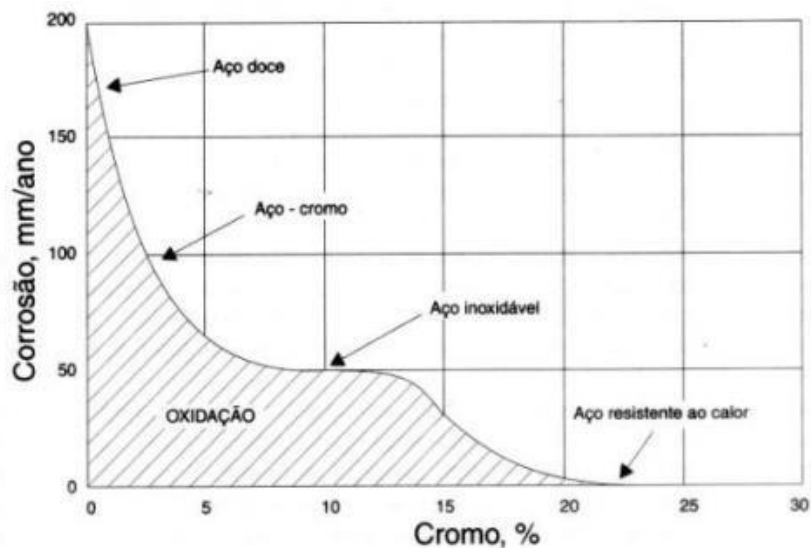


Figura 2: Gráfico ilustrando o efeito do cromo na resistência dos aços à oxidação a altas temperaturas. A curva mostra a penetração da oxidação em cubos de 1/2", aquecidos durante 48 horas a 1000°C [12].

As composições mais comuns do aço inoxidável (12% Cr, 18% Cr + 8% Ni) foram desenvolvidas no início do século XX e, desde então, novas composições vêm sendo estudadas

e desenvolvidas em conjunto com os efeitos de diversos elementos de liga e elementos residuais como o carbono, nitrogênio, molibdênio, dentre outros [1].

A Figura 3 mostra um gráfico do consumo aparente de aço inoxidável no Brasil. A partir dele, nota-se que até o ano de 2014 houve um crescente consumo de aço inoxidável, porém no ano de 2015 houve uma grande queda, seguida de uma retomada de consumo. O grande aumento de consumo do ano de 2020 para 2021 pode ser explicado devido a retomada de consumo devido a pandemia de Covid-19 que acometeu o mundo no ano de 2020.

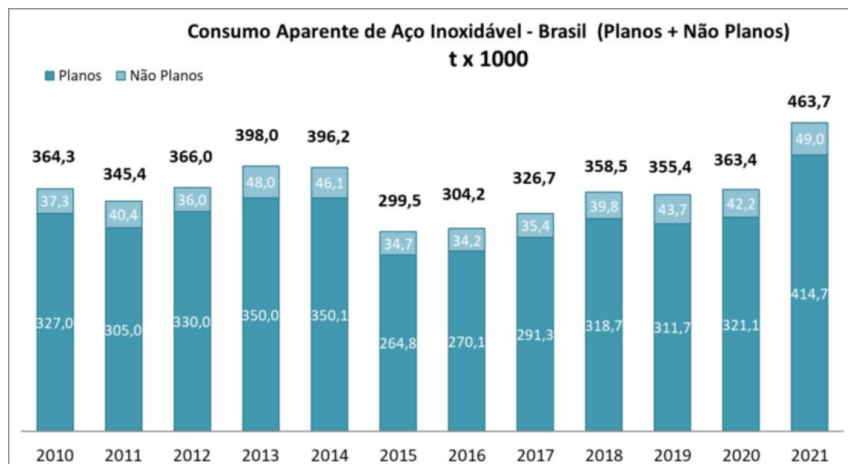


Figura 3: Gráfico mostrando o consumo brasileiro de aço inoxidável [13].

A Figura 4 mostra a produção de aço inoxidável no país. Nota-se que a produção foi diminuindo a partir do ano de 2016, sendo o ano de 2020 o de menor produção, novamente explicada pelo surgimento da pandemia de Covid-19. No ano de 2021, devido a retomada das atividades econômicas, a produção de aço inoxidável retomou aos patamares dos anos anteriores à pandemia.

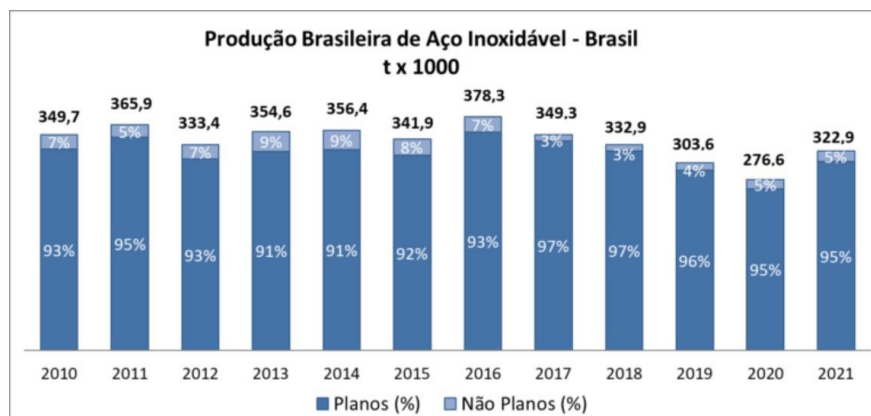


Figura 4: Gráfico mostrando a produção brasileira de aço inoxidável [13].

3.1.1 Classificação dos aços inoxidáveis

Para fins de classificação, os aços inoxidáveis (AI) são divididos em cinco classes, a saber: martensíticos, ferríticos, austeníticos, ferrítico-austeníticos (duplex) e endurecidos por precipitação [1].

Os do tipo martensítico são ligas ferro-cromo, cujo teor de Cr varia de 11 a 18%, com teor de carbono acima de 0,1% em massa, para garantir que a microestrutura seja martensítica. Suas composições interceptam o campo austenítico no diagrama de fases, sendo, portanto, endurecíveis por tratamento térmico de têmpera. Sua estrutura é tetragonal e são necessários em projetos que requerem boa resistência à tração, fluência e resistência à fadiga combinadas com a resistência à corrosão. Nessa família estão os aços: (AISI) 403, 410, 414, 416, 420, 431, 440A, B e C, 501 [1]. As principais propriedades mecânicas de alguns AI's martensíticos recozido são mostradas na Tabela 1. Já a Tabela 2 mostra a composição de alguns tipos de AI's martensíticos.

Tabela 1: Propriedades mecânicas de aços inoxidáveis martensíticos recozidos [1].

AISI	Limite de escoamento à	Limite de resistência	Alongamento a 50 mm
	0,2% (MPa)	(MPa)	(%)
410	285	530	25
416	280	530	30
420	350	670	25

Tabela 2: Algumas composições químicas de aços martensíticos [1].

AISI	%C	%Cr	%Ni
410	0,10	12,5	-
420	0,20	13,0	-
440C	1,10	17,5	0,75 (máx)

Os aços inoxidáveis martensíticos ainda podem ser classificados de acordo com seu teor de carbono, que são: baixo carbono (ou tipo turbina), médio carbono (ou tipo cutelaria) e alto carbono (ou tipo resistente ao desgaste). Este tipo de aço é utilizado na fabricação de: lâminas, forjadas ou usinadas, de turbinas e compressores, componentes para a indústria petroquímica, cutelaria, instrumentos cirúrgicos e odontológicos, eixos de bombas, molas, parafusos e porcas [12].

Os ferríticos são ligas de ferro-cromo essencialmente ferríticas em todas as temperaturas, com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). Os teores de cromo podem ser superiores a 25% e os de carbono são no máximo 0,20%, o que elimina totalmente a faixa austenítica. Devido a isso, eles não endurecem por tratamento térmico de têmpera. Os principais são: (AISI) 405, 409, 430, 430F, 446, 502 [1]. Os aços deste tipo costumam ser utilizados em: tubos de radiadores, caldeiras, exaustores de automóveis, peças de fornos e câmaras de combustão [12]. A Tabela 3 apresenta a composição química de alguns AIs ferríticos.

Tabela 3: Composição química (% em peso) de alguns aços inoxidáveis ferríticos [12].

AISI	%C	%Cr	%Mn	%Si	%P	Outros
409	0,08 (máx.)	10,5-11,8	1,00 (máx.)	1,00 (máx.)	0,045 (máx.)	0,75 Ti (máx.)
430	0,12 (máx.)	16-18	1,25 (máx.)	1,00 (máx.)	0,06 (máx.)	0,6 Mo (máx.)
446	0,20 (máx.)	23-27	1,50 (máx.)	1,00 (máx.)	0,04 (máx.)	0,75 Ni (máx.)

Os ferrítico-austeníticos (duplex) são aqueles que possuem austenita e ferrita em sua microestrutura em proporções praticamente idênticas. Isso é possível utilizando composições balanceadas de ferro, cromo (18-27%), níquel (4-7%), molibdênio (1-4%) e outros elementos. Fazem parte dessa família os aços: (AISI) 329, UNS S32304 e S31803. Possuem teores de níquel menores e propriedades mecânicas e de corrosão iguais ou superiores quando comparados aos aços austeníticos [1]. Devido ao fato de possuir propriedades superiores à dos outros aços inoxidáveis, esses aços são amplamente utilizados na indústria de processamento químico, na indústria de geração de energia e na indústria de extração de petróleo e gás [12].

Os endurecidos por precipitação são ligas de ferro, cromo (12-17%), níquel (4-8%), molibdênio (0-2%) que contém adições que permitem o endurecimento da martensita de baixo carbono pela precipitação de compostos intermetálicos (alumínio, cobre, titânio e/ou nióbio) [1]. Suas propriedades mecânicas podem ser melhoradas utilizando o tratamento de envelhecimento. Os aços inoxidáveis endurecidos por precipitação ainda são divididos em três classes de acordo com a estrutura no estado solubilizado e do estado resultante após o tratamento de envelhecimento, são elas: martensíticos, semi-austeníticos e austeníticos. Costumam ser utilizados no campo militar, na indústria em geral e indústria aeronáutica [12].

Por fim, os do tipo austeníticos são ligas de ferro, cromo e níquel que não endurecem por tratamento térmico de têmpera e são predominantemente austeníticas após tratamento térmico comercial. Incluem-se nesta classe os aços: (AISI) 301, 302, 304, 304L, 308, 310, 316, 316L, 317, 321, 347. Por questões de economia de custo, também são encontrados aços

inoxidáveis austeníticos onde parte do níquel é substituído por manganês ou nitrogênio, que são elementos estabilizadores da austenita. Exemplos desse tipo de aço são os (AISI) 201 e 202. Aços deste tipo costumam ser utilizados em: utensílios domésticos, equipamentos para a indústria petroquímica, naval, de fabricação de alimentos e transportes, peças de fornos, recipientes criogênicos, eletrodos de solda, vasos de pressão [1].

Por possuírem excelentes propriedades mecânicas e resistência à corrosão, os aços inoxidáveis são amplamente utilizados na indústria. Como o foco do presente trabalho está nos aços inoxidáveis austeníticos e martensíticos, estes serão abordados com maiores detalhes nos tópicos a seguir.

3.2 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO

Aços inoxidáveis austeníticos possuem em sua composição cromo, com teores que podem variar entre 16-25%, mais níquel, manganês ou nitrogênio, que são adicionados para que se tornem austeníticos a temperatura ambiente. Sua ampla utilização é decorrente de suas excelentes propriedades [14], já citadas anteriormente.

A matriz austenítica, responsável por determinar as propriedades destes materiais, junto com as numerosas fases, tais quais a ferrita delta, carbonetos, fases intermetálicas, nitretos, sulfetos, boretos e martensitas induzidas por deformação podem estar presentes na microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos. A quantidade, tamanho, distribuição e forma destas fases têm grande influência nas propriedades do material [14].

Sua estrutura cristalina é cúbica de face centrada (CFC), são essencialmente paramagnéticos (não magnéticos) na condição recozida e podem ser endurecidos, principalmente por deformação à frio. [15]

A estrutura CFC da austenita é estabilizada à temperatura ambiente pela adição do níquel e outros elementos estabilizadores da austenita, como o manganês. A estrutura austenítica torna esse aço interessante para aplicações criogênicas (por não sofrerem transição dúctil-frágil) e para aplicações à temperatura elevada em função da resistência ao amolecimento e resistência a deformação à quente [1].

No estado recozido, os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) tradicionais apresentam limite de escoamento na faixa de 200 a 250 MPa, quando submetidos a ensaios de tração em temperatura ambiente, o limite de resistência é na faixa de 450 a 750 MPa, com alongamento total na faixa de 35 a 45%. Estes valores estão relacionados com sua boa ductilidade e tenacidade, o que permite numerosas operações de conformação mecânica à frio [14].

A microestrutura desses aços depende da distribuição dos elementos de liga que compõem as ligas de Fe-Cr-Ni durante o processo de solidificação e é o que classifica sua microestrutura [14].

A série 300 é a classe de AIA's mais conhecida. Pode conter até 35% de cromo, de 16 a 26% de níquel e até 2% de manganês. Com o alto preço do níquel, e a fim de minimizar custos na produção, parte dele pode ser substituída por outros elementos estabilizadores da austenita, como manganês ou nitrogênio, formando outro sistema na família dos AIA's, o da série 200. Esta classificação é característica por conter teor de nitrogênio mais alto que a série 300, 4 a 15% de manganês e até 7% de níquel em massa [15].

A Tabela 4 mostra a composição química e especificação de alguns aços inoxidáveis austeníticos, classificados de acordo com a *American Iron and Steel Institute (AISI)*.

Tabela 4: Especificação e composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (Adaptado de [15]).

Composição Química Nominal, % em peso						
AISI	C	Cr	Ni	Mn	Si	Outros
201	0,15	16,00-18,00	3,50-5,50	5,50-7,50	1,00	N=0,25
202	0,15	17,00-19,00	4,00-6,00	10,00	1,00	N=0,25
301	0,15	16,00-18,00	6,00-8,00	2,00	1,00	----
302	0,15	17,00-19,00	8,00-10,00	2,00	1,00	----
303	0,15	17,00-19,00	8,00-10,00	2,00	1,00	----
304	0,08	18,00-20,00	8,00-10,50	2,00	1,00	----
304L	0,03	18,00-20,00	8,00-12,00	2,00	1,00	----
308	0,08	19,00-21,00	10,00-12,00	2,00	1,00	----
310	0,25	24,00-26,00	19,00-22,00	2,00	1,50	----
316	0,08	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00	1,00	Mo=2,00-3,00
316L	0,03	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00	1,00	Mo=2,00-3,00
317	0,08	18,00-20,00	11,00-15,00	2,00	1,00	Mo=3,00-4,00
321	0,08	17,00-19,00	9,00-12,00	2,00	1,00	Ti=5 x C(mín)
347	0,08	17,00-19,00	9,00-13,00	2,00	1,00	Nb=10 x C(mín)

Quando estão no estado encruado, estes aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis apresentam um fenômeno interessante: o aumento de dureza que eles adquirem é significativamente superior ao que seria encontrado em outros aços mediante a mesma deformação. Essa dureza superior pode ser atribuída à instabilidade da austenita, que sob efeito

das tensões de encruamento, transforma-se parcialmente e sucessivamente em ferrita, que é supersaturada de carbono, nas mesmas condições que uma martensita, o que contribui para o endurecimento exponencial do aço. À medida que o teor de níquel aumenta, o efeito do encruamento tende a ser menor, visto que ele é um elemento estabilizador da austenita [12].

Sendo assim, a deformação à frio faz com que a resistência mecânica deste tipo de aço aumente, apresentando limite de escoamento e resistência acima de 1000 MPa e alongamento entre 10 e 15%. O alto encruamento dos AIA's é devido, principalmente, às suas baixas energias de defeito de empilhamento. A formação de martensita induzida por deformação também apresenta um papel importante nesse aumento de resistência [14].

Outra maneira de melhorar as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos é a adição de nitrogênio em teores de até 0,4%, o que pode elevar o limite de escoamento à temperatura ambiente para valores acima de 500 MPa, mantendo a ductilidade do material elevada [14].

Sua grande capacidade de encruamento, junto com sua alta plasticidade, permite que esses aços sejam utilizados na fabricação de peças ou componentes metálicos onde é necessária a realização de deformação plástica relativamente severa ou que exibam certo nível de detalhes, como tanques, baixelas e pias [1].

A resistência à corrosão, em geral, aumenta com o teor de cromo e molibdênio, já a resistência à corrosão sob tensão é obtida com o aumento dos teores de molibdênio e níquel, enquanto a resistência mecânica pode ser aumentada por meio de adições de nitrogênio e carbono, por serem elementos que ocupam posições intersticiais na rede cristalina da austenita [1].

Um dos fenômenos indesejáveis nos AIA's é a corrosão intergranular (sensitização), devido à precipitação do carboneto de cromo. Esse fenômeno pode ser evitado adicionando titânio e nióbio (elementos estabilizadores do cromo), uma vez que estes elementos fixam o carbono na forma de carbonetos de titânio e nióbio [12].

Os aços inoxidáveis austeníticos também são classificados de acordo com o efeito da deformação à frio em: austeníticos estáveis e metaestáveis. Os estáveis são aqueles que mantêm a estrutura austenítica após acentuada deformação plástica à frio, já os metaestáveis são aqueles onde pode ocorrer a transformação da austenita em martensita quando sujeitos à deformação à frio [1].

A Figura 5 mostra a diferença de comportamento no endurecimento por precipitação entre estes tipos de aços inoxidáveis austeníticos. O austenítico estável apresenta uma curva que indica um comportamento crescente de endurecimento durante a aplicação de uma tensão

de deformação. Para o austenítico metaestável, é observado um maior endurecimento em relação ao primeiro a partir de, aproximadamente, 10% de deformação plástica. Isso ocorre devido à transformação parcial da austenita em martensita induzida por deformação [16].

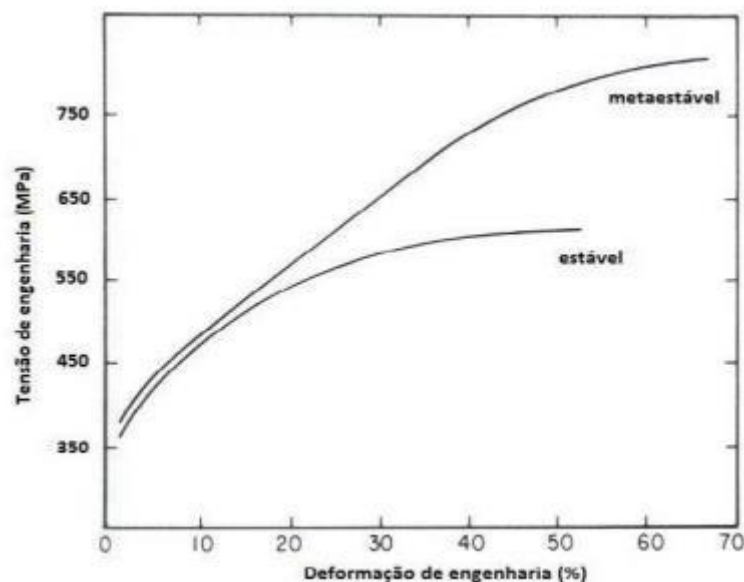


Figura 5: Curva tensão x deformação de aços austeníticos estáveis e metaestáveis (Adaptado de [16]).

Segundo Dan e colaboradores (2007), foi observada uma transformação gradual dessa austenita em martensita induzida por deformação, o que aumenta a resistência desses aços [17]. Nesses aços, dois tipos distintos de martensita podem ser formados: martensita ϵ , que é uma fase paramagnética, assim como a austenita, com estrutura hexagonal compacta (HC), e martensita α' , que é ferromagnética, com os mesmos parâmetros de rede cristalográficos da fase ferrita e estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) [18].

A susceptibilidade à transformação martensítica induzida por deformação em aços inoxidáveis austeníticos está relacionada com a energia de defeito de empilhamento, um parâmetro que é influenciado pela temperatura e composição química da austenita. A influência dos elementos de liga sobre a energia de defeito de empilhamento em aços austeníticos, tais quais níquel, manganês, molibdênio e cobre, que são utilizados para aumentar a energia de falha de empilhamento e o nitrogênio para diminuir a energia de falha de empilhamento, vem sendo estudada [18].

Um dos fatores responsáveis pelo bom estiramento de aços inoxidáveis austeníticos da classe AISI 304 é a transformação da austenita metaestável em martensita durante a deformação. A substituição parcial do níquel pelo cobre em aços deste tipo ocasiona um aumento na deformação necessária para se obter uma determinada fração de martensita,

resultando em um aumento do alongamento uniforme e, conseqüentemente, um melhor estiramento [19].

A interação entre plasticidade e transições de fase fornece um caminho para o desenvolvimento de materiais com combinações excepcionais de resistência e ductilidade, como a deformação dos aços inoxidáveis austeníticos, o que resulta na transformação para martensita induzida por deformação e no desenvolvimento de níveis de resistência acima de 2 GPa. Estes materiais têm muitas aplicações na arquitetura, plantas de processamento químico e componentes para ímãs de alto campo [20].

Os aços austeníticos são utilizados em várias aplicações devido sua alta conformabilidade e resistência à corrosão, uma excelente resistência mecânica, ductilidade e soldabilidade. Eles também possuem baixa resistência à deformação, mas a transformação de fase induzida por deformação pode introduzir uma fração volumétrica significativa de martensita, mais resistente que a austenita. Por isso, a melhoria das propriedades mecânicas pode ser conseguida utilizando o efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) [21].

O aço AISI 304L, utilizado no presente trabalho, é um aço inoxidável austenítico metaestável susceptível a transformação induzida por plasticidade (efeito TRIP) a uma baixa temperatura. Aços com efeito TRIP são baseados na transformação de austenita retida para martensita durante a deformação plástica, conforme dito anteriormente, e suas propriedades podem ser atribuídas ao fato de que a formação da martensita afeta o comportamento mecânico dos aços inoxidáveis, aumentando seu encruamento [22].

3.2.1 Martensita induzida por deformação

De forma geral, a transformação martensítica é uma transformação de fase adifusional, ou seja, ocorre sem difusão, onde os átomos se movimentam de forma coordenada e cooperativa por um mecanismo de cisalhamento que ocasiona um aumento substancial da densidade dos defeitos cristalinos, responsável por produzir uma microestrutura com alta resistência mecânica. Pode ocorrer em baixas temperaturas, até mesmo próximas ao zero absoluto, onde não ocorre difusão intersticial, devido ao fato da martensita não possuir uma reação termicamente ativada, ou seja, atérmica. Sua velocidade de reação é bastante elevada, ao contrário dos processos controlados por difusão, em que a fração transformada aumenta com o tempo e a velocidade da reação aumenta com a temperatura. Durante o resfriamento, a martensita começa a se formar a uma temperatura designada M_s (temperatura de início da

transformação) e a transformação se completa a uma temperatura M_f , ou seja, quando a condição $M_f < M_s$ é atingida [23].

Após a deformação à frio, cerca de 10% da energia utilizada na deformação é armazenada no material. Essa energia pode ser armazenada na forma de defeitos cristalinos, que nada mais são que os defeitos puntiformes, discordâncias ou defeitos de empilhamento. A densidade e distribuição destes defeitos, principalmente das discordâncias, que são as que mais contribuem na quantidade de energia armazenada, pode ocorrer de forma heterogênea [14].

Quando se trata dos aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis, pode ser associado ao processamento à frio do metal o fenômeno de transformação martensítica por deformação plástica, que é responsável pelo desenvolvimento da martensita α' , ferromagnética e com estrutura cúbica de corpo centrado, e da martensita ε , paramagnética e com estrutura hexagonal compacta [14].

A sequência de transformação obtida quando a deformação é aplicada é a seguinte: CFC \rightarrow HC \rightarrow CCC, que corresponde a austenita, martensita ε e martensita α' , respectivamente. Entretanto, a presença da fase intermediária é fortemente dependente da composição e do modo de deformação [20].

A energia de defeito de empilhamento da austenita junto com a função da temperatura e composição química, governam o mecanismo de deformação. Para maiores energias de defeito de empilhamento (acima de 20 mJ/m²), o modo de deformação é deslocado da martensita ε para a deformação por maclação e, então, para o escorregamento. Geralmente, a martensita ε é formada em baixos níveis de deformação (entre 5 e 10%) e em níveis mais elevados de deformação, a martensita α' aumenta em detrimento da martensita ε [24].

A transformação da austenita metaestável para martensita pode ser caracterizada por duas temperaturas diferentes, que são: M_s (temperatura de início da transformação martensítica no resfriamento), que corresponde ao aparecimento da martensita térmica e M_d (temperatura mais alta na qual a deformação induz a transformação martensítica), quando a formação da martensita é induzida por deformação plástica [25].

A aplicação de tensão na austenita metaestável em uma temperatura abaixo de M_s aumenta a quantidade de martensita, enquanto a deformação da austenita em temperaturas acima de M_s pode induzir a nucleação e o crescimento da martensita. A temperatura $M_d > M_s$ é normalmente definida como a temperatura mais alta na qual a aplicação de tensão na austenita induz a formação de martensita [26].

A Figura 6 mostra duas maneiras distintas da formação da martensita pela aplicação de tensão. A tensão crítica para que ocorra a nucleação da martensita (que aumenta com o aumento da temperatura) é representado por $\sigma_{A \rightarrow M}$ e o limite de escoamento da austenita (que diminui com o aumento da temperatura) é representado por σ_e^A . Já M_s é a temperatura em que se inicia a transformação da austenita em martensita na ausência de tensão, M_s^σ é a temperatura abaixo da qual o escoamento, sob uma tensão aplicada, é iniciado pela formação de martensita e acima da qual o escoamento é iniciado pelos processos usuais de escorregamento na fase mãe. Por fim, M_d é a maior temperatura em que se pode transformar austenita em martensita com auxílio da aplicação de tensão [27].

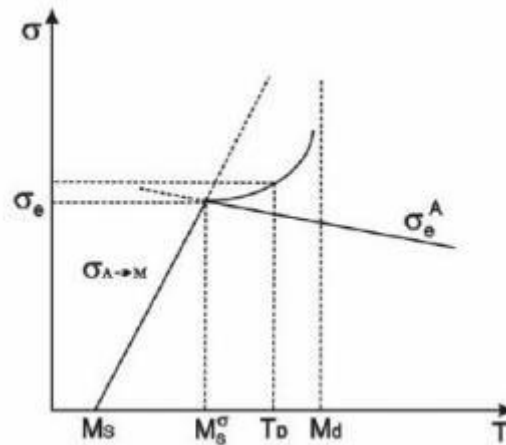


Figura 6: Representação esquemática da relação entre a martensita induzida por tensão e martensita induzida por deformação [27].

A fração volumétrica de martensita induzida por deformação é maior em ensaios de compressão quando comparado aos ensaios de tração em estágio inicial de deformação. Porém essa relação se inverte ao decorrer dos ensaios, quando é obtida uma maior deformação nos ensaios de tração [28].

Por meio de experimentos realizados em microscópio eletrônico, observou-se que o núcleo da martensita- ϵ é formado a partir do acúmulo de defeitos de empilhamento causados pela deformação, enquanto a martensita- α' nucleia a partir do empilhamento de discordâncias de regiões com defeito cristalino. A nucleação se inicia nos defeitos cristalinos cujas estruturas atômicas se apresentam mais próximas da martensita. Este mecanismo de nucleação é adequado aos AIAs metaestáveis de baixa energia de defeito de empilhamento (EDE) que apresentam a sequência de transformação $\gamma - \epsilon - \alpha'$. Não se sabe se este mecanismo pode ser aplicado aos

aços de elevada EDE, cujo produto da transformação induzida por deformação é apenas martensita- α' [29].

Já no estudo de Mangonon e Thomas (1970), foi comprovado que a sequência de transformações de fase em aços inoxidáveis 304 é $\gamma - \varepsilon - \alpha'$ e essa conclusão é baseada, principalmente, em duas evidências: a fase ε pode existir dentro da fase α' e ε é formada independentemente e antes da formação da fase α' . Ao se comparar com as fases γ e α' , a fase ε é termodinamicamente mais estável. A nucleação da fase α' foi observada principalmente nas interseções de duas bandas na fase ε ou onde há junção da fase ε com um contorno de grão ou macla, que representa regiões de compressão unilaterais [30].

A quantidade de fases obtidas na transformação martensítica em função da deformação em tração em um aço inoxidável austenítico é mostrada na Figura 7 [31].

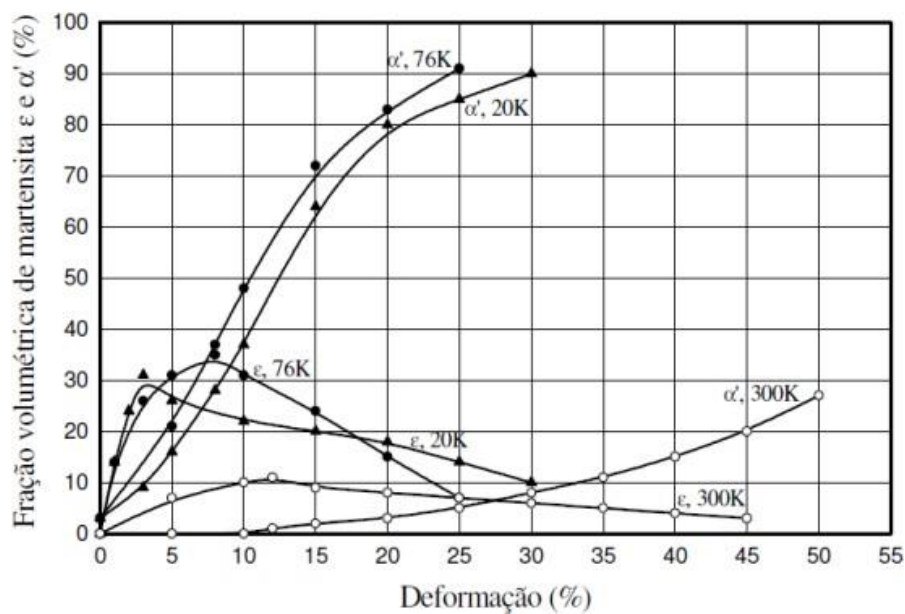


Figura 7: Fração volumétrica de ε e α' para o aço inoxidável 304L em função da deformação, em diferentes temperaturas (Adaptado de [31]).

Pela observação do gráfico da Figura 7, nota-se que para maiores frações volumétricas de martensita α' (em torno de 90%), menores temperaturas foram mais eficientes (20K e 76K) do que maiores temperaturas (300K), cuja fração volumétrica de α' ficou apenas próxima de 30%. Nesta mesma temperatura, a martensita ε também apresentou baixa fração volumétrica (em torno de 10%), já quando as temperaturas foram 20K e 76K, sua fração volumétrica sofreu um pequeno aumento, ficando na faixa de 30%.

A taxa de deformação tem um forte efeito na fração volumétrica de martensita, pois o aumento na temperatura devido ao trabalho de deformação diminui a taxa de formação da martensita. Em processos de conformação típicos, as taxas de deformação são altas e, além disso, pode ocorrer um grande aquecimento por deformação. Enquanto o calor de deformação suprime a transformação de fase em grandes taxas de deformações, é possível prevenir a influência do calor pela diminuição da taxa de deformação ou por resfriamento adequado [32].

Também foi observado que a fração volumétrica de martensita transformada é maior em taxas de deformação menores, como mostra a Figura 8, uma vez que nestas situações não existe o efeito da temperatura influenciando na transformação, já que o aquecimento não é tão alto. Para taxas de deformação maiores, a temperatura aumenta e inibe a transformação, o que ocasiona menores frações volumétricas de martensita [2].

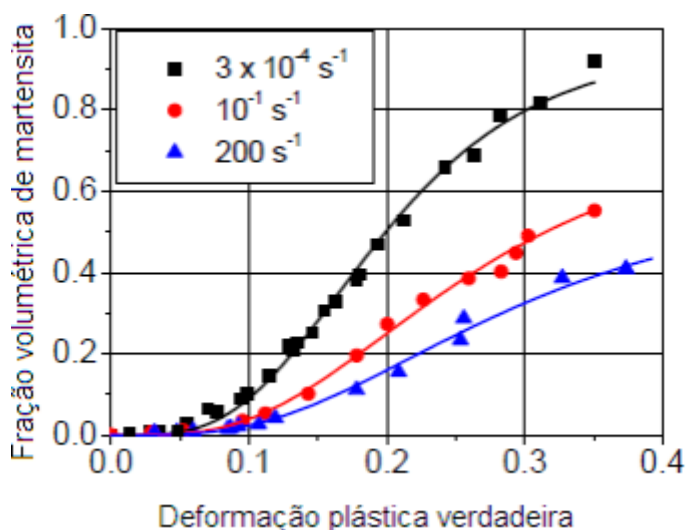


Figura 8: Fração volumétrica de martensita induzida por deformação α' em função da deformação plástica verdadeira do aço tracionado EN 1.4318-1 deformado em taxas de $3 \cdot 10^{-4}$, 10^{-1} e 200 s^{-1} em temperatura ambiente (Adaptado de [2]).

A transformação martensítica em aços inoxidáveis austeníticos é um assunto muito abordado em diversos estudos, principalmente quando se trata do estudo do efeito TRIP. Muitos desses estudos estão relacionados com carregamentos monotônicos e sua relação com a martensita formada, porém, na prática, esse material é aplicado em situações em que estão submetidos a diferentes tipos de esforços e, muitas das vezes, possuem algum concentrador de tensão. Devido a este fato, surge a necessidade do estudo da transformação martensítica em condições de carregamento cíclico, no caso do presente trabalho, fadiga de baixo ciclo, para poder relacionar este tipo de carregamento com o efeito TRIP [33].

Deformação cíclica a baixas temperaturas pode aumentar significativamente a resistência do aço inoxidável austenítico metaestável com diminuição aceitável em ductilidade e tenacidade. Investigações com base em ensaios de fadiga mostraram que a vida em fadiga depende fortemente da cinética da formação da martensita. Foi investigada a cinética de transformação de fase induzida por fadiga em um aço inoxidável austenítico 304L a baixas temperaturas e deformado ciclicamente em temperaturas de 103K e 203K e, com base no estudo, foi observado que a taxa de formação de martensita induzida por fadiga aumenta com a diminuição da temperatura. Este fato é esperado, uma vez que a diferença da entalpia livre de Gibbs entre a austenita e martensita α' aumenta em temperaturas mais baixas e a amplitude de tensão cíclica aumenta conforme a componente térmica do limite de escoamento aumenta, proporcionando, assim, força motriz adicional para a transformação de fase. A fração volumétrica máxima de martensita α' adquirida em ambas as temperaturas permanece praticamente a mesma, como pode ser observado na Figura 9 [34].

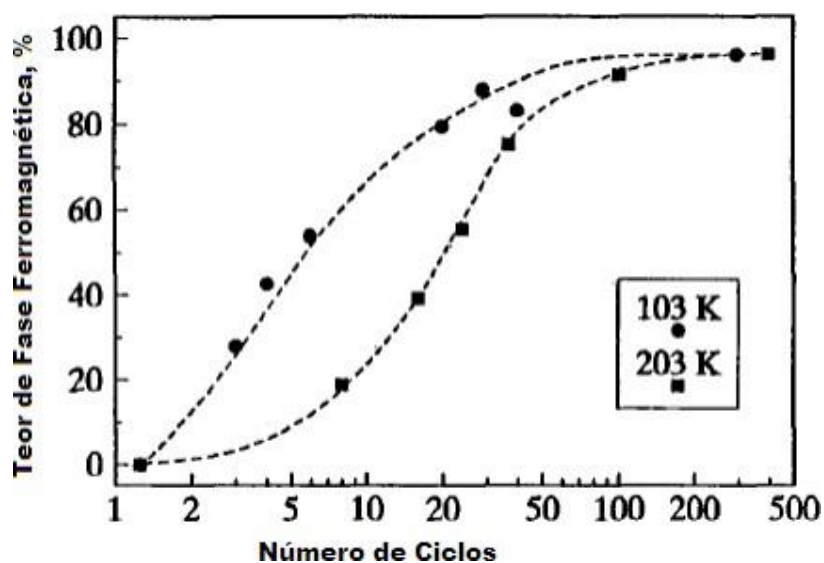


Figura 9: Fração volumétrica de fase ferromagnética como uma função do número de ciclos para amostras fadigadas a $\Delta\epsilon_{pl} = 2,5 \cdot 10^{-2}$ (deformação plástica) em temperaturas de 103K e 203K (Adaptado de [34]).

Recentemente, aços TRIP austeníticos, que estão associados com martensita ϵ , têm recebido muita atenção como potenciais materiais de amortecimento para edifícios devido a suas propriedades superiores de fadiga de baixo ciclo [35].

Deformação por tração provoca mais intensa formação de ambos, martensita ϵ e α' , do que a deformação por torção e compressão com a mesma deformação efetiva. Além disso, temperaturas mais baixas melhoram a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ [7].

Quando comparado ao carregamento de tração monotônico convencional, o carregamento e descarregamento de tração cíclica (*cyclic tensile loading and unloading* – CTLU) pode melhorar o encruamento e aumentar a fração de martensita induzida por deformação, aumentando, conseqüentemente, o efeito TRIP. Na Figura 10 é apresentada uma comparação entre curvas de tensão-deformação sob diferentes modos de tensão (carregamento de tração monotônica e carregamento e descarregamento de tração cíclica) [7].

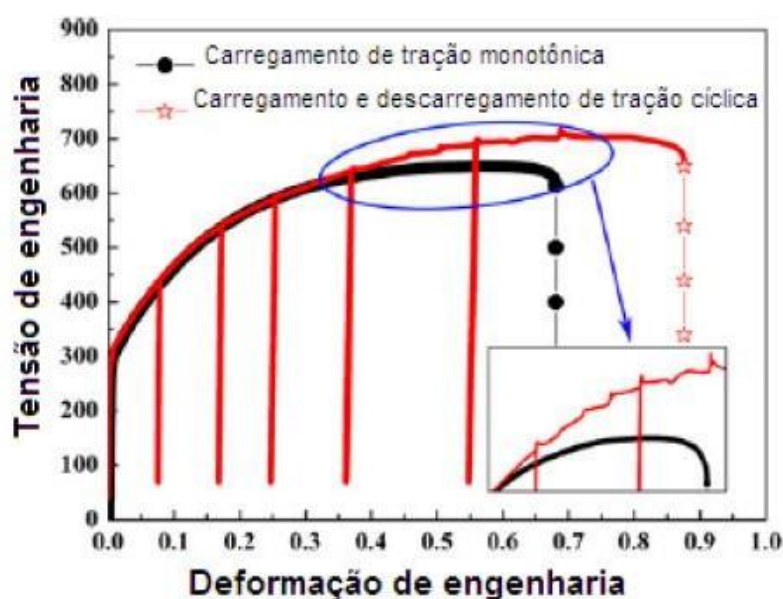


Figura 10: Comparação entre curvas de tensão-deformação sob diferentes modos de tensão (Adaptado de [7]).

O comportamento mecânico muda quando a deformação de engenharia supera 0,4 sob tensão CTLU. O processo de descarga tem uma pequena influência sobre a cinética de transformação martensítica em pequenas deformações, como por exemplo, 0,3 de deformação, enquanto a fração da fase martensítica mostra um aumento súbito nos pontos de descarga quando a deformação ultrapassa 0,4. O teor de martensita aumenta após cada descarregamento em grandes deformações. A fração martensítica pode aumentar significativamente em 10% através de uma tração cíclica de carregamento e descarregamento. Na Figura 11, é possível observar a porcentagem em volume da transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha'$ durante o carregamento e descarregamento, onde os símbolos ocos representam os teores de martensita em pontos de retenção de carga e os símbolos sólidos representam os teores de martensita nos pontos de descarregamento em cada deformação. Resultados experimentais revelaram que a transformação martensítica é estimulada pelo processo de descarregamento sob tensão CTLU,

que altera visivelmente a estrutura interna, que envolve a tensão interna e configuração das discordâncias [7].

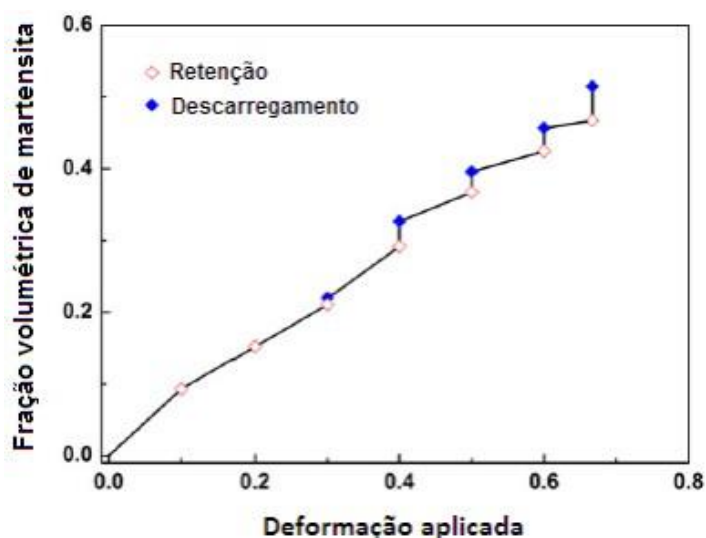


Figura 11: Porcentagem em volume da transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha'$ durante o carregamento e descarregamento (Adaptado de [7]).

3.3 AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO

Os aços inoxidáveis martensíticos são ligas Fe-Cr que contém teor de Cromo entre 10,5 e 18%, sendo o que possui o mais alto teor de carbono dentre os demais aços inoxidáveis, o que faz com que possam ser endurecidos por meio de tratamento térmico. Após temperados, são magnéticos e possuem estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC), com elevada dureza e baixa ductilidade [36].

Aços inoxidáveis martensíticos podem ser forjados e, em seguida, tratados termicamente por austenitização seguida de têmpera para formação de martensita. Podem ser utilizados em situações que necessitem de não apenas de boa resistência à corrosão, como também alta dureza e resistência ao desgaste. Essa abordagem de processamento é possível pelo balanço da quantidade de cromo entre aquele que é necessário para as propriedades de corrosão do aço inoxidável e a requerida para garantir a transformação completa em austenita dentro do seu ciclo de aquecimento. O campo da austenita do sistema ferro-cromo é expandido para carbono e nitrogênio, ambos elementos estabilizantes da austenita, conforme mostrado na Figura 12. Dessa forma, altos teores de carbono e nitrogênio tornam possível um alto teor de cromo nos aços inoxidáveis martensíticos [37].

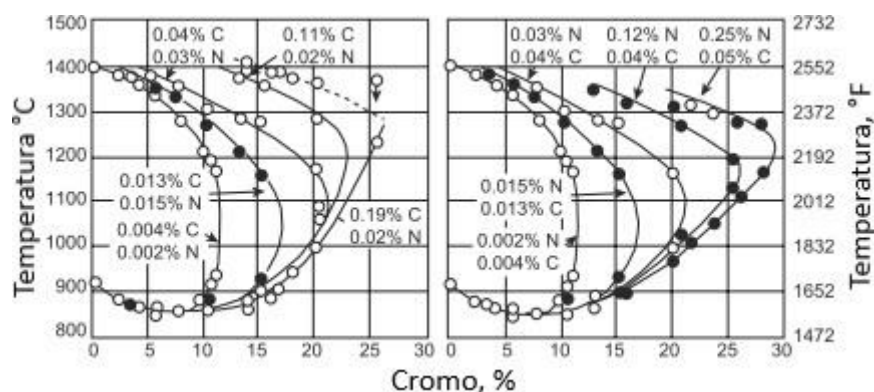


Figura 12: Efeitos do carbono e nitrogênio no campo da austenita em ligas ferro-cromo (Adaptado de [37]).

Alguns tipos de aços inoxidáveis martensíticos possuem baixos teores de carbono, o que faz com que sua máxima dureza seja aproximadamente 45 HRC. Os tipos 403 e 410 são comparáveis, exceto pelo fato de que o tipo 403 é uma classe de especial qualidade utilizada para algumas aplicações, como por exemplo pás de turbinas. Altas durezas, em torno de 60 HRC, são possíveis nos tipos 440, que possuem quantidades significativas de carbono. Uma maior quantidade de cromo é necessária nos aços inoxidáveis martensíticos de alto carbono para compensar o cromo associado em partículas de carboneto de cromo. Isso faz com que esses aços possuam boa temperabilidade e possam ser resfriados a ar ou óleo para o endurecimento [37].

O aço inoxidável martensítico mais conhecido e utilizado é o do tipo 420, que na condição recozida, é conformado ou trabalhado a frio. O recozimento à temperatura em torno de 760°C permite a combinação do Carbono e do Cromo, formando o carboneto de Cromo ($Cr_{23}C_6$) que precipita na matriz ferrítica. Cada precipitado de $Cr_{23}C_6$ possui em peso, aproximadamente 95% de Cr, o que torna a matriz empobrecida deste elemento em solução sólida. Esse fato faz com que o aço não tenha a quantidade mínima de Cr para torná-lo inoxidável, o que reduz sua resistência à corrosão na maioria dos meios. Em temperatura ambiente, a microestrutura desses aços é composta de uma matriz ferrítica com carbonetos tipo $M_{23}C_6$ [38].

O processo de endurecimento do aço inoxidável martensítico é feito por austenitização entre as temperaturas de 925 e 1065°C. A temperatura de austenitização selecionada depende do grau de solução do carboneto desejada e da necessidade de evitar a formação de ferrita delta por superaquecimento. Altas temperaturas de austenitização resultam em uma maior dissolução dos carbonetos e, conseqüentemente, uma melhor resistência à corrosão e resistência mecânica [39].

A microestrutura do aço martensítico AISI 420, um dos estudados no presente trabalho, na condição recozida é composta de ferrita e carbonetos dispersos. Dependendo da temperatura e do tempo de austenitização, a quantidade de carbonetos da matriz é variável. Após o tratamento de têmpera, a fase martensita é predominante na microestrutura, conforme mostra a Figura 13 [40]. No entanto, carbonetos ainda poderão estar presentes, especialmente para temperaturas de austenitização mais baixas [38] [41].

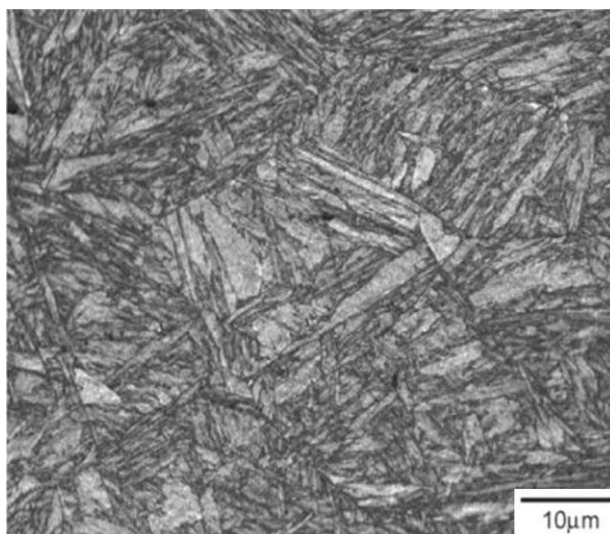


Figura 13: Microestrutura de um aço inoxidável martensítico temperado, apresentando a martensita em ripas [40].

Em aços martensíticos comuns, as duas principais morfologias da martensita são em ripas e em placas. A martensita em ripas, ou massiva, é formada em aços que apresentam baixos teores de carbono, até 0,6% em peso. Já a morfologia em placas, ou lenticular, o teor de carbono é superior 1%. Entre 0,6 e 1% C, é formada uma microestrutura mista [42].

3.3.1 Tratamentos térmicos em aços inoxidáveis martensíticos

Conforme comentado anteriormente, os aços inoxidáveis martensíticos possuem, inicialmente, microestrutura ferrítica com carbonetos dispersos e deve passar pelos tratamentos térmicos de austenitização e têmpera para que a estrutura martensítica seja formada. Durante a austenitização, o aquecimento deve ser feito em temperaturas que atinjam o campo da austenita para que ocorra a dissolução máxima dos carbonetos e outros elementos de liga. Após a têmpera, é realizado o revenimento para melhorar a tenacidade e ductilidade do material [43] [44].

A microestrutura final de um aço AISI 420 depende fortemente desses tratamentos térmicos que o material recebe e consiste, então, basicamente de martensita, carbonetos não dissolvidos ou reprecipitados e austenita retida. A fração volumétrica e tamanho das partículas de carbonetos presentes no aço bem como a quantidade de austenita retida desempenham um papel importante na dureza, resistência, tenacidade e resistência à corrosão do material [6].

A Figura 14 mostra as diferentes etapas de um ciclo de tratamento térmico de têmpera e revenimento para um aço AISI 420 para aplicação em cutelaria

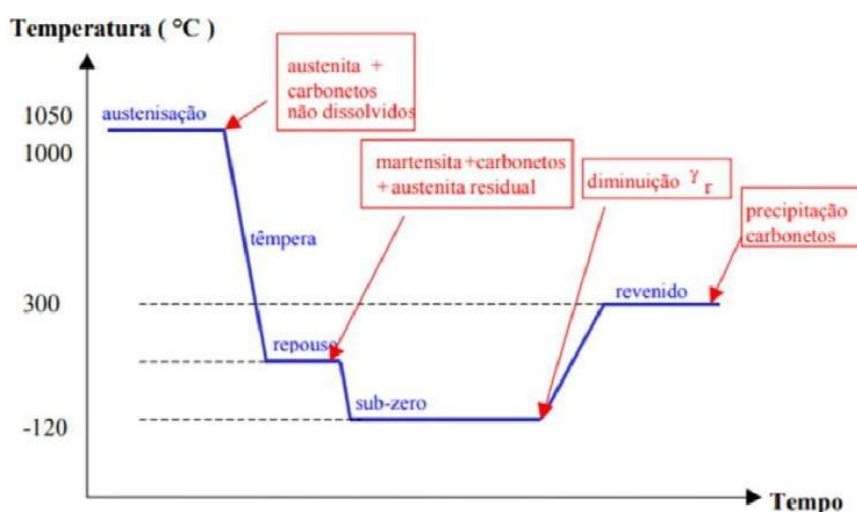


Figura 14: Diagrama típico de um ciclo de tratamento térmico de têmpera e revenimento para um aço AISI 420 aplicado em cutelaria (Adaptado de [44]).

Durante a têmpera, ocorre o resfriamento rápido, fazendo com que ocorra a transformação da austenita em martensita. Essa transformação irá depender da temperatura de início de transformação martensítica M_s e da temperatura final de transformação M_f . Este processo normalmente acontece em meios de resfriamento como água, ar forçado e óleo [45].

Em algumas situações, dependendo da composição química da liga, a temperatura M_f fica abaixo da temperatura ambiente, o que faz com que na microestrutura final ainda possa haver austenita retida, levando o material a apresentar valores de dureza abaixo do esperado. A máxima dureza é conseguida, então, efetuando o tratamento a baixas temperaturas (subzero) para que a transformação da austenita retida em martensita seja conseguida após o processo de têmpera [45].

O tratamento térmico de revenimento é realizado após a têmpera e consiste no aquecimento dos aços abaixo da temperatura crítica para realizar o alívio de tensões e melhorar a tenacidade e ductilidade do material. Durante o revenimento, ocorre a segregação do carbono

em defeitos de rede, a precipitação de carbonetos, decomposição da austenita retida e a recuperação e recristalização da estrutura martensítica. Esses fenômenos podem causar perdas das propriedades adquiridas durante o tratamento de têmpera [46].

3.3.2 Propriedades do aço inoxidável martensítico

3.3.2.1 Dureza

A dureza de um aço inoxidável martensítico geralmente aumenta com o aumento da temperatura de austenitização. Esse aumento da dureza também pode ser atribuído ao incremento dos teores de carbono e de cromo da martensita, causado pela dissolução dos carbonetos de cromo, levando a um aumento da supersaturação da rede de martensita [43] [47].

Outro fator que contribui para a variação da dureza de acordo com a temperatura de austenitização é a presença de austenita retida dentro da martensita em ripas, que normalmente aumenta com a temperatura e tempo de austenitização e possui um efeito prejudicial na dureza. Em geral, a dureza elevada ocorre devido a distribuição homogênea da martensita em ripas na microestrutura [5].

A Figura 15 mostra os resultados do estudo de Isfahany et al. sobre os efeitos da temperatura e tempo de austenitização na dureza de um aço inoxidável martensítico AISI 420. Neste caso, a dureza elevada pode ser relacionada, em geral, a distribuição homogênea da martensita em ripa na microestrutura. Já a variação dos valores de dureza encontrados, principalmente quando a austenitização foi realizada na temperatura de 1050°C no tempo de 120 minutos, pode ser atribuída ao aumento dos elementos de liga, como o carbono e o cromo, na austenita com o aumento da temperatura. Também é possível relacionar essa redução de dureza com a presença de austenita retida dentro da martensita em ripa, que geralmente aumenta com a temperatura e tempo de austenitização e possui um efeito prejudicial na dureza [5]. Outro fenômeno que reduz a dureza no aço inoxidável martensítico é o aumento do tamanho de grão austenítico, que ocorre devido ao aumento da temperatura de austenitização e da dissolução dos carbonetos [6].

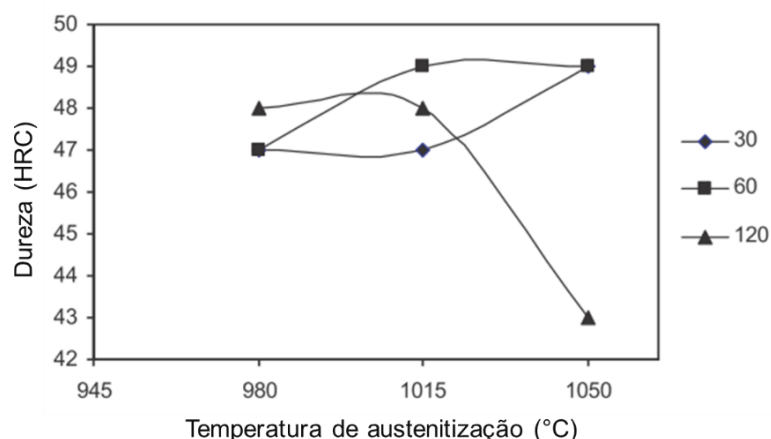


Figura 15: Efeito da temperatura e tempo de austenitização na dureza de um aço inoxidável AISI 420 (Adaptado de [5]).

Ainda no estudo de Isfahany et al., após o tratamento de têmpera, foi realizado o revenimento para as amostras que passaram por austenitização na temperatura de 1050°C por 60 minutos e a Figura 16 mostra a variação da dureza de acordo com a temperatura de revenimento. É possível observar que entre as temperaturas de 200°C e 400°C a dureza apresentou pouca variação, porém, entre a faixa de temperatura de 500°C e 700°C, a dureza diminuiu. Essa diminuição da dureza pode ter ocorrido devido ao fato dos carbonetos M_7C_3 começarem a se tornar grosseiros, se transformando parcialmente em carbonetos $M_{23}C_6$ [5].

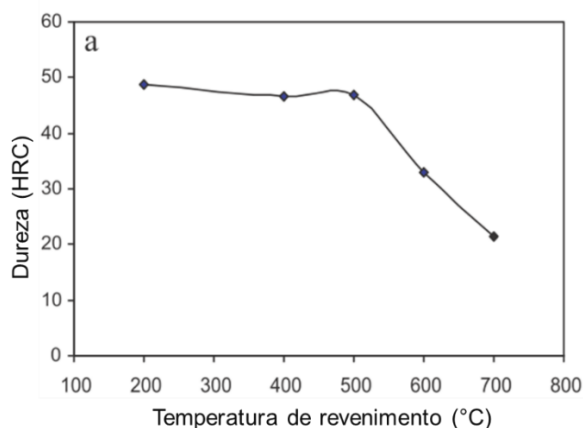


Figura 16: Dureza de um aço inoxidável martensítico AISI 420 após passar por revenimento em diferentes temperaturas (Adaptado de [5]).

3.3.2.2 Resistência à corrosão

A corrosão é um fenômeno muito comum em materiais metálicos e consiste na perda de material devido a efeitos químicos e eletroquímicos do meio sobre esse material. A corrosão pode ser classificada de duas maneiras como relação a sua manifestação, a saber: uniforme e

localizada. Quando ocorre a corrosão uniforme, muitas vezes também chamada de generalizada, há perda uniforme de material em toda sua superfície. Já a corrosão localizada acontece apenas em locais pontuais do material. Ainda sobre os tipos de corrosão que podem ocorrer, tem-se a classificação quanto a morfologia e quanto ao meio. A classificação quanto a morfologia ainda é dividida em: por pite, por frestas, intergranular e sob tensão. Já a classificação quanto ao meio é dividida em: química e eletroquímica [48].

Os aços inoxidáveis são particularmente mais resistentes à corrosão do que os aços carbono em geral. Essa característica é devido ao alto teor de Cromo, que deve ser de no mínimo 11%, presente na composição química desses aços. Esse valor é necessário para que seja alcançada a resistência à corrosão a partir da formação da camada protetora de óxido. No caso dos aços inoxidáveis martensíticos, em particular, a resistência à corrosão é também fortemente influenciada pela temperatura de austenitização e de revenimento. Isso ocorre, pois, essa propriedade é influenciada pela quantidade de carboneto que é dissolvido na matriz após o tratamento de austenitização e têmpera e pela precipitação dos carbonetos durante o revenimento [49].

O processo de austenitização pode levar a severas mudanças que acabam afetando o comportamento de corrosão dos aços inoxidáveis martensíticos. A dissolução dos carbonetos de cromo aumenta a quantidade de cromo e carbono dissolvidos. Por um lado, uma maior quantidade de cromo leva a uma camada passiva também rica deste componente, e, conseqüentemente, a uma melhor resistência à corrosão. Porém, a maior quantidade de carbono leva a uma distorção no reticulado, que pode gerar uma camada passiva mais defeituosa [11].

Como os aços inoxidáveis martensíticos são sempre utilizados na condição revenida, a corrosão localizada (por pitting e intergranular) é um grande problema de degradação. Isso ocorre por causa da precipitação de carbonetos ricos em Cromo, principalmente nos contornos de grão austeníticos e da martensita em ripa. A precipitação desses carbonetos resulta em uma depleção de Cromo na interface da matriz e do carboneto [50].

Na Figura 17 é observado o efeito da temperatura de austenitização na perda de massa por corrosão em um aço inoxidável AISI 420. No estudo, foi verificado que em uma maior temperatura de austenitização há uma tendência de perda na resistência à corrosão, porém, quando a temperatura é alterada de 1075°C para 1100°C, é observado o aumento na resistência à corrosão. Isso é um indicativo de que pode haver algum outro mecanismo controlando a resistência à corrosão e se sobrepõe ao aspecto benéfico da dissolução dos carbonetos na matriz. Este fato foi explicado pelos autores pelo aumento das tensões internas do reticulado da

martensita promovido pelo aumento da saturação de carbono quando a temperatura de austenitização é aumentada [51].

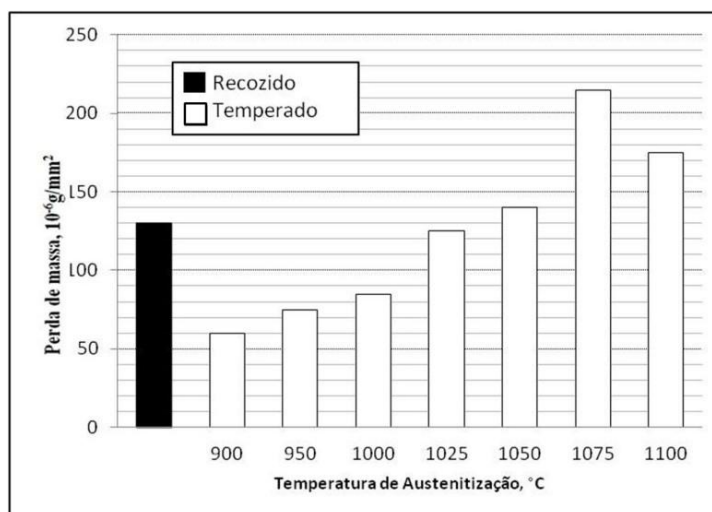


Figura 17: Efeito da temperatura de austenitização na perda de massa por corrosão em um aço inoxidável AISI 420 (Adaptado de [51]).

A densidade de corrente de corrosão pode ser correlacionada com a taxa de corrosão durante a corrosão geral em estado estacionário. Já a densidade de corrente de passivação fornece informações sobre a estabilidade da camada passiva. Com relação a temperatura de austenitização, é observado que a taxa de corrosão geral diminui com o aumento da temperatura de austenitização e isso ocorre, pois, uma maior quantidade de cromo é liberada na matriz, se tornando disponível para a formação da camada passiva [11].

Agora falando sobre a resistência à corrosão por pite, o potencial de pite diminui com o aumento da temperatura de austenitização e isso ocorre devido ao fato de que ocorre um aumento nas tensões internas do reticulado gerado pelo alto teor de carbono [11].

A corrosão por pite em aços inoxidáveis sensibilizados se tem mostrada dependente das interfaces de carbonetos e das regiões onde há empobrecimento de Cromo. Em geral, a nucleação do pite ocorre nas superfícies ativas de sítios e heterogeneidades, como por exemplo as inclusões, precipitados e regiões com a camada passiva mais fraca. O filme óxido superficial, formado sobre regiões empobrecidas de Cromo, que são regiões mais sensibilizadas, é mais fraco e não é estável, o que leva a um ataque de corrosão preferencial. Essa sensibilização aumenta a susceptibilidade de corrosão localizada devido a formação de carbonetos ricos em Cromo, que leva a um empobrecimento de Cromo na interface matriz/carboneto [50].

Os efeitos da austenitização na resistência à corrosão do aço inoxidável martensítico são bastante controversos, uma vez que esse processo leva a mudanças severas que podem afetar o

comportamento de corrosão do material. Candelaria et al. observou um aumento de perda de massa com o aumento da temperatura de austenitização nos aços AISI 420 [51]. Já Rosemann et al. observou um aumento do potencial de pite crítico com o aumento da temperatura de austenitização para esse mesmo material [52]. Por fim, Lu et al. investigou o comportamento de corrosão de um aço inoxidável martensítico com baixo teor de carbono e observou um elevado potencial de pite com o aumento da temperatura de austenitização [53]. Devido, então, a essas diferentes conclusões encontradas por diversos autores, o presente estudo se torna importante para contribuir com a literatura sobre os efeitos dos diferentes parâmetros de austenitização, têmpera e revenimento na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente capítulo, serão mostradas as propriedades dos materiais utilizados no estudo e as metodologias aplicadas para a realização dos experimentos propostos. Como o presente trabalho consiste no estudo do aço inoxidável austenítico e do martensítico, a metodologia utilizada será apresentada separadamente para cada aço.

4.1 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO

As etapas de realização dos experimentos conduzidos para o estudo do aço inoxidável austenítico 304L estão representadas na Figura 18.

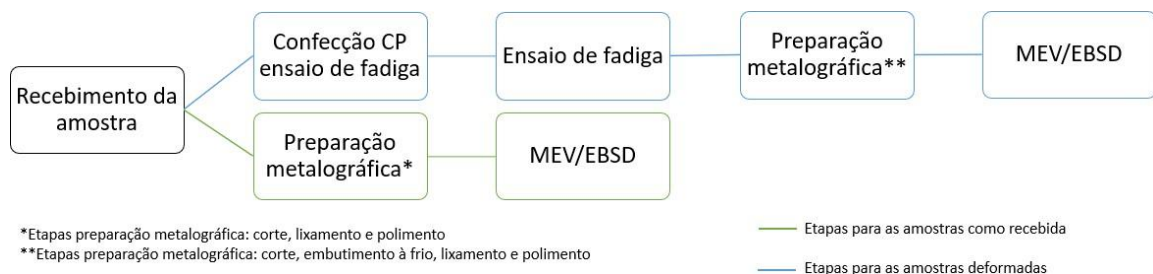


Figura 18: Etapas dos procedimentos experimentais utilizados para o aço inoxidável austenítico 304L.

4.1.1 Material

4.1.1.1 Amostra como recebida e amostra deformada

O presente trabalho tem como material de estudo o aço inoxidável austenítico 304L, que é uma liga de Cr-Ni. A amostra como recebida foi laminada em forma de chapas com espessura de 6 mm. Este aço foi produzido e doado para a realização do estudo pela empresa Aperam Inox América do Sul S/A. A composição química e as propriedades mecânicas deste material foram fornecidas pela empresa e estão apresentadas nas Tabelas 5 e 6, respectivamente.

Tabela 5: Composição química do aço inoxidável austenítico 304L.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al
Peso (%)	0,018	1,27	0,479	0,030	0,0015	18,36	8,02	0,026	0,003
Elemento	Cu	Co	V	Nb	Pb	B	Ti	Sn	W
Peso (%)	0,043	0,102	0,042	0,007	0,001	0,006	0,0018	0,0044	0,015

Fonte: Aperam Inox América do Sul S/A

Tabela 6: Propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico 304L.

Propriedades	Valores Iniciais	Valores mínimos	Valores máximos
Dureza (HV)	210	197	221
$\sigma_{e0,2\%}$ (MPa)	316	240	370
σ_{LRT} (MPa)	671	580	750
$e_t\%$	55	50	67

Fonte: Aperam Inox América do Sul S/A

O aço inoxidável austenítico 304L utilizado para os ensaios de fadiga também foi doado pela empresa Aperam Inox América do Sul S/A e possui as mesmas propriedades apresentadas nas Tabelas 5 e 6. As amostras foram fornecidas na forma de chapa laminada com 1 mm de espessura nominal, a partir da qual foi confeccionado o corpo de prova, cujas dimensões (em milímetros) estão apresentadas na Figura 19, para realização de ensaio de fadiga. Os ensaios de fadiga foram realizados em um estudo anterior.

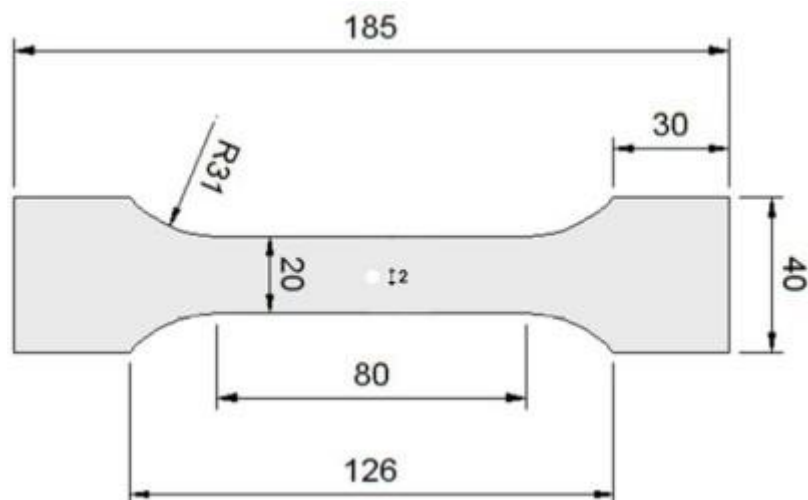


Figura 19: Modelo de corpo de prova utilizado no ensaio de fadiga [54].

4.1.2 Métodos

4.1.2.1 Ensaio de fadiga

Os ensaios de fadiga foram realizados utilizando a máquina servohidráulica Instron, modelo 8801, com capacidade de carga de 100 kN, localizada no Laboratório de Ensaio Mecânicos da EEIMVR. O objetivo desta etapa era obter uma deformação localizada na zona plástica, região próxima ao concentrador de tensão existente no corpo de prova. Foram determinados os valores de tensão local e nominal em função da deformação desejada. Como o corpo de prova sofre o fenômeno de endurecimento durante a realização do ensaio, as curvas tensão-deformação monotônicas não descrevem corretamente o comportamento do material. Dessa forma, após serem definidos os valores das tensões e deformações, o corpo de prova foi ensaiado no modo tração-tração, com mesmas frequências, em temperatura ambiente e cada tensão máxima foi solicitada para um determinado número de ciclos, conforme mostrado na Tabela 7. Maiores detalhes sobre a realização dos ensaios de fadiga estão apresentados em [54].

Tabela 7: Etapas do ensaio de fadiga (Adaptado de [54]).

Etapa	Tensão Local (MPa)	Tensão Nominal (MPa)	Deformação	Quantidade de ciclos	Frequência (Hz)
1	463	368	0,01	40	1
2	531	483	0,015	40	1
3	585	585	0,020	40	1
4	632	680	0,025	40	1

4.1.2.2 Preparação metalográfica das amostras

4.1.2.2.1 Amostra como recebida

A partir de um corpo de prova para ensaio de tração, foram cortadas amostras na região do comprimento útil do CP para a realização das análises das propriedades do material como recebido. O corte foi realizado no Laboratório de Caracterização Microestrutural, localizado na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR), utilizando a máquina de corte ISOMET, da fabricante Buehler. A velocidade de corte foi de 400 rpm e a carga aplicada de 250 gramas.

Após o corte, as amostras foram lixadas com lixa d'água de carbetto de silício de granulometria de 400, 500, 800, 1000, 1200, 2500 e 4000, utilizando uma lixadeira metalográfica sob refrigeração de água.

Após estarem devidamente lixadas, as amostras passaram pela etapa de polimento, para que fossem obtidas superfícies planas e sem arranhões. Esta etapa foi realizada em uma politriz com pano de polimento com pasta de diamante da marca Aka-Paste GP em duas etapas: a primeira utilizando pasta de 3 μ m e a segunda utilizando pasta de 1 μ m, ambas as etapas foram realizadas com o uso de lubrificante para polimento de ferrosos com diamante da marca Teclago. Em ambas as etapas o tempo de polimento foi de 30 minutos. O polimento final foi realizado com sílica coloidal durante 100 minutos.

Todas as etapas dos processos foram realizadas com cuidado e limpeza das amostras, a fim de retirar o excesso dos resíduos e para não ocorrer a contaminação da etapa seguinte.

4.1.2.2.2 Amostra deformada

Assim como a amostra como recebida, a amostra deformada também foi cortada na máquina de corte ISOMET, conforme descrito em 4.1.1.1, mas dessa vez a velocidade de corte foi de 100 rpm e com a mesma carga da amostra como recebida (250g).

Após o corte, a amostra foi embutida a frio com resina e catalisador da marca Teclago, com temperatura máxima de cura de 80°C durante aproximadamente 24 horas. A escolha pelo embutimento a frio ocorreu pelo fato de que se o embutimento fosse realizado a quente poderia inibir a transformação martensítica durante o processo por causa das temperaturas mais altas e isso poderia alterar o resultado obtido na amostra deformada.

Com o embutimento finalizado, foi realizada a preparação metalográfica da amostra. A etapa de lixamento foi realizada em uma lixadeira metalográfica sob refrigeração a água no Laboratório de Metalografia da EEIMVR, utilizando lixas de carbetos de silício nas granulometrias de 500, 800, 1200, 2500 e 4000.

Depois de lixada, a amostra foi polida na politriz automática da fabricante Buehler do Laboratório de Caracterização Microestrutural. A primeira etapa do polimento foi realizada com pano de polimento com pasta de diamante da marca Aka-Paste GP de 3 μ m, seguido pelo polimento com a pasta de diamante de 1 μ m, ambas as etapas foram realizadas com o uso de lubrificante para polimento de ferrosos com diamante da marca Teclago. O tempo de polimento utilizando pasta de diamante foi de 30 minutos. A etapa seguinte de polimento consistiu na utilização de sílica coloidal da marca Buehler durante 120 minutos. Todas as etapas do polimento foram realizadas com rotação de 250 rpm e força de 5 N. A Figura 20 representa a amostra após ter sido submetida a todos os processos descritos acima.

Todas as etapas dos processos descritos acima foram realizadas com cuidado e limpeza das amostras, a fim de retirar o excesso dos resíduos e para não ocorrer a contaminação da etapa seguinte.



Figura 20: Amostra deformada devidamente preparada para posterior análise.

4.1.2.3 Microscopia eletrônica de varredura/EBSD

4.1.2.3.1 Amostra como recebida

Para a caracterização dos mapas de orientação do material como recebido, foi analisada uma amostra via EBSD (Electron Backscatter Diffraction), equipamento acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

A coleta de dados foi realizada na seção longitudinal da amostra em um Microscópio Eletrônico de Varredura FEI Company Quanta 3D FEG, localizado no Centro de Pesquisa da Companhia Siderúrgica Nacional. Os parâmetros utilizados no equipamento foram: aceleração do feixe de elétrons de 15 kV, com corrente do feixe de 3,4 nA, “spot size” igual a 7,5, WD de 16 mm, ampliação de 500 vezes e passo de 2 μm .

Os dados foram coletados de 5 pontos diferentes da amostra, com índice de confiança maior que 0,089. Os dados obtidos pela técnica EBSD foram analisados pelo software OIM (Orientation Imaging Micrograph) Analysis.

4.1.2.3.2 Amostra deformada

A caracterização dos mapas de orientação do material deformado, assim como na amostra como recebida, também foi realizada analisando uma amostra via EBSD (Electron Backscatter Diffraction), equipamento acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

A coleta de dados foi realizada na seção planar da amostra no Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo EVO MA10 do fabricante Zeiss, com filamento de LaB6, localizado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR. Os parâmetros utilizados no equipamento foram: aceleração do feixe de elétrons de 15 kV, com corrente do feixe de 1,7 nA, “spot size” igual a 550, WD de 23,5 mm, ampliação de 1500 vezes e passo de 0,5 μm .

Os dados foram coletados em 2 pontos diferentes subsequentes da amostra, sendo que o primeiro deles está localizado na borda do concentrador de tensão e os demais são adjacentes a região analisada anteriormente. Todas as regiões analisadas possuem índice de confiança maior que 0,089 e o número de grãos indexados foi de 245288. Os dados obtidos pela técnica EBSD utilizando o software OIM (Orientation Imaging Micrograph) Data Collection.

4.2 AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO

As etapas de realização dos experimentos conduzidos para o estudo dos aços inoxidáveis martensíticos AISI 420A e 420D estão representadas na Figura 21.

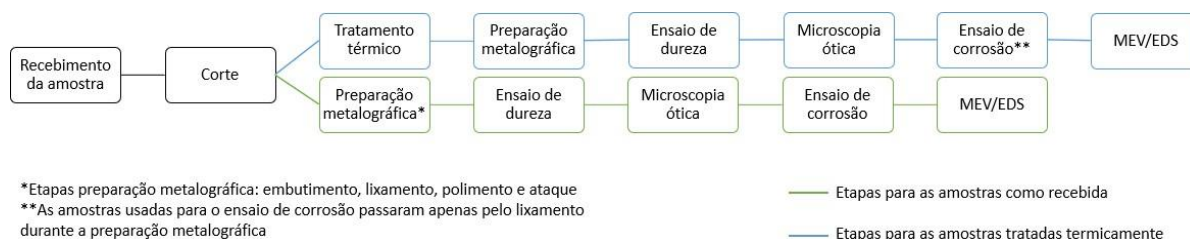


Figura 21: Etapas dos procedimentos experimentais realizados para os aços inoxidáveis martensíticos AISI 420A e 420D.

4.2.1 Material

Com relação a parte do estudo referente ao aço inoxidável martensítico, o presente trabalho teve como materiais de estudo os aços inoxidáveis martensíticos AISI 420A e 420D, sendo a principal diferença entre eles o teor de carbono. As amostras como recebida foram

laminadas em forma de chapas com espessura de 6 mm e, posteriormente, recozidas. Estes aços foram produzidos e doados pela empresa Aperam Inox América do Sul S/A. As composições químicas destes materiais foram fornecidas pela empresa e estão apresentadas nas Tabelas 8 e 9.

Tabela 8: Composição química do aço inoxidável martensítico AISI 420A.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
Peso (%)	0,3197	0,2561	0,3512	0,0265	0,0006	12,3147	0,1218	0,008
Elemento	Al	Cu	Co	V	Nb	Ti	W	
Peso (%)	0,0039	0,0407	0,017	0,0282	0,0193	0,0037	0,0146	

Fonte: Aperam Inox América do Sul S/A

Tabela 9: Composição química do aço inoxidável martensítico AISI 420D.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
Peso (%)	0,1894	0,3022	0,324	0,0372	0,0007	12,016	0,1836	0,0264
Elemento	Al	Cu	Co	V	Nb	Ti	Sn	W
Peso (%)	0,0016	0,0466	0,0167	0,0306	0,0151	0,0028	0,0097	0,0063

Fonte: Aperam Inox América do Sul S/A

Para a realização da caracterização microestrutural e dos ensaios de corrosão, as amostras foram cortadas em tamanhos adequados no Laboratório de Caracterização Microestrutural, localizado na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR). Foi utilizada a máquina de corte ISOMET, da fabricante Buehler, com velocidade de corte de 400 rpm e carga aplicada de 150 gramas. Algumas amostras foram retiradas para análise como recebida e as demais seguiram para a etapa de tratamento térmico, descrito nos tópicos na sequência.

4.2.2 Métodos

4.2.2.1 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos realizados nos aços tiveram como principal finalidade a formação de martensita, visto que o material como recebido tinha sua matriz predominantemente ferrítica, com carbonetos dispersos.

Primeiramente, as amostras dos 2 diferentes tipos de aços foram submetidas ao tratamento de austenitização. As temperaturas foram definidas com o auxílio do software Thermo-Calc®, que é um software de termodinâmica computacional que possibilita a obtenção de dados relacionados às propriedades dos materiais, diagramas de fase, quantidades e composição de fases, temperaturas de transformação, dentre várias outras funções importantes. O software possui uma extensa base de dados e utiliza a metodologia CALPHAD que possibilita prever propriedades termodinâmicas, cinéticas e outras propriedades de sistemas de materiais multicomponentes correspondentes a materiais reais.

Foi estabelecido que seriam utilizados os valores de 980°C, 1015°C e 1050°C para a realização da austenitização. Os tempos de permanência no forno foram selecionados baseado no trabalho de Isfahany et al., que foram os tempos de 30 minutos, 60 minutos e 120 minutos para cada uma das temperaturas estabelecidas [5]. Esta etapa foi realizada no Laboratório de Tratamento Térmico da EEIMVR, utilizando o forno Brasimet, tipo K250N2. Ao serem retiradas do forno, para o resfriamento, as amostras passaram por têmpera em água a temperatura ambiente.

Em um segundo momento, as amostras que previamente sofreram o tratamento de austenitização e têmpera, passaram pelo tratamento de revenimento. As temperaturas para a realização dessa etapa também foram escolhidas baseado também no que foi estudado por Isfahany et al., e os valores selecionados foram de 200°C e 400°C, com tempo de permanência no forno de 60 minutos para cada uma das temperaturas [5]. O resfriamento das amostras foi realizado com ar forçado. Esta etapa foi realizada no Laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR, utilizando o forno tipo Mufla da marca Spencer, confeccionado em monobloco, com potência de 1500 W e capacidade de 1,7 litros.

4.2.2.2 Preparação metalográfica das amostras

Após a realização dos tratamentos térmicos, as amostras passaram pela etapa de preparação metalográfica para que fosse possível a obtenção das micrografias desejadas. A primeira etapa da preparação metalográfica foi o embutimento à quente, realizado na embutidora semiautomática da fabricante Arotec, localizada no Laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR e utilizando baquelite da marca Teclago.

Em seguida, foi realizada a etapa de lixamento, utilizando uma lixadeira metalográfica sob refrigeração a água da marca Arotec, também localizada no Laboratório de Caracterização

Microestrutural. Para isso, foram utilizadas lixas d'água de carbeto de silício com as granulometrias de 220, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500 e 2000.

Depois de lixadas, as amostras foram polidas na politriz automática da fabricante Buehler do Laboratório de Caracterização Microestrutural para a obtenção de uma superfície livre de arranhões. Nas amostras que passaram apenas pelo tratamento térmico de austenitização e têmpera, a primeira etapa do polimento foi realizada com pano de polimento e pasta de diamante da marca Aka-Paste GP de granulometria de 0,25 μm e com o uso de lubrificante para polimento de ferrosos com diamante da marca Teclago. O tempo de polimento utilizando pasta de diamante foi de 30 minutos. A etapa seguinte de polimento consistiu na utilização de sílica coloidal da marca Buehler durante 5 minutos. Já as amostras que passaram pelo tratamento de revenimento foram polidas com alumina da marca Arotec de 1 μm durante 15 minutos, seguido, também, pelo polimento com sílica coloidal durante 5 minutos. Todas as etapas do polimento foram realizadas com rotação de 60 rpm e força de 20 N.

Todas as etapas dos processos descritos foram realizadas com cuidado e limpeza das amostras, a fim de retirar o excesso dos resíduos e para não ocorrer a contaminação da etapa seguinte.

Para a visualização das microestruturas, foi necessário o ataque químico. Nas amostras que passaram apenas por austenitização e têmpera foi realizado ataque eletrolítico em solução aquosa de ácido nítrico (40 vol% HNO_3 e 60 vol% H_2O), com potencial de 2,2 V durante aproximadamente 1 minuto. Nas amostras que passaram também pelo tratamento de revenimento, foi realizado ataque por imersão com o reagente Vilella (5ml de ácido clorídrico, 2g de ácido pícrico e 100 ml de etanol), sendo o tempo de imersão de aproximadamente 25 segundos.

4.2.2.3 Microscopia Óptica

As amostras devidamente preparadas seguindo as etapas descritas no tópico 4.2.2.2 tiveram sua microestrutura visualizada utilizando a técnica de microscopia óptica. Para isso, foi utilizado um microscópio ótico Olympus BX51M pertencente ao laboratório de Microscopia e Preparação de Amostras Metalográficas da EEIMVR e software analisador Stream Basic2. Para cada uma das amostras foram obtidas 10 micrografias de áreas distintas.

4.2.2.4 Ensaio de microdureza Vickers

Para verificar a dureza do material, foi utilizado o microdurômetro da fabricante Shimadzu, encontrado no Laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR, com penetrador de diamante de formato piramidal com ângulo de 136° entre as faces. Foram realizadas 30 medidas de microdureza, utilizando carga de 0,5 kgf (4,903 N) e tempo de 15 segundos para relaxação e acomodação das deformações. Após o penetrador ser retirado da amostra, são medidos os comprimentos das duas diagonais (L1 e L2) e o próprio equipamento já calcula e fornece o valor medido da dureza Vickers. Todas as medidas foram realizadas com o devido cuidado e distantes das impressões adjacentes.

4.2.2.5 Ensaio de corrosão

4.2.2.5.1 Preparação metalográfica das amostras

As amostras cortadas conforme descrito em 4.2.1 destinadas para a realização do ensaio de corrosão foram lixadas com lixa d'água de granulometrias 320, 400 e 1200. Essa etapa teve como finalidade eliminar marcas profundas e as camadas de óxido presentes superfície. Após o lixamento, as amostras foram lavadas com água deionizada.

4.2.2.5.2 Célula eletroquímica e eletrólitos

Os ensaios de corrosão foram realizados no Laboratório de Materiais e Eletroquímica da Universidade Federal Fluminense (UFF). A solução utilizada para a realização do ensaio foi de 1 mol/L de NaCl, onde foram dissolvidos 58,66 g de NaCl em 1 L de água deionizada. Para o ensaio, foi utilizada uma célula eletroquímica composta por um eletrodo de referência, contraeletrodo e eletrodo de trabalho. Todos os ensaios foram realizados em temperatura ambiente.

No eletrodo de referência, foi utilizado o Ag/AgCl/KClsat saturado, que é constituído por um fio de prata recoberto eletroliticamente por uma camada de cloreto de prata, imerso em solução de cloreto de potássio saturada, envolto por um tubo de vidro e soldado a um fio condutor.

O contraeletrodo é constituído por um fio de platina soldado a um fio condutor de cobre, que é responsável pelo contato elétrico, que está contido dentro de um tubo de vidro. Por fim, o eletrodo de trabalho é constituído do metal cujo potencial de corrosão foi medido.

Com a finalidade de verificar o potencial de corrosão e completar a célula eletroquímica, foi utilizado o equipamento eletrônico chamado potenciostato, da marca EmStat+. Com este equipamento é possível medir a corrente resultante da polarização e registrá-la em função do potencial, utilizando um computador. Dessa forma, foi possível a obtenção das curvas de polarização experimentais, que representam a relação entre o potencial do eletrodo aplicado e a corrente correspondente medida no potenciostato [55].

Para a realização do presente trabalho, os ensaios potenciodinâmicos foram realizados após exposição do eletrodo de trabalho em circuito aberto até o potencial atingir o estado estacionário. Nas condições saturadas, o período de 30 minutos foi suficiente para obtenção dos resultados. Após a curva de potencial de circuito aberto (OCP), o material passou pela curva de polarização pelo período de aproximadamente 40 minutos. Para a obtenção dos gráficos, foi utilizado o software de análise de dados e estatística Origin®2018.

4.2.2.5.3 Curva de polarização cíclica

A partir dos ensaios de corrosão, foi possível realizar a construção gráfica em forma do diagrama de potencial de eletrodo (E) x densidade de corrente (i), que é conhecida como curva de polarização. Para realizar as análises das curvas e obter os parâmetros eletroquímicos desejados é utilizada a equação de Tafel, que é de natureza logarítmica, é conveniente, então, apresentar as curvas de polarização como E x log |i|.

A análise dessas curvas de polarização forneceu os valores dos parâmetros de: potencial de pite (E_{pite}), potencial de corrosão (E_{corr}), potencial de passivação (E_{pass}), densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) e densidade de corrente de passivação (i_{pass}). Os valores de potencial de corrosão e densidade de corrente de corrosão são obtidos a partir do método de extrapolação de Tafel [56].

A densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) é a densidade de corrente que circula pelo eletrólito durante o processo de corrosão. Esse valor está relacionado com a velocidade com a qual o corpo de prova se corrói, ou seja, quanto maior a densidade de corrosão, maior será a deterioração do material analisado. Já o potencial de corrosão (E_{corr}) indica a suscetibilidade do material sofrer corrosão, quanto mais anódico for o valor, menor será a tendência de o material sofrer corrosão. O potencial de pite (E_{pite}), é o valor onde ocorre a ruptura da camada de filme passivo e é observada uma instabilidade da densidade de corrente. Por fim, o potencial de passivação (E_{pass}), é o valor onde ocorre a passivação na superfície do material e não há variação na densidade de corrente. A passivação é quando o processo de corrosão se estabiliza

[57]. A Figura 22 apresenta um desenho esquemático de uma curva de polarização que mostra como são determinados alguns dos valores característicos obtidos.

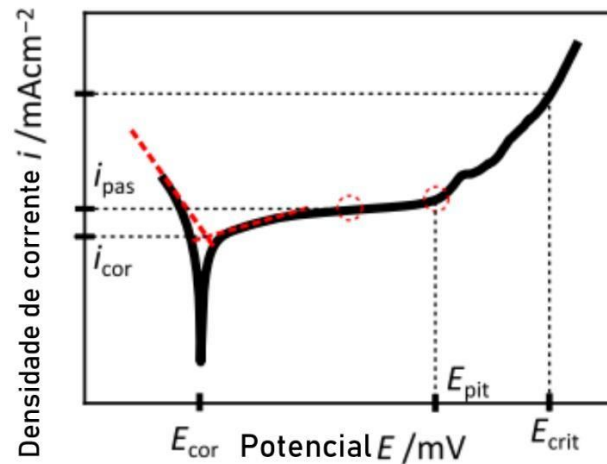


Figura 22: Desenho esquemático de como são determinados alguns valores característicos da curva de polarização (Adaptado de [11]).

4.2.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura/EDS

As amostras após o ensaio de corrosão passaram pela análise de sua superfície utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As micrografias foram obtidas a partir da análise da seção longitudinal da amostra utilizando Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo EVO MA10 do fabricante Zeiss, com filamento de LaB6, localizado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica da UFF-EEIMVR. A análise foi realizada com sinal de elétrons secundários utilizando os seguintes parâmetros no equipamento: tensão do feixe de elétrons de 20 kV, com distância de trabalho de 9,5 mm, ampliação variando de 500 a 2000 vezes e “spot size” de 575.

Para a microanálise de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS), foram selecionadas as amostras que apresentaram os melhores resultados de dureza e corrosão para que fosse realizada a análise de composição química em diferentes regiões da microestrutura. Também foi possível identificar a ocorrência de precipitados na matriz do material. Essa análise foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura FEI Company Quanta 3D FEG, localizado no Centro de Pesquisa da Companhia Siderúrgica Nacional. Foram realizadas medidas pontuais, bem com medições em linha para análise estatística da composição química das amostras analisadas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos a partir dos procedimentos experimentais descritos na seção anterior. Em um primeiro momento, serão mostrados e discutidos os resultados encontrados para o estudo proposto do aço inoxidável austenítico. Em sequência, serão apresentados e discutidos os resultados encontrados para o estudo proposto dos aços inoxidáveis martensíticos.

5.1 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO

Com relação ao aço inoxidável austenítico, serão apresentados os mapas de orientação gerados pelo método de Difração de Elétrons Retroespalhados, obtidos a partir de Microscopia por Imagem de Orientação, bem como seu respectivo triângulo estereográfico. A partir dos mapas, foram obtidas diversas outras informações, como o mapa de distribuição dos contornos de grão em baixo e alto ângulo e gráfico de misorientação dos grãos.

Os pontos dos mapas de orientação são coloridos de acordo com a direção cristalina de cada um dos pontos analisados baseado no triângulo estereográfico utilizado como referência. Como resultado, foi possível determinar a orientação de cada um dos grãos contidos no material.

5.1.1 Figuras de polo inversas

A Figura 23 mostra um dos cinco mapas de orientação e o respectivo triângulo estereográfico gerados por EBSD/OIM da amostra como recebida.

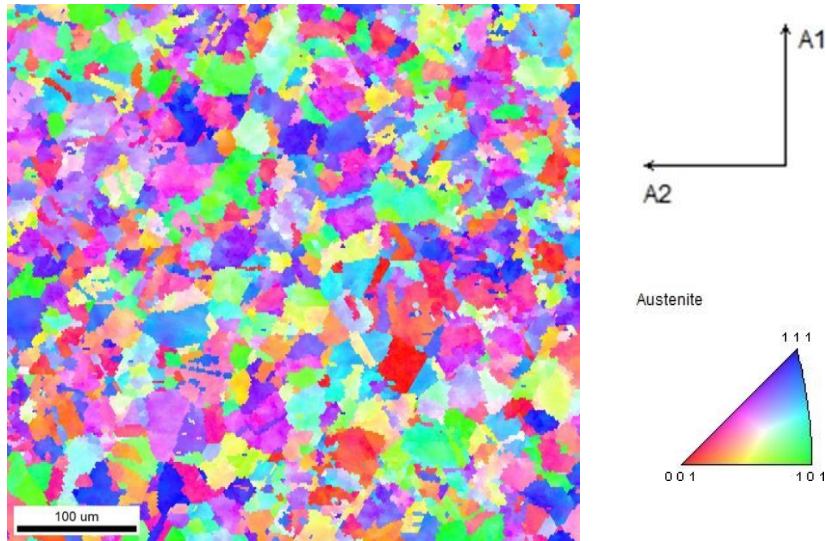


Figura 23: Mapa de orientação do aço inoxidável austenítico 304L como recebido e seu triângulo estereográfico. Os círculos pontilhados destacam as maclas.

Pela análise das imagens geradas, é possível observar que os grãos não seguem uma direção preferencial para a amostra como recebida. Os grãos que estão em azul estão mais próximos da direção [111], os em verde, da direção [101] e os em vermelho, da direção [001].

Como era de se esperar, a microestrutura do material é composta basicamente de austenita, uma vez que o material ainda não sofreu nenhum tipo de deformação. É possível, também, perceber que na microestrutura do material, estão presentes muitas maclas, o que é típico dos materiais com estrutura cúbica de face centrada (CFC), conforme mostrado nos círculos pretos pontilhados destacados na Figura 23.

Os cinco mapas de orientação gerados foram agrupados em um único mapa para que as análises a serem feitas sejam estatisticamente melhores, ou seja, com uma maior quantidade de grãos. O mapa agrupado é mostrado na Figura 24.

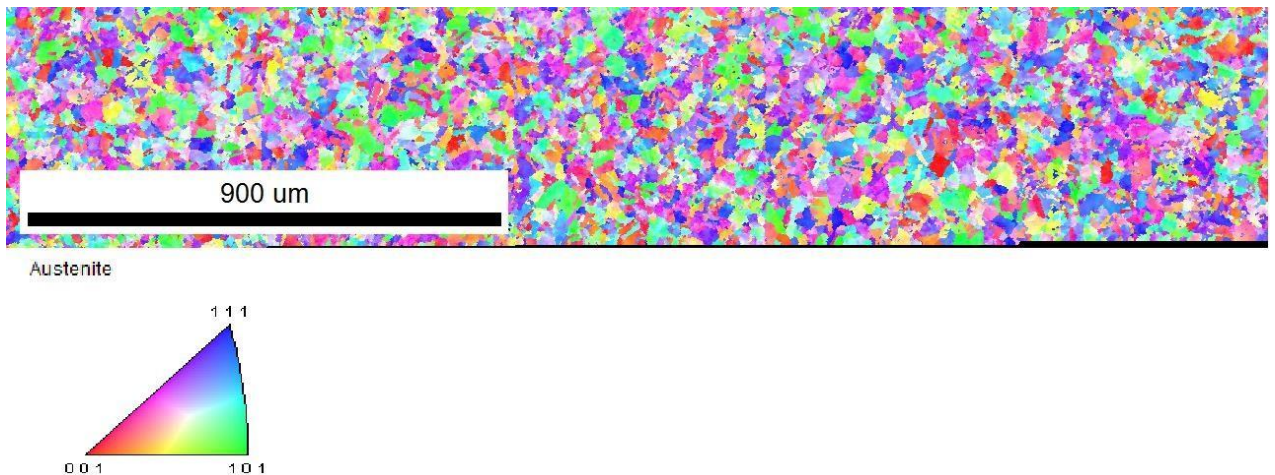


Figura 24: Mapas de orientação agrupados do material como recebido e seu respectivo triângulo estereográfico.

A Figura 25 mostra os dois mapas de orientação gerados a partir das varreduras explicadas em 4.2.2.2 e seus respectivos triângulos estereográficos (Figura 25c) gerados por EBSD/OIM da amostra deformada em fadiga. As varreduras foram realizadas na região próxima ao entalhe (Figura 25a), e na região subsequente na direção da extremidade do corpo de prova (Figura 25b).

Pela análise dos mapas gerados, é possível observar que os grãos não seguem uma orientação preferencial. Para os grãos da fase austenita (grãos maiores), os que estão coloridos em azul estão mais próximos da direção [111], os em verde, da direção [101] e os em vermelho, da direção [001]. Para os grãos da fase martensita (grãos menores), os que estão coloridos em azul estão mais próximos da direção [110], os em verde, da direção [100] e os em vermelho, da direção [001]. Já os pontos pretos presentes nas imagens foram pontos que não sofreram indexação, ou seja, não foi possível determinar qual era a orientação cristalográfica daquele ponto.

Após a deformação do material, ainda é possível perceber que a microestrutura do material continua apresentando um grande número de maclas.

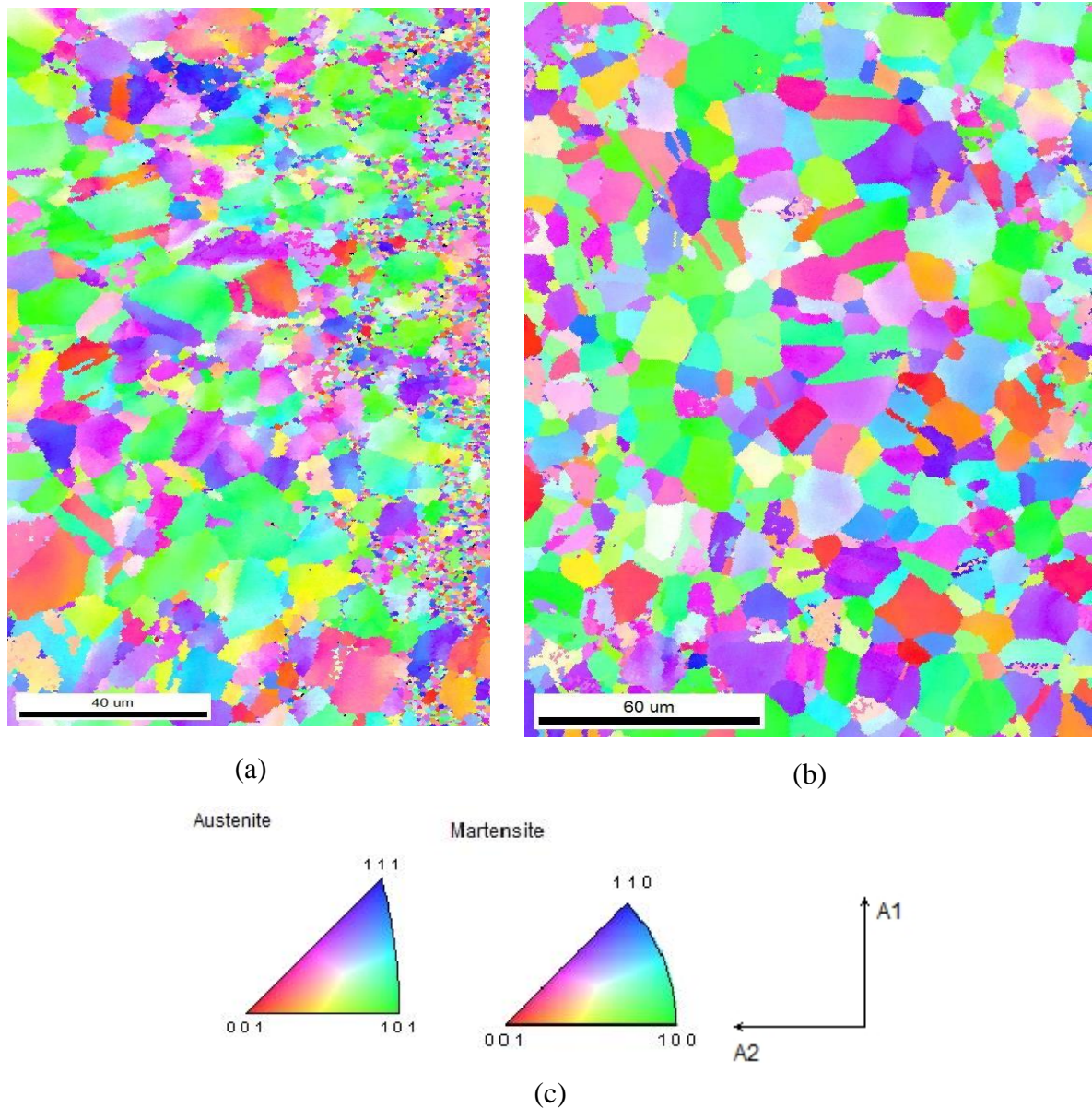


Figura 25: Mapas de orientação do aço inoxidável austenítico 304L e seu triângulo estereográfico. Os pontos (grãos) pequenos representam a martensita.

Os dois mapas de orientação gerados foram agrupados em um único mapa para que as análises a realizadas fossem estatisticamente melhores, ou seja, com uma maior quantidade de grãos. O mapa agrupado é mostrado na Figura 26, sendo que o mapa da Figura 25a é o que se encontra na extremidade direita e o da Figura 25b é o da extremidade esquerda. A região da borda no entalhe (extremidade direita) está destacada na Figura 26.

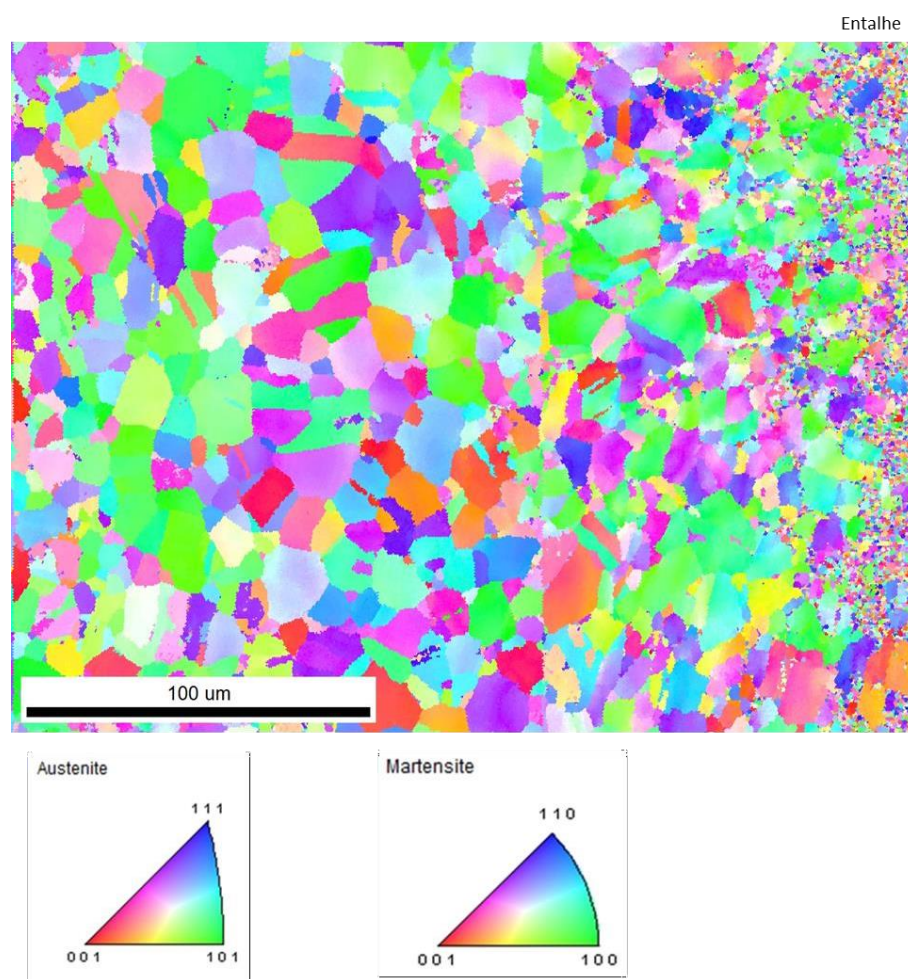


Figura 26: Mapa de orientação agrupado do aço inoxidável austenítico 304L após sofrer deformação e seus respectivos triângulos estereográficos.

5.1.2 Análise dos contornos de grão

A partir dos mapas agrupados gerados, foi possível realizar diversas outras análises. A primeira delas foi dos contornos de grãos para a amostra como recebida, representada na Figura 27. Os contornos em vermelho são aqueles que variam entre 2° e 5° , os em verde variam entre 5° e 15° , ambos representando os contornos de baixo ângulo e os em azul variam entre 15° e 180° , que são os contornos de alto ângulo. Logo em uma primeira análise já é possível observar que não há predominância de algum tipo de contorno. A Tabela 10 mostra os dados fornecidos pelo programa relacionados ao ângulo de desalinhamento entre os grãos.

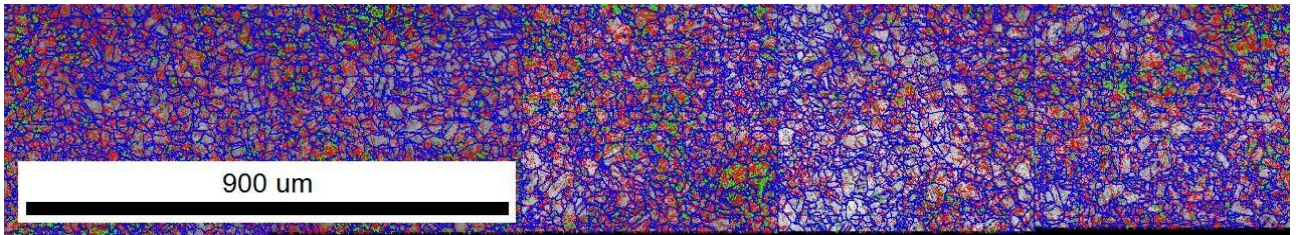





Figura 27: Mapa dos contornos de grãos do material como recebido.

Tabela 10: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos do material como recebido.

	Mínimo	Máximo	Fração	Número	Comprimento (cm)
	2°	5°	0,365	129377	14,94
	5°	15°	0,096	33970	3,92
	15°	180°	0,539	191308	22,09

Conforme a observação feita dos resultados da Tabela 10, a divisão entre os dois tipos de contornos de grãos está praticamente equivalente, sendo que os contornos de alto ângulo estão presentes em uma quantidade ligeiramente maior, representando 53,9% dos grãos, enquanto os contornos de baixo ângulo representam 46,1% do total de grãos. O número total de contornos analisados foi de 354655. Se fossem colocados lado a lado, os contornos de baixo ângulo possuiriam um comprimento de 18,86 cm e os de alto ângulo 22,09 cm.

A partir do mapa agrupado gerado da amostra deformada mostrada na Figura 26, foi realizada a análise dos contornos de grãos, representada na Figura 28. Novamente, os contornos em vermelho são aqueles que variam entre 2° e 5°, os em verde variam entre 5° e 15° e os em azul variam entre 15° e 180°. No presente trabalho, serão considerados contornos de baixo ângulo aqueles que apresentarem desalinhamento entre 2° e 15° (vermelho e verde) e contornos de alto ângulo aqueles que apresentarem desalinhamento entre 15° e 180° (azul). Logo em uma primeira análise já é possível concluir que praticamente todos os contornos são de alto ângulo. A Tabela 11 mostra os dados fornecidos relacionados ao ângulo de desalinhamento entre os grãos.

Com os dados fornecidos pela Tabela 11, conclui-se que os contornos de baixo ângulo representam 15,5% do total de contornos e os de alto ângulo 84,5% do total de contornos. O número total de contornos analisados foi de 181985. Se fossem colocados lado a lado, os contornos de baixo ângulo possuiriam um comprimento de 8,16 mm e os de alto ângulo 44,4 mm.

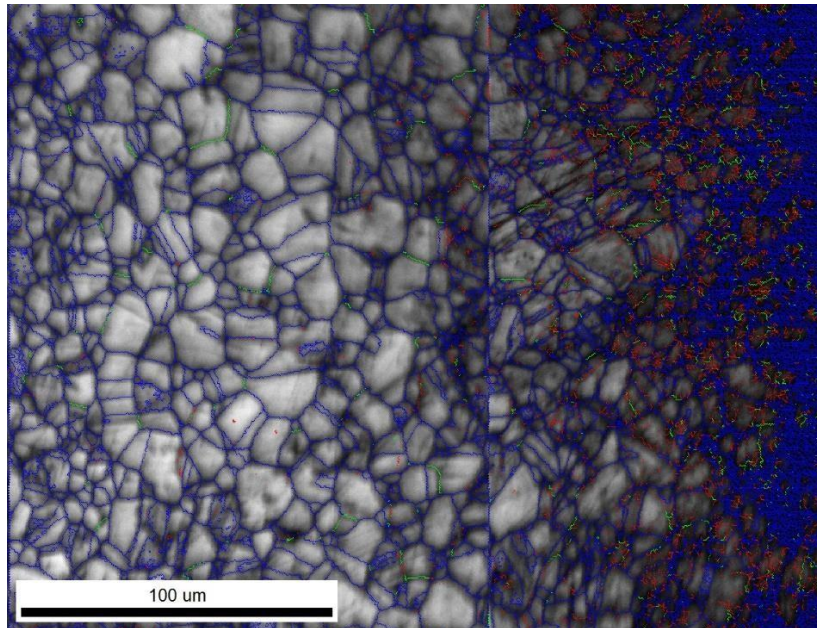





Figura 28: Mapa dos contornos de grãos da amostra deformada.

Tabela 11: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos da amostra deformada.

	Mínimo	Máximo	Fração	Número	Comprimento (mm)
	2°	5°	0,137	18215	5,26
	5°	15°	0,046	6075	1,75
	15°	180°	0,817	108267	31,3

Ao ser realizada a comparação dos contornos de grão entre o material deformado e como recebido, conforme mostrado nos resultados das Tabelas 10 e 11, é possível notar que houve um aumento significativo da fração de contornos de alto ângulo, que ocorre devido à região de baixa indexação no mapa de orientação da região próxima ao concentrador de tensão.

Ao ser realizada a análise apenas dos contornos de grãos de austenita (Figura 29), nota-se que praticamente todos os contornos continuam sendo de alto ângulo. A Tabela 12 mostra os dados fornecidos relacionados ao ângulo de desalinhamento entre os grãos de austenita.

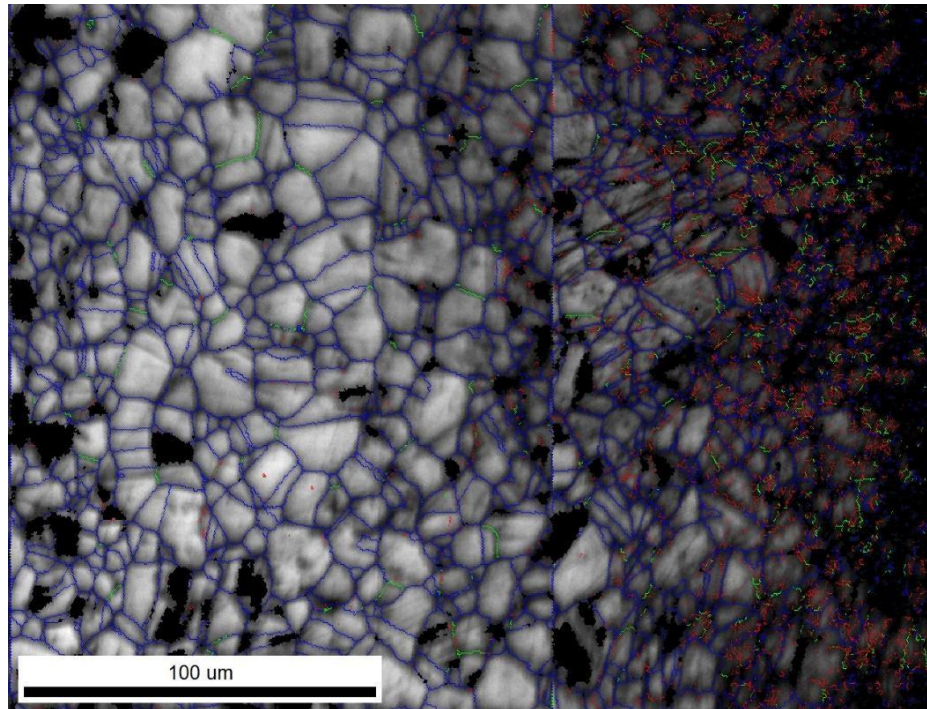





Figura 29: Mapa dos contornos de grãos de austenita da amostra deformada.

Tabela 12: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos de austenita da amostra deformada.

	Mínimo	Máximo	Fração	Número	Comprimento (mm)
	2°	5°	0,242	17338	5,01
	5°	15°	0,074	5338	1,54
	15°	180°	0,684	49047	14,2

Com os dados fornecidos pela Tabela 12, conclui-se que os contornos de baixo ângulo representam 31,6% do total de contornos e os de alto ângulo 68,4% do total de contornos. O número total de contornos analisados foi de 71723. Se fossem colocados lado a lado, os contornos de baixo ângulo possuiriam um comprimento de 6,55 mm e os de alto ângulo 14,2 mm.

Agora, realizando a análise apenas dos contornos de grãos de martensita (Figura 30), nota-se que praticamente todos os contornos continuam sendo de alto ângulo. A Tabela 13 mostra os dados fornecidos relacionados ao ângulo de desalinhamento entre os grãos de martensita.

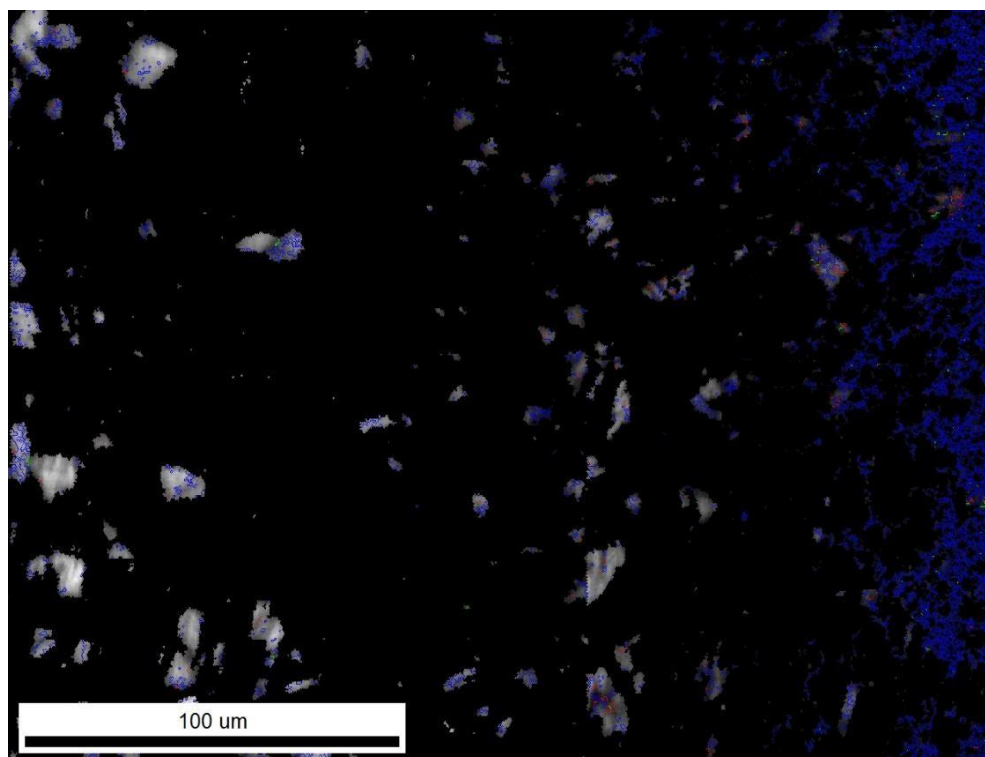
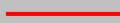




Figura 30: Mapa dos contornos de grãos de martensita da amostra deformada.

Tabela 13: Dados relacionados ao ângulo de desalinhamento dos grãos de martensita da amostra deformada.

	Mínimo	Máximo	Fração	Número	Comprimento (mm)
	2°	5°	0,028	726	0,210
	5°	15°	0,012	306	0,088
	15°	180°	0,960	25010	7,220

Com os dados fornecidos pela Tabela 13, conclui-se que os contornos de baixo ângulo representam apenas 4% do total de contornos e os de alto ângulo 96% do total de contornos. O número total de contornos analisados foi de 26042. Se fossem colocados lado a lado, os contornos de baixo ângulo possuiriam um comprimento de 0,298 mm e os de alto ângulo 7,22 mm.

É possível perceber que a fase da martensita foi a principal responsável pelo aumento da fração de contornos de alto ângulo quando são comparadas as amostras como recebida e deformada, resultado também encontrado por Zhu; Zang e Xie [58].

5.1.2.1 Contornos especiais

Contornos do tipo CSL são caracterizados por valores específicos de misorientação que permitem que átomos de redes vizinhas coincidam e a densidade recíproca dos sítios de coincidência é representada por Σ . A engenharia de contorno de grão tem como premissa a

melhoria das propriedades dos materiais a partir do aumento da proporção de baixos contornos Σ CSL, que são também chamados de contornos especiais [59].

A frequência de contornos especiais, classificados como contornos CSL, para a amostra como recebida e deformada está mostrada nas Figuras 31 e 32, respectivamente. No presente trabalho, os contornos do tipo CSL foram divididos de $\Sigma 3$ a $\Sigma 29$, segundo o critério de Brandon [60], já os contornos de $\Sigma 31$ a $\Sigma 49$ foram agrupados em uma única categoria. Contornos de macla primários, secundários e terciários correspondem, respectivamente, a $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ e $\Sigma 27$.

A característica e estrutura dos contornos de grão desempenham um papel importante para impedir o escorregamento do material e os contornos de macla coerentes fornecem uma forte barreira na transmissão do escorregamento [61].

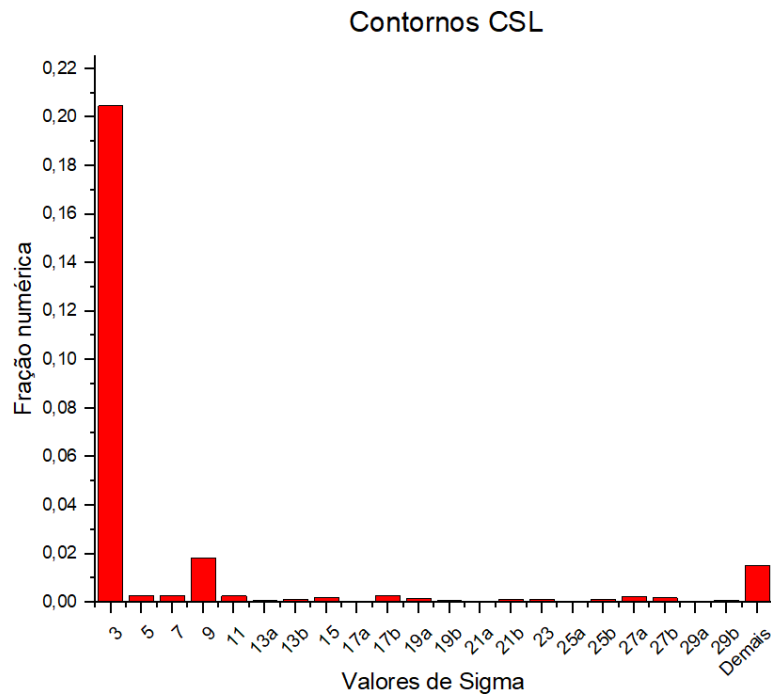


Figura 31: Frequência de contornos CSL da amostra como recebida.

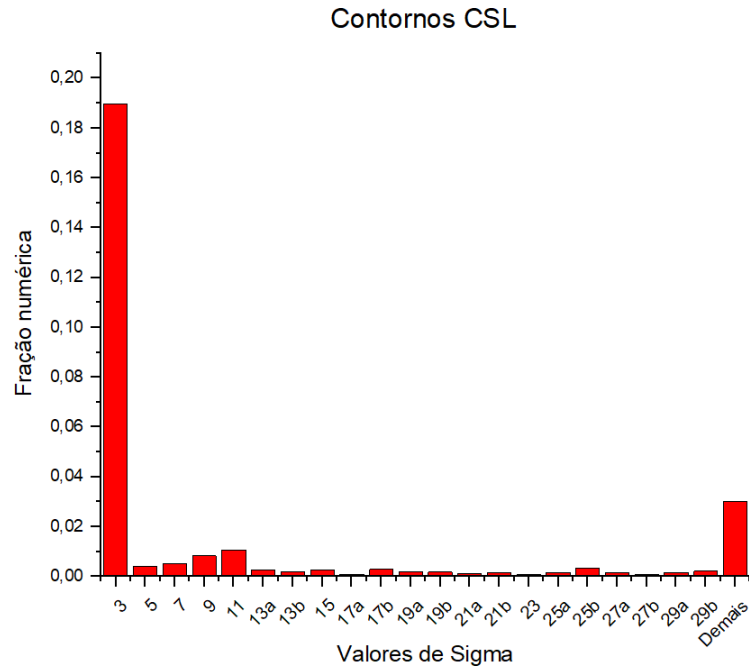


Figura 32: Frequência de contornos CSL da amostra deformada.

Em ambos os estados (como recebido e deformado), a maior fração encontrada é de $\Sigma 3$, sendo que na amostra no estado como recebido, a frequência de contornos $\Sigma 3$ é de 20,5% e na amostra no estado deformado essa frequência é de 19%. No estado como recebido, também foram encontradas frações residuais de contornos do tipo $\Sigma 9$ e no estado deformado dos tipos $\Sigma 9$ e $\Sigma 11$.

Considerando, agora, apenas os contornos de macla ($\Sigma 3$, $\Sigma 9$ e $\Sigma 27$), tem-se que na amostra na condição como recebida a frequência de contornos de macla é de 22,7% e na amostra na condição deformada a frequência é de 20%.

A frequência do total dos contornos do tipo CSL na amostra como recebida é de $26,5 \pm 0,03\%$ e na amostra no estado deformado é de $27,3 \pm 0,03\%$. Ou seja, ao ser deformado, o material apresentou um aumento de 0,8% na frequência de contornos CSL, o que não representa uma variação significativa.

É possível, então, notar que não ocorreu variação significativa da quantidade de contornos CSL e houve uma redução na quantidade de contornos de macla na amostra no estado deformado quando comparado com a condição como recebida.

5.1.2.2 Distribuição de pontos triplos

Um ponto triplo é definido como a junção de três contornos de grãos. Os contornos podem ser classificados como especiais ou aleatórios [62]. Dentro dos aleatórios, eles ainda podem ser classificados como de alto ângulo e baixo ângulo.

No presente trabalho, os contornos de alto ângulo foram representados por (H), os de baixo ângulo por (L) e os especiais por (C). Dessa maneira, é possível obter 10 combinações diferentes para caracterizar os pontos triplos, a saber: 3 contornos especiais (C–C–C), 2 contornos especiais e 1 contorno de baixo ângulo (C–C–L), 2 contornos especiais e 1 contorno de alto ângulo (C–H–C), 3 contornos de alto ângulo (H–H–H), 3 contornos de baixo ângulo (L–L–L), 2 contornos de alto ângulo e 1 contorno de baixo ângulo (H–H–L), 2 contornos de alto ângulo e 1 contorno especial (H–H–C), 1 contorno de alto ângulo e 2 contornos de baixo ângulo e (H–L–L), 1 contorno especial e 2 contornos de baixo ângulo e (C–L–L) e 1 contorno de baixo ângulo, 1 contorno de alto ângulo e 1 contorno especial (L–H–C). Em cada uma das amostras (como recebida e deformada), foram analisados 100 pontos triplos e os resultados obtidos estão ilustrados a seguir pelas Figuras 33 e 34.

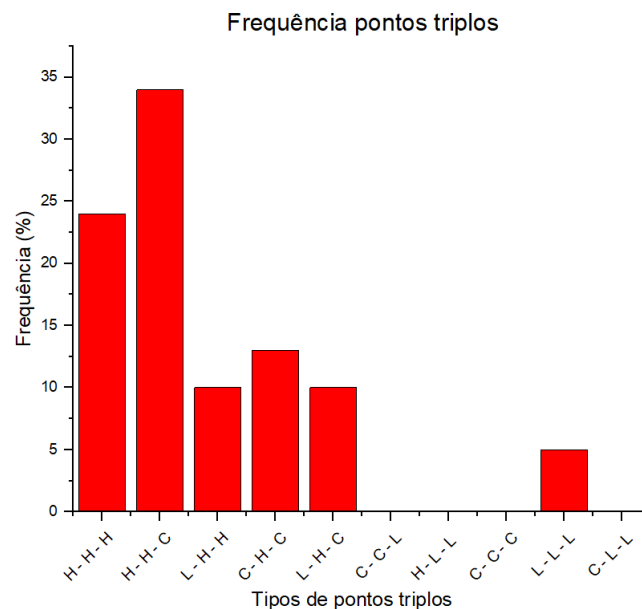


Figura 33: Frequência dos tipos de pontos triplos da amostra como recebida.

Ao ser realizada a análise da amostra como recebida (Figura 33), observa-se que a maior frequência de pontos triplos encontrados é a do tipo H – H – C (34%), seguida pelo tipo H–H–H (24%). Pontos triplos dos tipos C–C–L, H–L–L, C–C–C e C–L–L não foram encontrados na amostragem realizada.

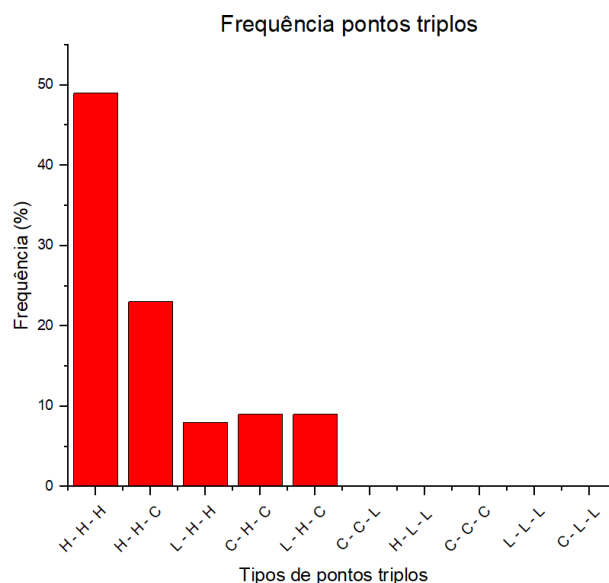


Figura 34: Frequência dos tipos de pontos triplos da amostra deformada.

Já com relação a amostra deformada (Figura 34), a frequência dos pontos triplos do tipo H-H-H é de 49% e do tipo H-H-C é de 23% e agora não houve presença do ponto triplo do tipo L-L-L.

Dessa forma, é possível observar que a frequência de pontos triplos do tipo H-H-H apresentou um aumento significativo, enquanto os do tipo H-H-C, H-H-L, C-H-C, L-L-L e L-H-C diminuíram na amostra deformada.

A importância dos estudos em relação aos pontos triplos está no fato de que grandes mudanças nessa distribuição, como um aumento nos contornos mistos (do tipo H-H-L, por exemplo, e assim por diante) pode influenciar em um possível crescimento de grão preferencial [63], o que poderia mudar as propriedades mecânicas do material, por exemplo.

Neste trabalho, ao analisar as Figuras 33 e 34, observa-se que ocorreu um aumento significativo dos pontos triplos (H-H-H) na amostra deformada, o que indicaria que, em um possível recozimento posterior, as propriedades mecânicas podem mudar entre a amostra como recebida e a amostra deformada, conforme mostrado no trabalho de Huh; Engler e Barrales-Mora [63].

5.1.2.3 Relação de orientação

Quando existe uma transformação de fase no metal, como, por exemplo, envolvendo formação de martensita, é comum que exista uma relação de orientação entre a fase matriz e a fase produzida [64].

Transformações entre fases de estrutura CFC para CCC normalmente apresentam relações de orientações como as de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW). Cada orientação pode ser expressa rotacionando por um certo ângulo cada sítio em torno de uma direção paralela à direção $\langle uvw \rangle$ em um dos cristais, o que leva a uma superposição do sistema de coordenadas dos dois cristais [65]. Além disso, a transformação pode ser descrita por ângulos de Euler, relacionando a orientação da fase matriz e da fase formada [64].

A vantagem do método EBSD, com relação a sua resolução, é a habilidade para distinguir o valor do ângulo de misorientação com uma precisão de 1° [66]. Nas Figuras 35 e 36 foram destacados contornos de alto ângulo com valores entre 42° e 44° em amarelo e com valores entre 45° e 47° em vermelho para a amostra como recebida e deformada. Os contornos em amarelo representam a relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e os contornos em vermelho representam a relação de orientação de Nishiyama-Wassermann (NW).

A Figura 35 mostra as relações de orientação KS e NW e a Tabela 14 mostra os dados fornecidos relacionados a essas relações de orientação da amostra como recebida.

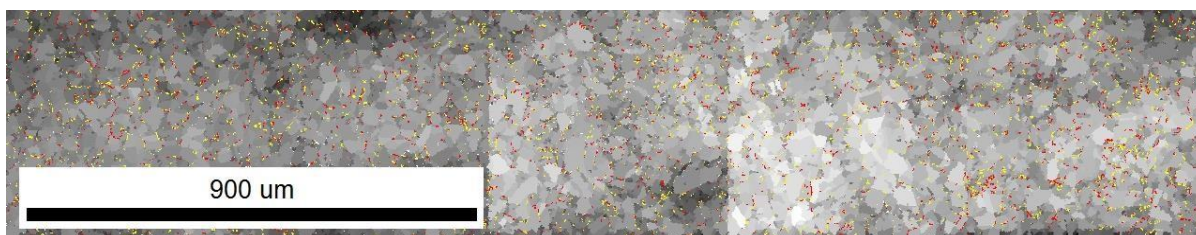


Figura 35: Relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) da amostra como recebida.

Tabela 14: Dados da relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) da amostra como recebida.

		Mínimo	Máximo	Fração	Número	Comprimento (cm)
(KS)	—	42°	44°	0,031	10936	1,26
(NW)	—	45°	47°	0,055	10070	1,09

Ao analisar a amostra como recebida (Tabela 14), é possível observar que a fração de contornos de grão com a relação de Kurdjumov-Sachs (KS) corresponde a 3,1% dos contornos e os com relação de Nishiyama-Wassermann (NW) corresponde a 5,5%. Sendo assim, o total de contornos de alto ângulo que correspondem a essas determinadas relações é de 8,6%.

A Figura 36 mostra as relações de orientação KS e NW e a Tabela 15 mostra os dados fornecidos relacionados a essas relações de orientação da amostra deformada.

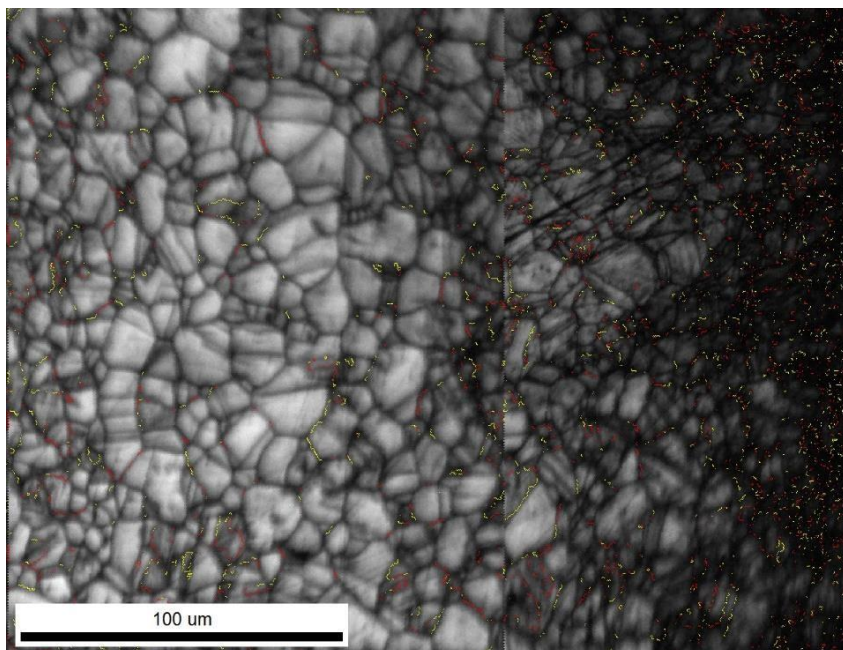


Figura 36: Relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) da amostra deformada.

Tabela 15: Dados da relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) da amostra deformada.

		Mínimo	Máximo	Fração	Número	Comprimento (mm)
(KS)	—	42°	44°	0,050	6597	1,90
(NW)	—	45°	47°	0,053	7023	2,03

Já ao analisar os resultados da amostra deformada (Tabela 15), é possível observar que a fração de contornos de grão com a relação de Kurdjumov-Sachs (KS) corresponde a 5% dos contornos e os com relação de Nishiyama-Wassermann (NW) corresponde a 5,3%. Sendo assim, o total de contornos de alto ângulo que correspondem a essas determinadas relações é de 10,3%.

Dessa forma, é possível observar que houve um pequeno aumento (1,7%) da fração de contornos com relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW) na amostra deformada. Em ambos os casos, amostra como recebida e amostra deformada, a fração de contornos de Nishiyama-Wassermann (NW) é maior que as de Kurdjumov-Sachs (KS).

5.1.3 Ângulo de misorientação entre os grãos

A Figura 37 apresenta o gráfico do ângulo de misorientação dos grãos do material como recebido, ou seja, representa a desorientação que um grão apresenta em relação ao outro.

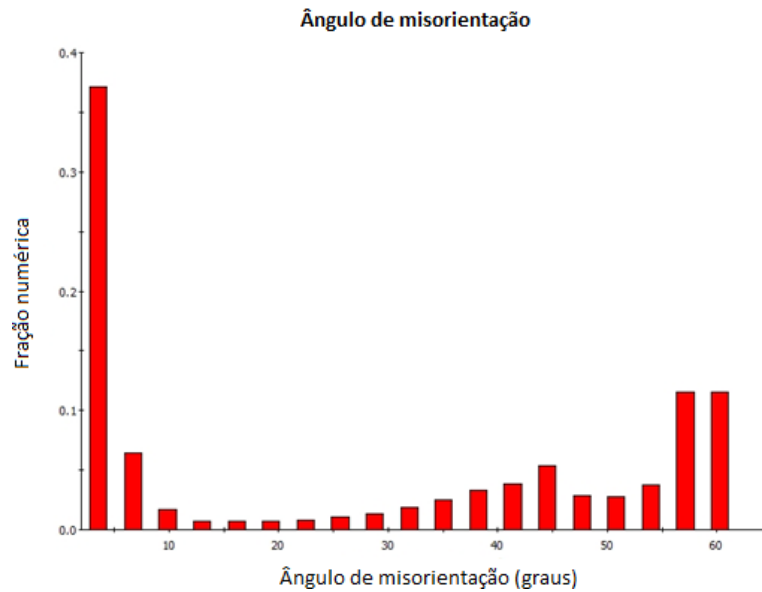


Figura 37: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos do material como recebido.

É possível observar que a distribuição das desorientações é um pouco aleatória, mas é possível notar que a maior fração de desorientação corresponde à contornos de baixo ângulo, uma vez que cerca de 37% dos grãos possuem desorientação na faixa de 3° . A segunda desorientação mais frequente foi a que está entre 55° e 60° , cuja fração de desorientação é em torno de 10% e essa desorientação representa contornos de alto ângulo, que corresponde às maclas presentes na microestrutura do material [67].

A Figura 38 apresenta o gráfico do ângulo de misorientação entre grãos do material deformado.

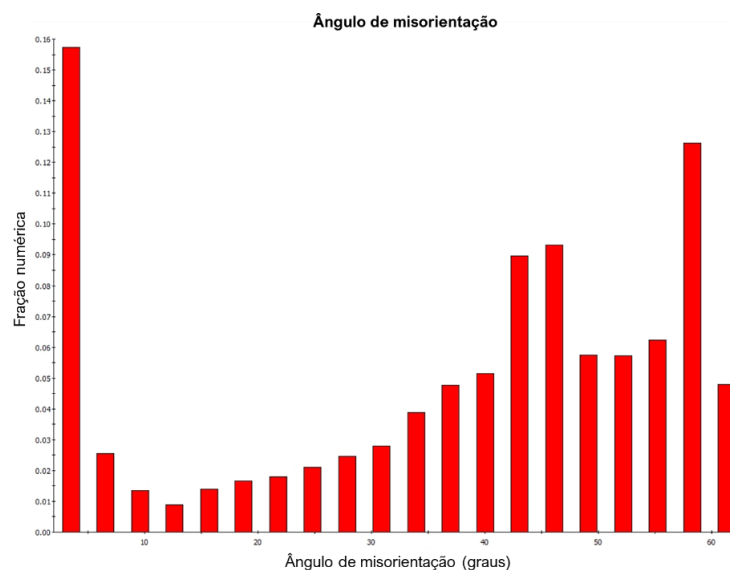


Figura 38: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos do material deformado.

É possível observar que a distribuição das desorientações continua sendo aleatória, mas é possível notar que a maior fração de desorientação está em torno de 3° , com cerca de 16% de grãos. A segunda desorientação mais frequente foi a que está em torno de 58° , cuja fração de desorientação é por volta de 13%.

Desorientações de 60° são aquelas correspondentes as maclas de deformação presentes na microestrutura do material e as desorientações em torno de 3° correspondem aos contornos de baixo ângulo.

Já a Figura 39 apresenta o gráfico do ângulo de misorientação apenas entre grãos da austenita do material deformado. É possível observar que a distribuição das desorientações continua sendo aleatória, com picos de desorientação também em torno de 3° (cerca de 24% de grãos) e 58° (cerca de 18% de grãos), representando os contornos de baixo ângulo e as maclas, respectivamente.

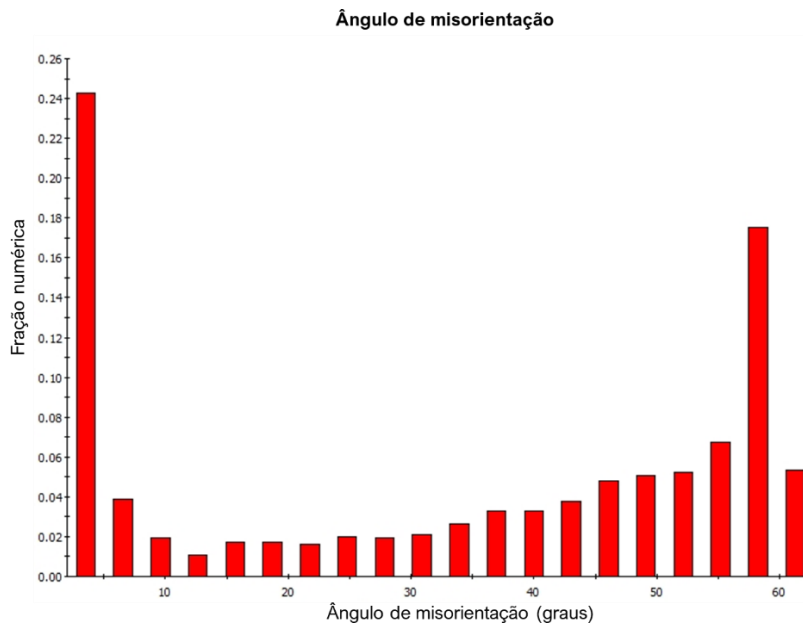


Figura 39: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos de austenita do material deformado.

A Figura 40 apresenta o gráfico do ângulo de misorientação entre grãos da martensita do material deformado. É possível observar que a distribuição das desorientações para os grãos de martensita é mais uniforme, com pico de desorientação em torno de 85° (cerca de 22% de grãos).

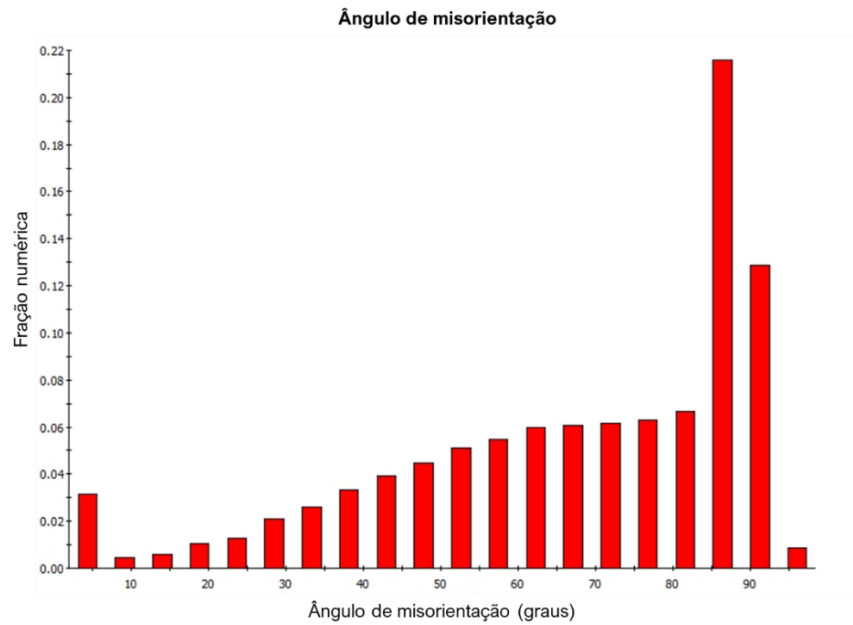


Figura 40: Gráfico ilustrando o ângulo de misorientação entre os grãos de martensita do material deformado.

5.1.4 Mapa das fases

A Figura 41a representa a divisão de cada uma das fases presentes na microestrutura do material deformado e suas respectivas frações, sendo a austenita representada pela cor vermelha e a martensita pela cor verde. Já a Figura 41b mostra apenas a região da borda do entalhe em destaque.

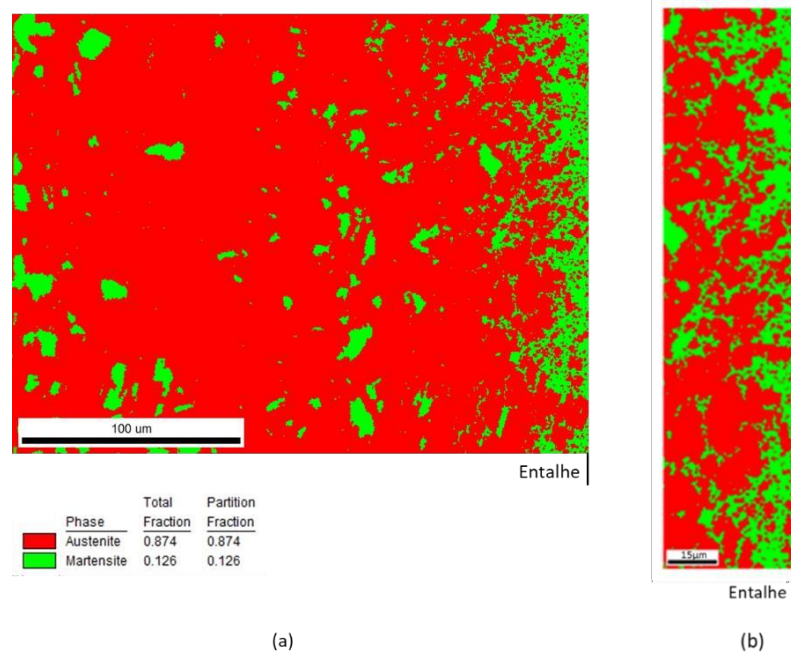


Figura 41: Mapa das fases presentes no aço inoxidável austenítico 304L após deformação cíclica. (a) Região do entalhe até 250 μm e (b) destaque da região do entalhe, aproximadamente 30 μm .

Nota-se que o material ao ser deformado passou a apresentar, também, a fase martensita, conforme esperado, uma vez que o processo de deformação favorece a formação desta fase. O material, que quando recebido era composto apenas da fase austenita, agora passou a possuir em sua microestrutura 87,4% de grãos de austenita e 12,6% de grãos de martensita. Também é possível observar que a maior parte dos grãos de martensita se formaram na região direita da figura, que é a região da borda do concentrador de tensão presente na amostra. Este resultado obtido está de acordo com Mitsuhiro et al. (2013), que em seu trabalho concluiu que regiões que possuem um concentrador de tensão favorecem a formação da martensita induzida por deformação [68].

Pela observação da Figura 41a, é possível notar que a partir de 250 μm de distância do entalhe, a microestrutura passa a ser novamente a mesma do material como recebido. Quando analisada a Figura 41b, a fração volumétrica de austenita é de cerca de 68% e a fração volumétrica de martensita é de 32%. Vale ressaltar que estes valores são aproximados, uma vez que devido a medida ter sido realizada muito próxima ao entalhe, a análise estatística acabou sendo comprometida. Isso sugere que a formação de martensita ocorre na região próxima ao concentrador de tensão, numa distância de, aproximadamente 15 μm do entalhe [33].

De acordo com Topic, Tait e Allen (2006), a variação microestrutural durante diferentes tipos de serviço leva a efeitos benéficos ou maléficos. Em um aço inoxidável austenítico 304, quando há menos de 20% de martensita induzida por deformação, qualquer martensita formada durante o processo de deformação por fadiga atua benéficamente, retardando trincas por fadiga, aumentando o limite de fadiga, resultando numa fratura por fadiga dúctil. Por outro lado, quando há mais de 20% de martensita induzida por deformação, qualquer martensita induzida por tensão ou deformação cíclica irá estimular uma iniciação de trinca mais rápida, o que leva a uma superfície com característica de fratura mais frágil [69].

Dessa maneira, é possível observar que na amostra analisada no presente trabalho, a fração de martensita formada no processo de deformação por fadiga de baixo ciclo foi de 12,6%. Como o valor está abaixo de 20%, essa martensita formada atuaria de forma benéfica para o material.

5.2 AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS

Com relação ao estudo dos aços inoxidáveis martensíticos, serão apresentadas as micrografias obtidas de cada um dos aços estudados para cada uma das condições de tratamento térmico proposto. Para cada uma dessas condições, foi analisada também a dureza. Também

foram obtidas as curvas de polarização, a partir dos ensaios de corrosão realizados. As amostras submetidas ao ensaio de corrosão foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura e algumas amostras foram selecionadas para realização da análise de EDS, de acordo com os resultados encontrados nos ensaios de corrosão.

5.2.1 Análise microestrutural e mecânica do material como recebido

Conforme esperado, a microestrutura dos 2 aços estudados no estado como recebido era composta de ferrita e carbonetos esferoidizados, uma vez que o material passou pelo processo de recozimento [5]. As Figuras 42 e 43 mostram essa microestrutura dos aços AISI 420A e AISI 420D, respectivamente.

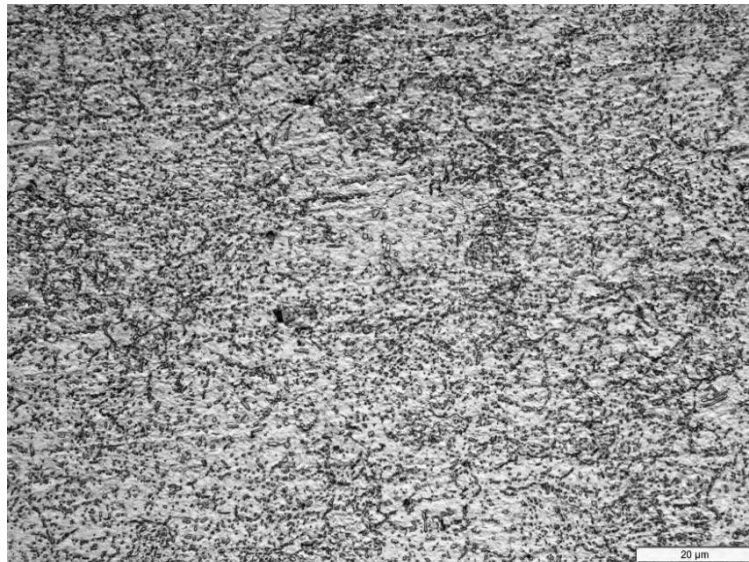


Figura 42: Microestrutura do aço AISI 420A como recebido.



Figura 43: Microestrutura do aço AISI 420D como recebido.

Com relação a caracterização mecânica, foi realizado o ensaio de microdureza Vickers. O resultado de dureza obtido para o aço AISI 420A no estado como recebido está apresentado na Tabela 16.

Tabela 16: Valor dureza Vickers média do aço inoxidável AISI 420A no estado como recebido.

Como Recebida	
Dureza Vickers Média	$199 \pm 2,92$ HV

O resultado de dureza obtido para o aço AISI 420D no estado como recebido está apresentado na Tabela 17.

Tabela 17: Valor de dureza Vickers média do aço inoxidável AISI 420D no estado como recebido.

Como Recebida	
Dureza Vickers Média	$179 \pm 1,68$ HV

De acordo com a Aperam, os aços inoxidáveis martensíticos da classe 420 devem possuir valores de dureza, no estado como recebido, ou seja, antes da formação da martensita, entre 86-96 HRB, valores estes que ao se fazer a conversão de dureza para a escala Vickers seriam em torno de 173-230 HV. Portanto, os valores medidos estão de acordo com o esperado para esse tipo de aço.

Ao serem comparados os dois aços, nota-se que a dureza do aço AISI 420D é menor do que a do aço AISI 420A, o que também está de acordo com o esperado, uma vez que o primeiro possui menor teor de Carbono dentre os dois aços estudados, conforme apresentado nas Tabelas 8 e 9, no tópico 4.2.1.

5.2.2 Análise termodinâmica

Conforme dito no tópico 4.2.2.1, as temperaturas para realização da austenitização foram definidas a partir de análises termodinâmicas realizadas com o auxílio do software Thermo-Calc®. Para isso, foram utilizadas as composições químicas dos aços AISI 420A e AISI 420D, mostradas nas Tabelas 8 e 9, respectivamente. Dessa forma, foi possível obter o diagrama de fases para cada um desses materiais. As Figuras 44 e 45 mostram esses diagramas para os aços AISI 420A e 420D, respectivamente. Na legenda, as linhas designadas por

FCC_A1, FCC_A1#2 e FCC_A1#3 representam a austenita e as linhas designadas por BCC_A2 representam a ferrita.

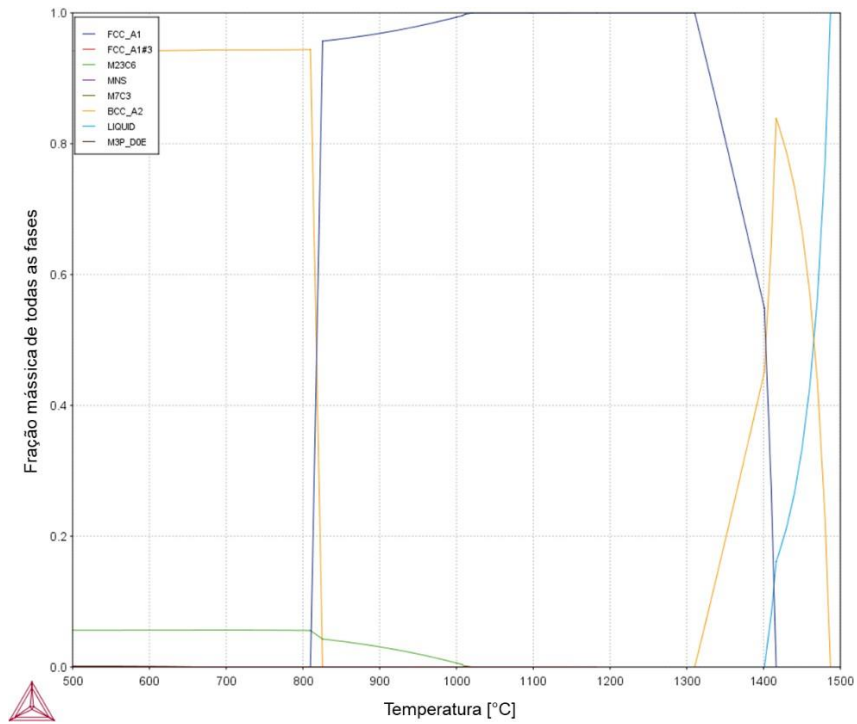


Figura 44: Principais microconstituintes do aço inoxidável AISI 420A em função da temperatura.

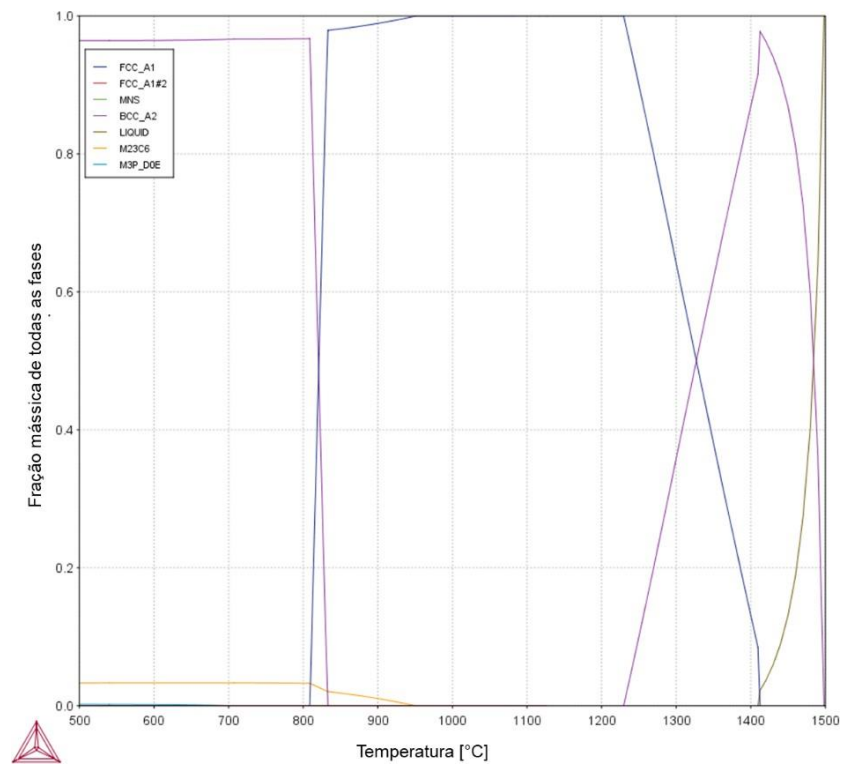


Figura 45: Principais microconstituintes do aço inoxidável AISI 420D em função da temperatura.

A partir da análise dos diagramas das Figuras 44 e 45 é possível observar as principais fases de cada um dos aços do estudo e prever a propensão da formação de carbonetos, no caso os do tipo $M_{23}C_6$ e M_7C_3 . Da Figura 44, nota-se que para as temperaturas selecionadas para realização da austenitização do aço 420A (980°C, 1015°C e 1050°C) serão capazes de transformar a ferrita original da microestrutura para austenita. Com relação aos carbonetos, ainda da análise da Figura 44, para o aço AISI 420A, a previsão de ocorrência dos carbonetos $M_{23}C_6$ é notada para temperaturas de até, aproximadamente, 1000°C, o que indica que eles ainda podem estar presentes na temperatura, ainda que em pouca quantidade. Já pela observação da Figura 45, também irá ocorrer a transformação da ferrita em austenita no aço AISI 420D para as temperaturas de austenitização utilizadas. Já a presença de carbonetos para esse aço, da Figura 45 é prevista a ocorrência para temperaturas de até, aproximadamente 900°C, ou seja, é esperada a completa dissolução dos carbonetos no aço 420D. Já o carboneto do tipo M_7C_3 não foram apontadas quantidades significativas pela simulação para nenhum dos dois aços.

5.2.3 Caracterização do aço AISI 420A após tratamentos térmicos

A partir desse momento, serão apresentados os resultados encontrados para o aço 420A em cada uma das etapas descritas no tópico 4.2.2

5.2.3.1 Dureza e caracterização microestrutural após o tratamento de têmpera

Conforme descrito da metodologia mostrada em 4.2.2.4, a dureza do material seria verificada após o tratamento de austenitização e têmpera e, depois, novamente medida após a realização do tratamento de revenimento. Os resultados de dureza Vickers encontrados após o tratamento de austenitização e têmpera estão apresentados na Tabela 18.

Tabela 18: Dureza Vickers do aço inoxidável martensítico AISI 420A após tratamento de austenitização e têmpera.

Temperatura/Tempo	30 min	60 min	120 min
980°C	557 ± 4	450 ± 4	569 ± 10
1015°C	693 ± 6	633 ± 10	686 ± 13
1050°C	581 ± 7	565 ± 7	440 ± 6

Após os tratamentos de austenitização e têmpera em todas as condições utilizadas houve um aumento da dureza com relação a da amostra como recebida, que apresentava valor de

dureza de $199 \pm 2,92$ HV, conforme apresentado na Tabela 16. Em geral, a dureza elevada ocorre devido a distribuição homogênea da martensita em ripa na microestrutura [5]. A partir da análise dos resultados apresentados na Tabela 18, é possível observar que as combinações de temperatura/tempo que apresentaram maiores valores de dureza foram para a temperatura de austenitização de 1015°C durante o tempo de 30 minutos, com valor de dureza de 693 ± 6 HV e no tempo de 120 minutos, com valor de dureza de 686 ± 13 HV. Esse aumento da dureza pode ser justificado pela dissolução dos carbonetos, que gera um aumento na supersaturação de carbono e uma distorção no reticulado da martensita [51].

Esse aumento da dureza também pode ser justificado pelo aumento de Cromo e Carbono na austenita com o aumento da temperatura. A presença de austenita retida na martensita em ripa normalmente aumenta com a temperatura e tempo de austenitização, fenômeno que possui um efeito prejudicial na dureza do material, o que pode explicar valores de dureza menores para a maior temperatura e tempo de austenitização [5].

O gráfico da Figura 46 mostra a tendência de comportamento de dureza deste aço para todas as condições estudadas e compara com o valor encontrado para a amostra na condição como recebida. Nota-se que na temperatura de 1050°C , para o tempo de 120 minutos, houve uma queda considerável da dureza, o mesmo fenômeno encontrado por Isfahany, Saghafian e Borhani (2011) [5].

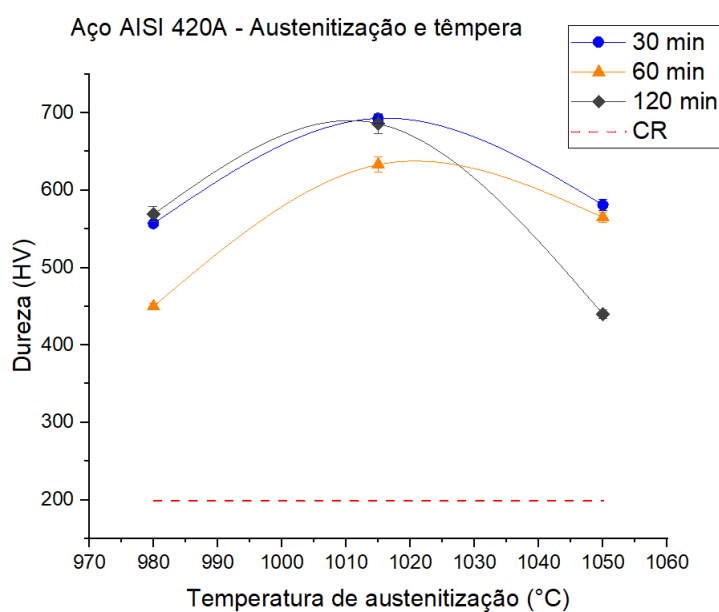


Figura 46: Dureza do aço 420A após austenitização e têmpera.

Após passarem pelo tratamento térmico de austenitização seguido por têmpera nas temperaturas e tempos propostos, conforme mostrado no item 4.2.2.1, é possível observar uma mudança na microestrutura do material, que agora passou a apresentar quase a totalidade da microestrutura composta por martensita, que é o objetivo do tratamento térmico realizado.

A solubilidade do carbono no aço depende da estrutura cristalina, sendo essa menor no ferro alfa (ferrita) do que no ferro gama (austenita). Dessa forma, existe uma rejeição do carbono na fase alfa, que tende a formar precipitados de carbonetos com outros elementos do aço. No caso dos aços inoxidáveis, se a ferrita estiver em equilíbrio, precipitados de carboneto de cromo podem estar presentes no aço. Na fase austenita, o carbono possui uma maior solubilidade e, se os carbonetos estão presentes no aço na região austenítica, ele tende a se dissolver. Essa dissolução não é homogênea a princípio, mas passa a ser em certas temperaturas e tempos de processamento [70].

Conforme visto no item 3.3.1, é necessário atingir a temperatura no campo da austenita para que ocorra a dissolução do carbono e de outros elementos de liga e transformação da ferrita em austenita. O resfriamento rápido realizado durante a têmpera é que possibilita a transformação dessa austenita na martensita, que pode ser observada nas microestruturas do material.

As Figuras 47 a 49 mostram essas mudanças microestruturais ocorridas quando a austenitização foi realizada nas temperaturas de 980°C, 1015°C e 1050°C, respectivamente, para todos os tempos de encharque utilizados. De maneira geral, em todas as condições analisadas, a microestrutura encontrada foi de martensita em ripas (emaranhados escuros) com carbonetos dispersos na matriz (círculos brancos). Como não foi realizada a quantificação das fases, as análises realizadas nessa etapa são apenas qualitativas.

Com relação aos tempos utilizados, na temperatura de 980°C, os tempos de 30 e 120 minutos (Figuras 47a e 47c) não apresentaram mudança significativa de microestrutura, diferentemente do que ocorreu para o tempo de 60 minutos (Figura 47b), que apresentou uma menor quantidade de martensita e, coincidentemente, também é o tempo que apresentou menor dureza para nesta temperatura, conforme visto na Figura 46. A presença de carbonetos é grande para todos os tempos nessa temperatura.

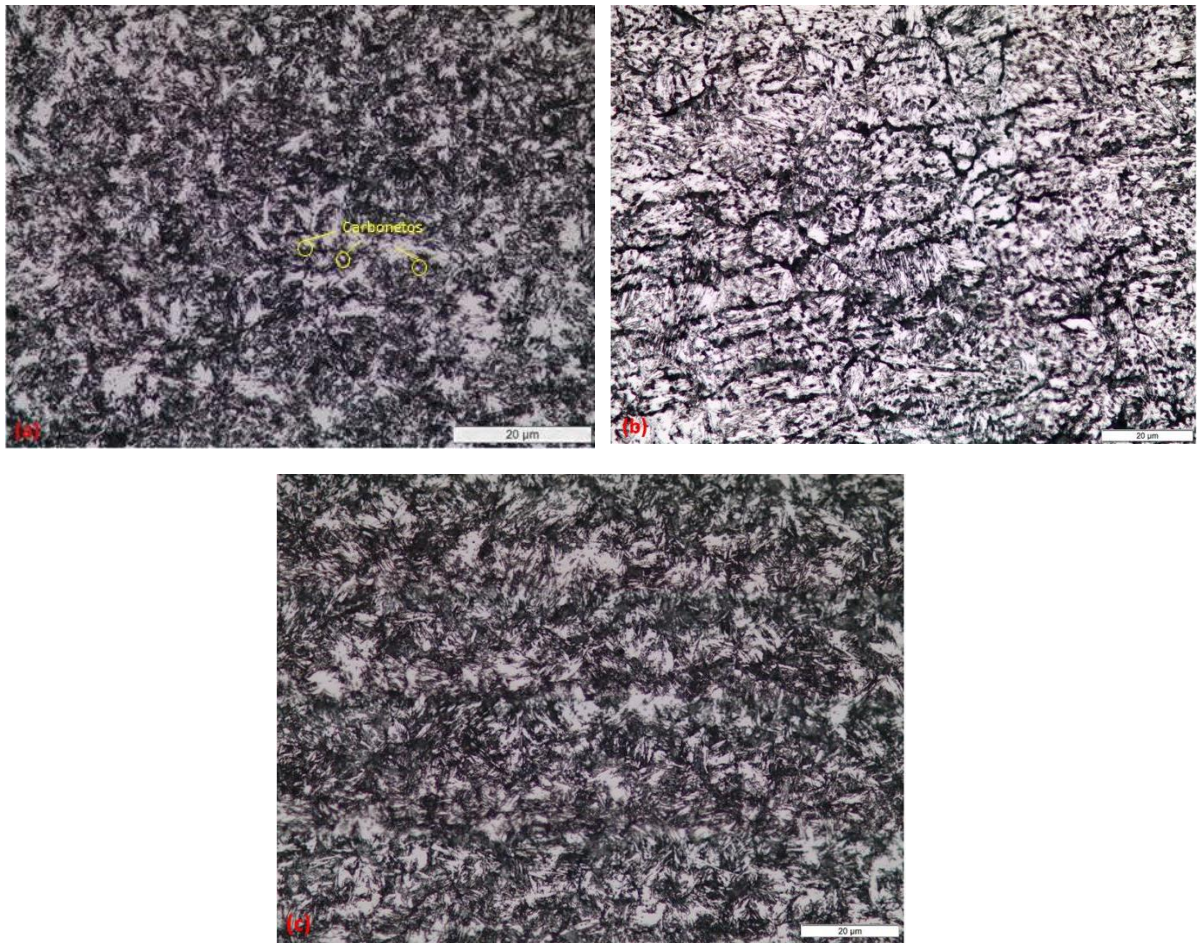


Figura 47: Microestruturas do aço 420A após austenitização e têmpera em 980°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

Para a temperatura de 1015°C (Figura 48), nota-se um pequeno aumento na quantidade de martensita em ripas formada com o aumento do tempo de encharque, mas nada muito significativo. Ao ser comparada com a temperatura de 980°C, há uma diminuição da quantidade de carbonetos na matriz, mas eles ainda são notados. Esta temperatura de austenitização foi a que apresentou os maiores valores de dureza, conforme visto na Figura 46, sendo os tempos de 30 e 120 minutos com valores de dureza bem próximos e o tempo de 60 minutos com dureza mais baixa.

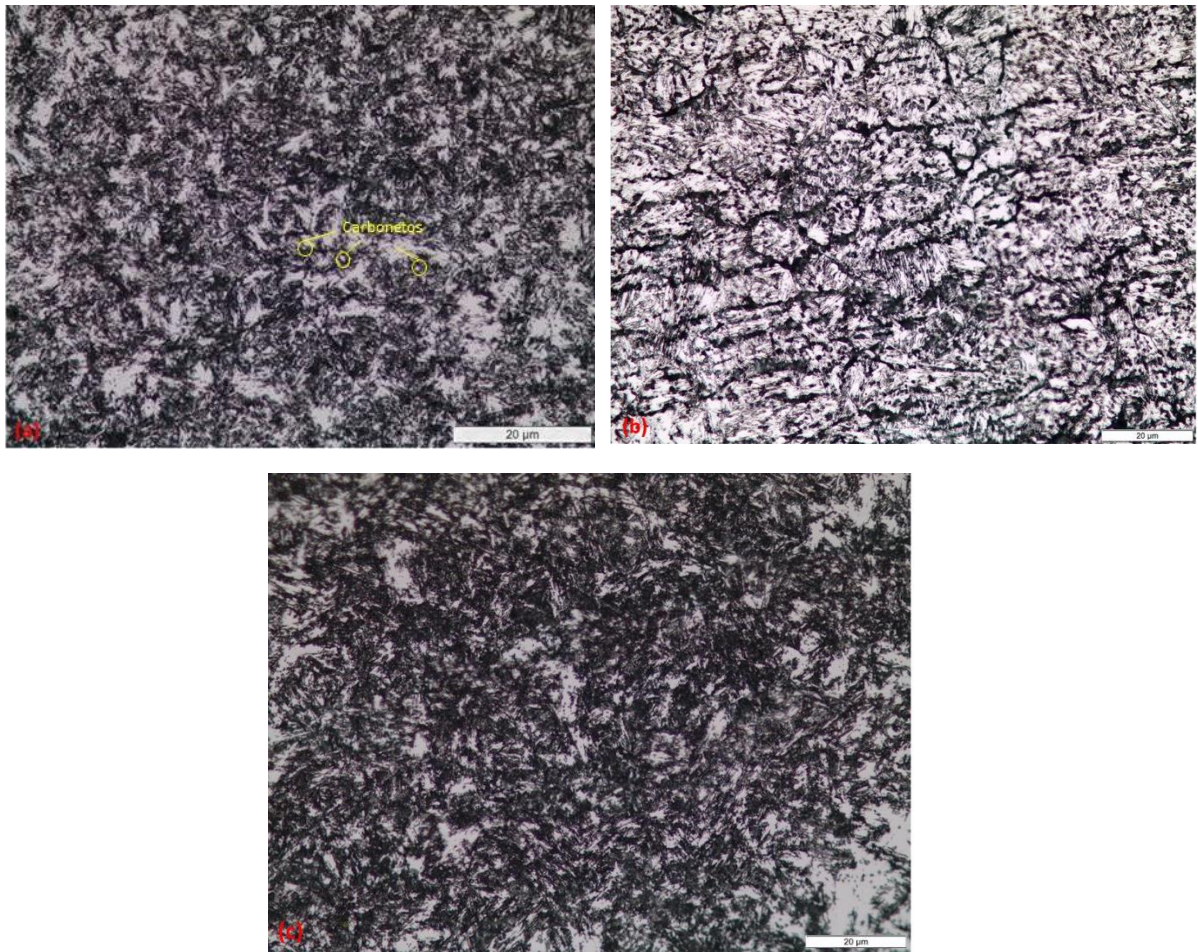


Figura 48: Microestruturas do aço 420A após austenitização e têmpera em 1015°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

Por fim, para a temperatura de austenitização de 1050°C (Figura 49), é possível observar que para os tempos de 30 e 60 minutos (Figuras 49a e 49b), a microestrutura não sofre muita alteração, mas no tempo de 120 minutos (Figura 49c) a microestrutura é predominantemente martensítica, onde as ripas se tornam mais evidentes. Porém, quando esses resultados são comparados com os de dureza mostrados na Figura 46, observa-se que, para essa temperatura, o tempo de 120 minutos foi o que apresentou o menor valor de dureza. Um fenômeno que contribui para a redução da dureza é a presença de austenita retida dentro das ripas de martensita, que normalmente aumenta com a temperatura e o tempo de austenitização [6].

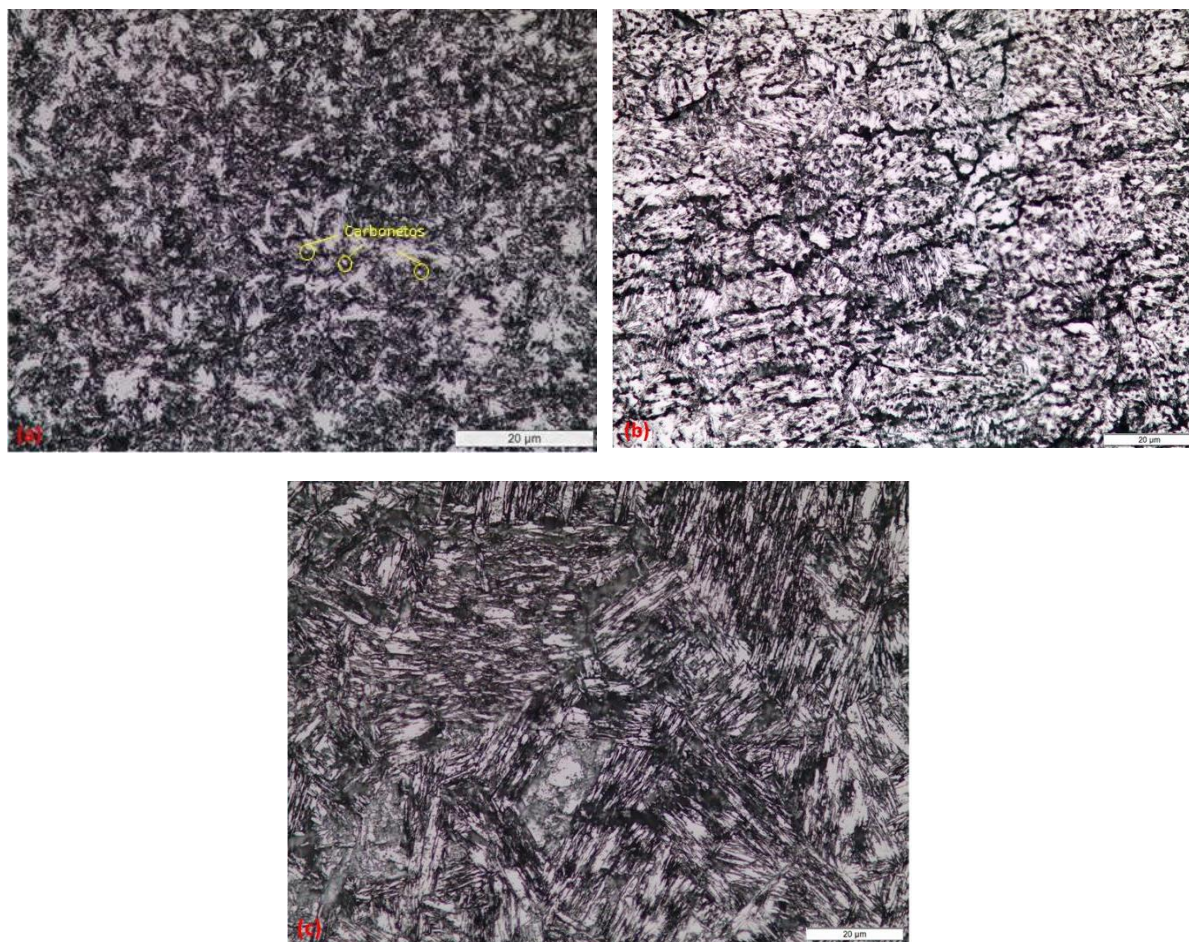


Figura 49: Microestruturas do aço 420A após austenitização e têmpera em 1050°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

A partir da observação das Figuras 47 a 49, é possível notar que o aumento da temperatura de austenitização proporcionou também um aumento na quantidade de martensita formada, sendo a condição com maior presença dessa fase a da autenitização realizada na temperatura de 1050°C e com tempo de encharque de 120 minutos, conforme visto na Figura 49c. Porém, essa condição foi a que apresentou maior queda de dureza, sendo assim, seriam necessárias outras análises para determinar a causa dessa queda de dureza.

Também é possível notar a presença de carbonetos na matriz, em uma maior quantidade na temperatura de 980°C (Figura 47) e essa quantidade vai diminuindo com o aumento da temperatura, até quase não ser notada na condição de maior temperatura de austenitização e tempo de encharque (Figura 49c).

5.2.3.2 Dureza e caracterização microestrutural após o tratamento de revenimento

Após passarem pelos tratamentos de austenitização seguido de têmpera, as amostras passaram pelo tratamento de revenimento nas temperaturas de 200°C e 400°C, conforme foi descrito no tópico 4.2.2.1. O tratamento de revenimento é necessário pois após a têmpera o aço é duro e frágil, e ainda pode conter austenita retida. Dessa forma, o revenimento irá reduzir a fragilidade, aumentar a ductilidade e tenacidade e reduzir tensões residuais. Durante esse tratamento, o endurecimento secundário devido a precipitação dos carbonetos pode aumentar a dureza do material [6]. Vale ressaltar que a precipitação e crescimento de fases secundárias (principalmente os carbonetos) durante o revenimento possui grande influência nas propriedades dos aços inoxidáveis martensíticos durante seu uso [50].

Com a realização do tratamento de revenimento, foi realizada uma nova medição de dureza desse aço. A Tabela 19 mostra os resultados de dureza Vickers obtidos após o revenimento realizado na temperatura de 200°C e a Tabela 20 mostra os resultados de dureza Vickers para o revenimento realizado na temperatura de 400°C.

Tabela 19: Dureza Vickers do aço 420A após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 200°C

Temperatura/Tempo	30 min	60 min	120 min
980°C	504 ± 5	481 ± 4	437 ± 4
1015°C	571 ± 4	637 ± 5	576 ± 10
1050°C	490 ± 6	503 ± 5	457 ± 8

Tabela 20: Dureza Vickers do aço 420A após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 400°C

Temperatura/Tempo	30 min	60 min	120 min
980°C	484 ± 8	510 ± 3	446 ± 8
1015°C	489 ± 7	500 ± 8	449 ± 7
1050°C	442 ± 5	458 ± 8	415 ± 5

Ao serem comparados os resultados obtidos para as duas temperaturas de revenimento empregadas mostrados nas Tabelas 19 e 20, é possível observar que, no geral, a temperatura de 200°C apresentou valores de dureza elevados mesmo após o revenimento, diferente do que ocorreu com o revenimento realizado a 400°C, que apresentou valores de dureza mais baixos. A partir disso, ao ser realizada a análise apenas da Tabela 20, também é possível verificar que os maiores valores de dureza foram os obtidos quando a austenitização foi realizada nas temperaturas de 980°C e 1015°C. A Figura 50 mostra a comparação da dureza após

austenitização e têmpera com a dureza após os revenimentos realizados nas temperaturas de 200°C e 400°C de acordo com os tempos de encharque utilizados.

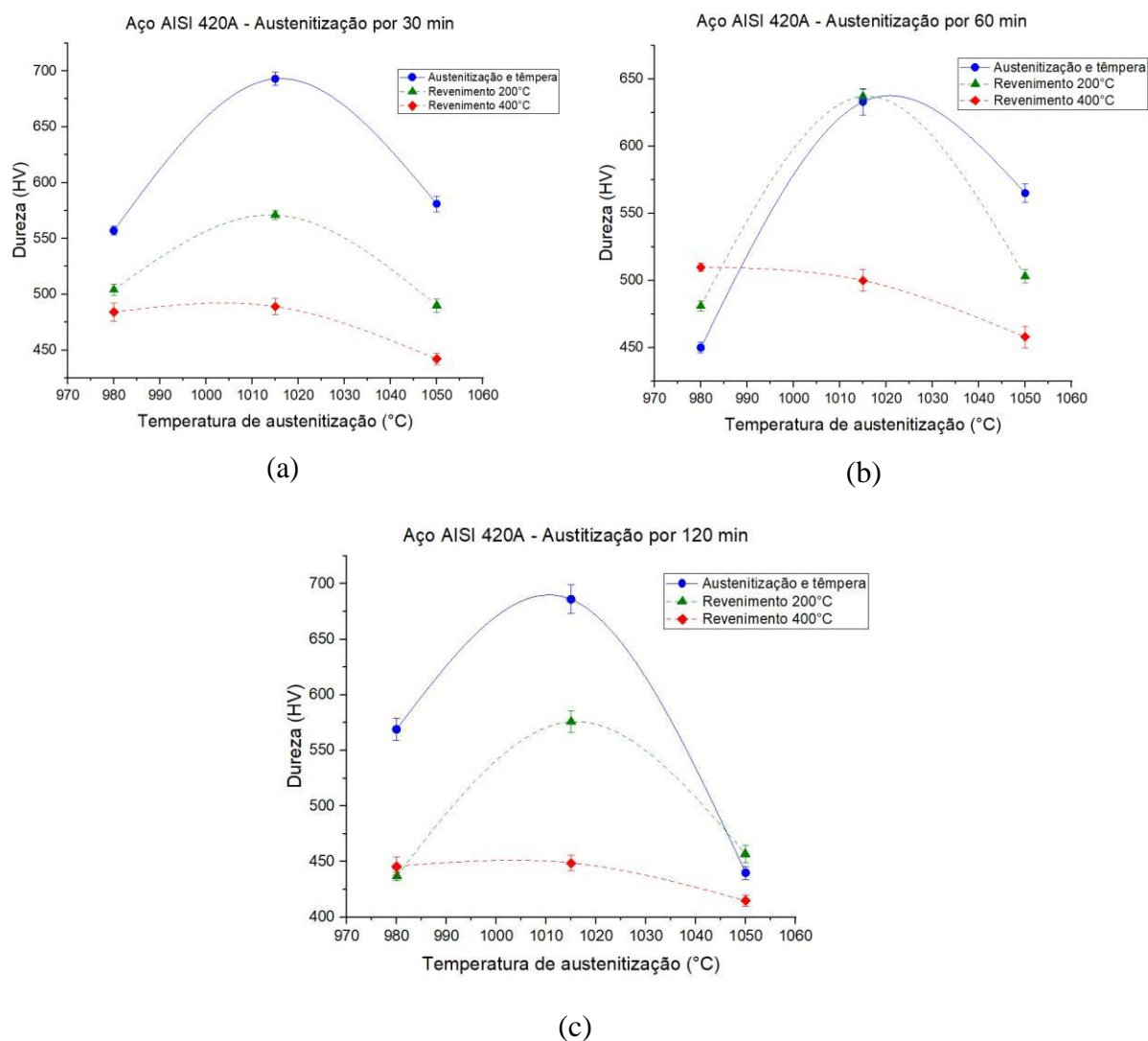


Figura 50: Dureza do aço 420A após revenimento com austenitização realizada por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

A partir da observação dos resultados apresentados na Figura 50, é possível notar que na temperatura de 1015°C houve maior redução de dureza, principalmente no revenimento realizado a 400°C.

Analisando os resultados mostrados na Figura 50b, também é possível notar que na temperatura de 980°C com tempo de encharque de 60 minutos, os valores de dureza após revenimento em ambas as temperaturas foram maiores que o encontrado após a têmpera. Esse fenômeno também foi observado na temperatura de 1050°C no tempo de 120 minutos no

revenimento em 200°C (Figura 50c). Esse aumento na dureza nessas condições pode ser um indicativo de que tenha ocorrido o fenômeno de endurecimento secundário [5].

Dessa forma, para verificar as mudanças microestruturais ocorridas após o revenimento, e justificar alguns resultados de dureza obtidos, foram analisadas as micrografias para todas as condições estudadas. Para o aço 420A, na temperatura de 980°C e nos tempos de 30, 60 e 120 minutos, as microestruturas após passarem pelo revenimento ficaram conforme mostradas nas Figuras 51a 53, respectivamente.

A partir da análise das micrografias apresentadas na Figura 51, foi possível notar que em ambas as temperaturas de revenimento há presença de austenita retida (parte mais clara da figura) e também de martensita revenida (emaranhado escuro).

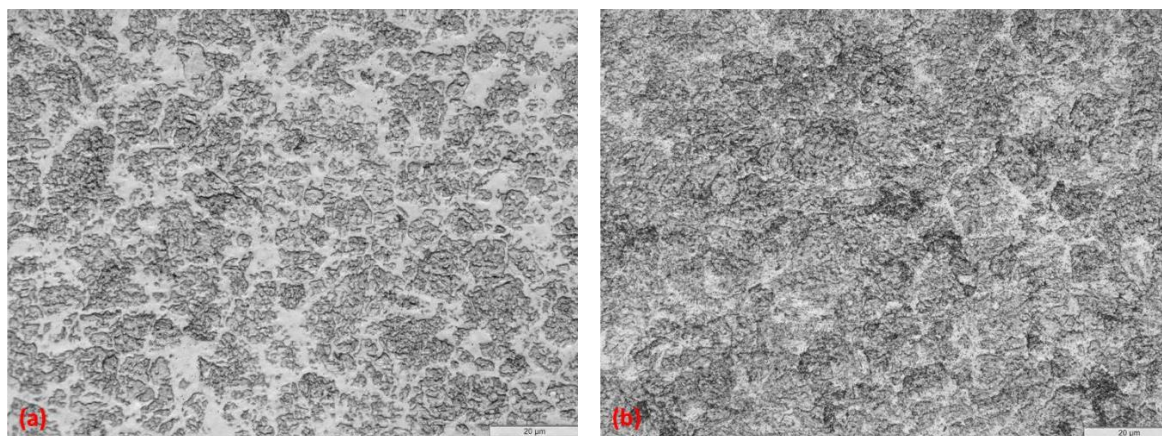


Figura 51: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 980°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Para o tratamento de têmpera que foi realizado em 980°C durante 60 minutos, quando é realizado o tratamento de revenimento também é possível observar que para a temperatura de 400°C (Figura 52b) houve um aumento na quantidade de martensita revenida formada em relação à temperatura de 200°C (Figura 52a). Nessa condição analisada, houve um aumento da dureza após o revenimento em ambas as temperaturas, conforme visto na Figura 50b. Quando as micrografias apresentadas na Figura 52 são comparadas com a micrografia mostrada na Figura 47b, foi possível notar que após a têmpera era possível que a microestrutura ainda apresentasse austenita retida e carbonetos, que já não foram muito notados após o revenimento nas duas temperaturas, o que é indicativo de que houve endurecimento secundário nessa situação estudada [5].

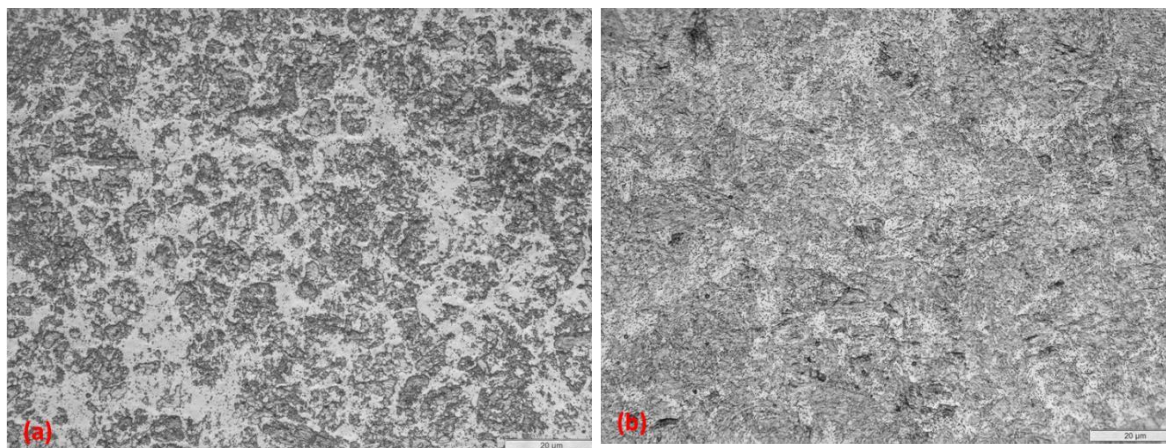


Figura 52: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 980°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Ao analisar o revenimento no material que passou previamente por têmpera em 980°C durante 120 minutos, é possível notar que em ambas as temperaturas houve uma pequena quantidade de austenita retida no material, sendo que na temperatura de 200°C (Figura 53a) há uma forte presença de carbonetos na microestrutura. Em ambas as temperaturas, houve redução da dureza em relação à amostra apenas temperada, conforme mostrado na Figura 50c, sendo que a dureza no revenimento em 200°C foi ligeiramente menor do que a da temperatura de 400°C.

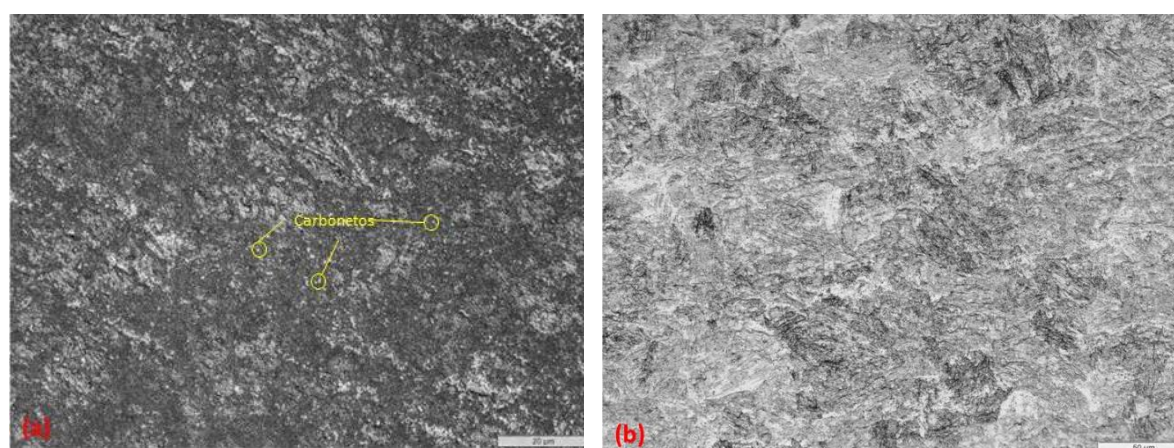


Figura 53: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 980°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C, com os carbonetos destacados e (b) 400°C.

Ainda analisando o aço 420A, agora na situação em que o tratamento de têmpera anterior foi realizado na temperatura de 1015°C e nos tempos de 30, 60 e 120 minutos, as

microestruturas após passarem pelo revenimento ficaram conforme mostradas nas Figuras 54 a 56, respectivamente.

Para a situação em que a têmpera anteriormente realizada com temperatura de 1015°C durante 30 minutos, é possível observar que após o revenimento realizado na temperatura de 400°C (Figura 54b), aparentemente houve uma ligeira redução na quantidade de austenita retida.

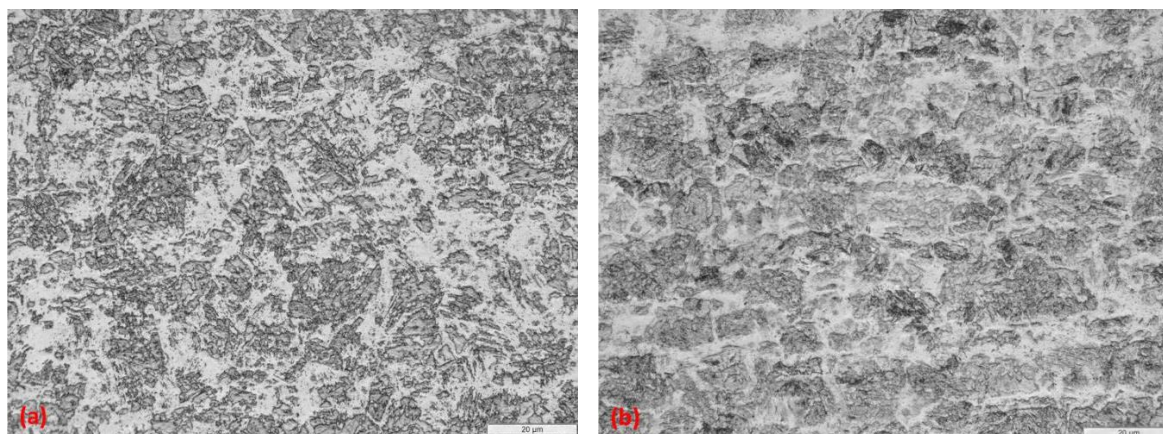


Figura 54: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1015°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Para o caso em que a têmpera anteriormente realizada com temperatura de 1015°C durante 60 minutos (Figura 55), é observada uma forte presença de carbonetos dispersos após o revenimento realizado na temperatura de 200°C (Figura 55a). Nessa condição, não houve variação de dureza, conforme visto na Figura 50b. Quando essa micrografia após o revenimento é comparada com a micrografia após a têmpera (Figura 48b), nota-se que após o revenimento há uma menor quantidade de austenita retida e maior quantidade de carbonetos dispersos do que após a têmpera, o que justifica o valor de dureza elevado após o revenimento, o que evidencia o fenômeno de endurecimento secundário [5]. Já para o revenimento realizado em 400°C, já há uma maior quantidade de austenita retida e o valor da dureza, conforme mostrado na Figura 50b, já é mais baixo.

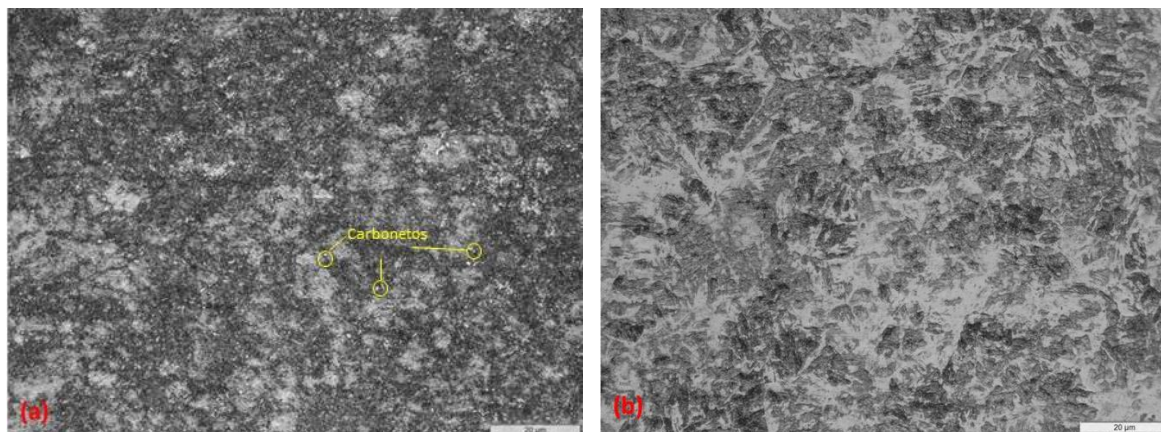


Figura 55: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1015°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Já para o caso em que a têmpera anteriormente realizada com temperatura de 1015°C durante 120 minutos (Figura 56), é possível notar que após o revenimento realizado na temperatura de 200°C (Figura 56a) ainda é possível notar a presença de alguns carbonetos na microestrutura, conforme destacado na Figura 56a, o que é um indicativo de que pode ter ocorrido a transformação do carboneto M_7C_3 para o $M_{23}C_6$ [5]. Quando o revenimento é realizado na temperatura de 400°C eles já não são notados por microscopia ótica (Figura 56b).

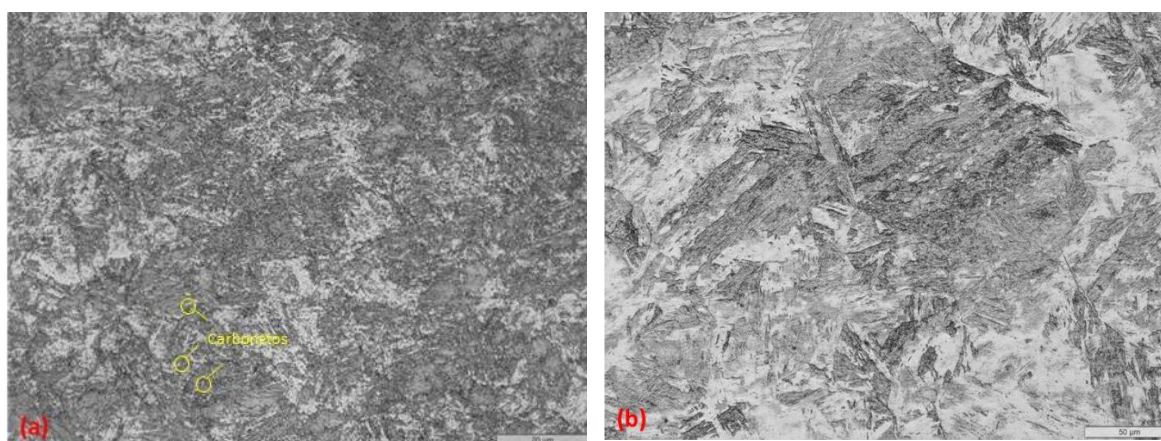


Figura 56: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1015°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Por fim, analisando a situação em que o tratamento de têmpera anterior para o aço 420A, na temperatura de 1050°C e nos tempos de 30, 60 e 120 minutos, as microestruturas após passarem pelo revenimento ficaram conforme mostradas nas Figuras 57 a 59, respectivamente.

Para o caso em que a têmpera anteriormente realizada com temperatura de 1050°C durante 30 minutos, é possível notar pela observação das micrografias que na situação em que

o revenimento foi realizado na temperatura de 400°C (Figura 57b) há uma maior quantidade de martensita revenida (emaranhado escuro) e de carbonetos (círculos brancos) do que na temperatura de 200°C (Figura 57a).

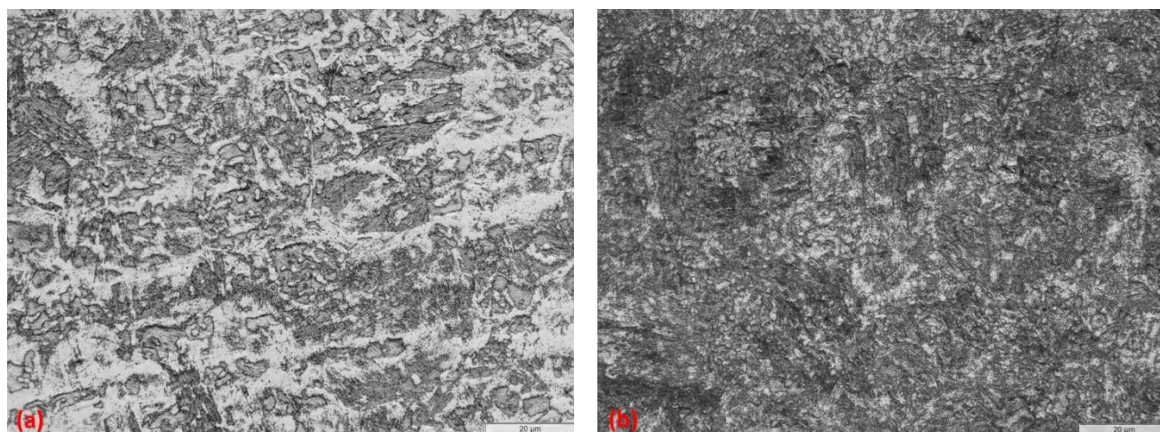


Figura 57: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1050°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Já na situação em que a têmpera foi anteriormente realizada com temperatura de 1050°C durante 60 minutos (Figura 58), é possível observar em ambas as temperaturas há pouca quantidade de austenita retida (região mais clara) dentro da microestrutura martensítica (região mais escura).

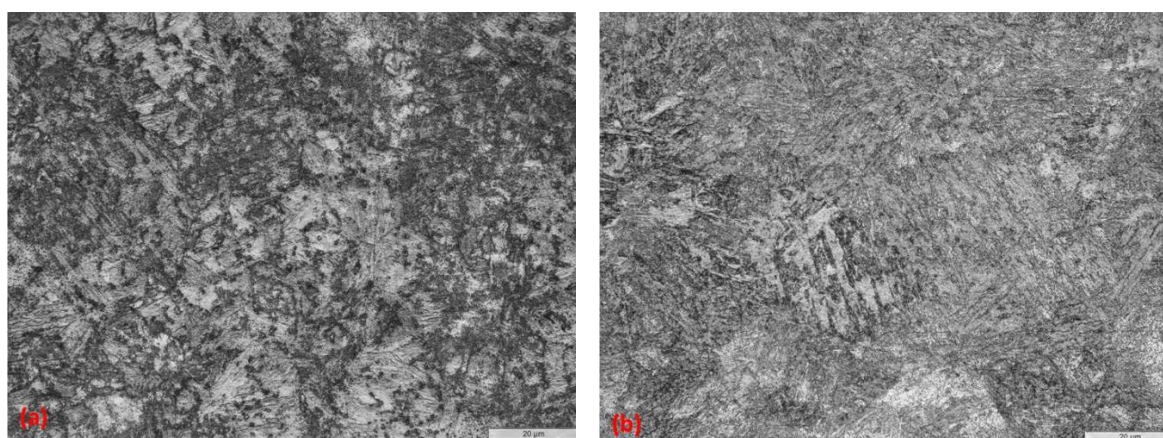


Figura 58: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1050°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Por fim, na situação em que a têmpera foi anteriormente realizada com temperatura de 1050°C durante 120 minutos, é possível observar que as micrografias para o revenimento realizado em 200°C (Figura 59a) e em 400°C (Figura 59b) são bem similares, sendo que a

temperatura de 400°C apresenta um pouco mais de austenita retida (parte branca) do que a temperatura de 200°C. Essa microestrutura também é bastante similar com a da amostra apenas temperada (Figura 49c). Os valores de dureza para essa situação são bem próximos, sendo o do revenimento a 200°C um pouco maior do que a da amostra temperada. Nesse caso, as mudanças microestruturais que ocorreram (obtenção da martensita revenida e dissolução dos carbonetos), não afetaram significativamente a dureza do material.

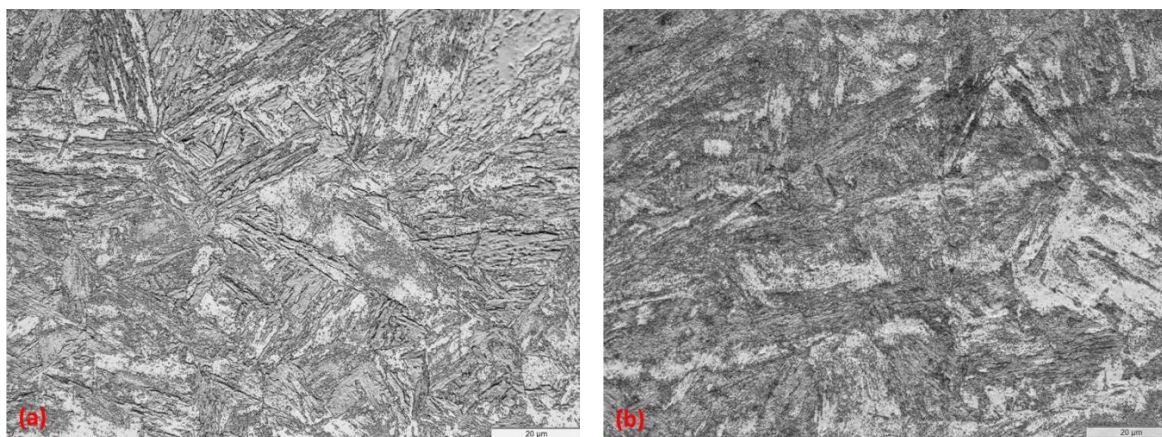


Figura 59: Microestrutura do aço 420A, austenitizado em 1050°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

5.2.3.3 Corrosão

Após sofrerem os tratamentos térmicos em todas as condições previamente citadas em 4.2.2.1, as amostras passaram pelos ensaios de corrosão, conforme descrito no tópico 4.2.2.5, para que fosse possível a obtenção das curvas de polarização para cada uma das condições estudadas.

As curvas de polarização são diagramas de potencial de eletrodo x densidade de corrente, que representam a influência da polarização sobre a densidade de corrente. Elas são utilizadas para avaliar a tendência de um material apresentar formação de pites quando sofre ataques localizados [72].

A partir na análise das curvas de polarização, é possível extrair alguns parâmetros eletroquímicos, como por exemplo: potencial de pite (E_{pite}), potencial de corrosão (E_{corr}), potencial de passivação (E_{pass}), densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) e densidade de corrente de passivação (i_{pass}). Os valores de densidade de corrente e potencial de corrosão são obtidos pelo método de extrapolação de Tafel, utilizando o software Origin®, conforme descrito na seção 4.2.2.5.3. A Figura 60 mostra a curva de polarização para o aço 420A na

condição como recebida e os parâmetros eletroquímicos obtidos a partir dela se encontram na Tabela 21.

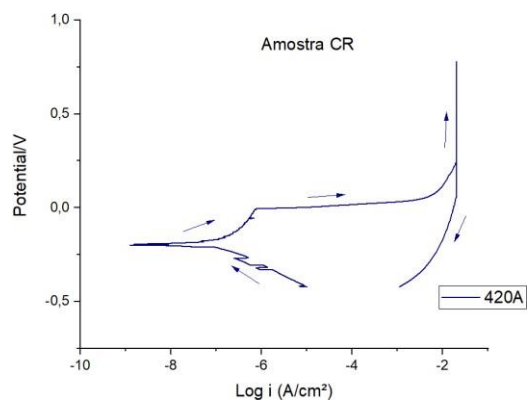


Figura 60: Curva de polarização do aço 420A no estado como recebido.

Tabela 21: Parâmetros eletroquímicos obtidos para a amostra como recebida do aço 420A.

i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
0,078	-	-0,238	-0,2	-

A Figura 61 mostra as curvas de polarização para do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera para as três temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 22 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para todas as condições.

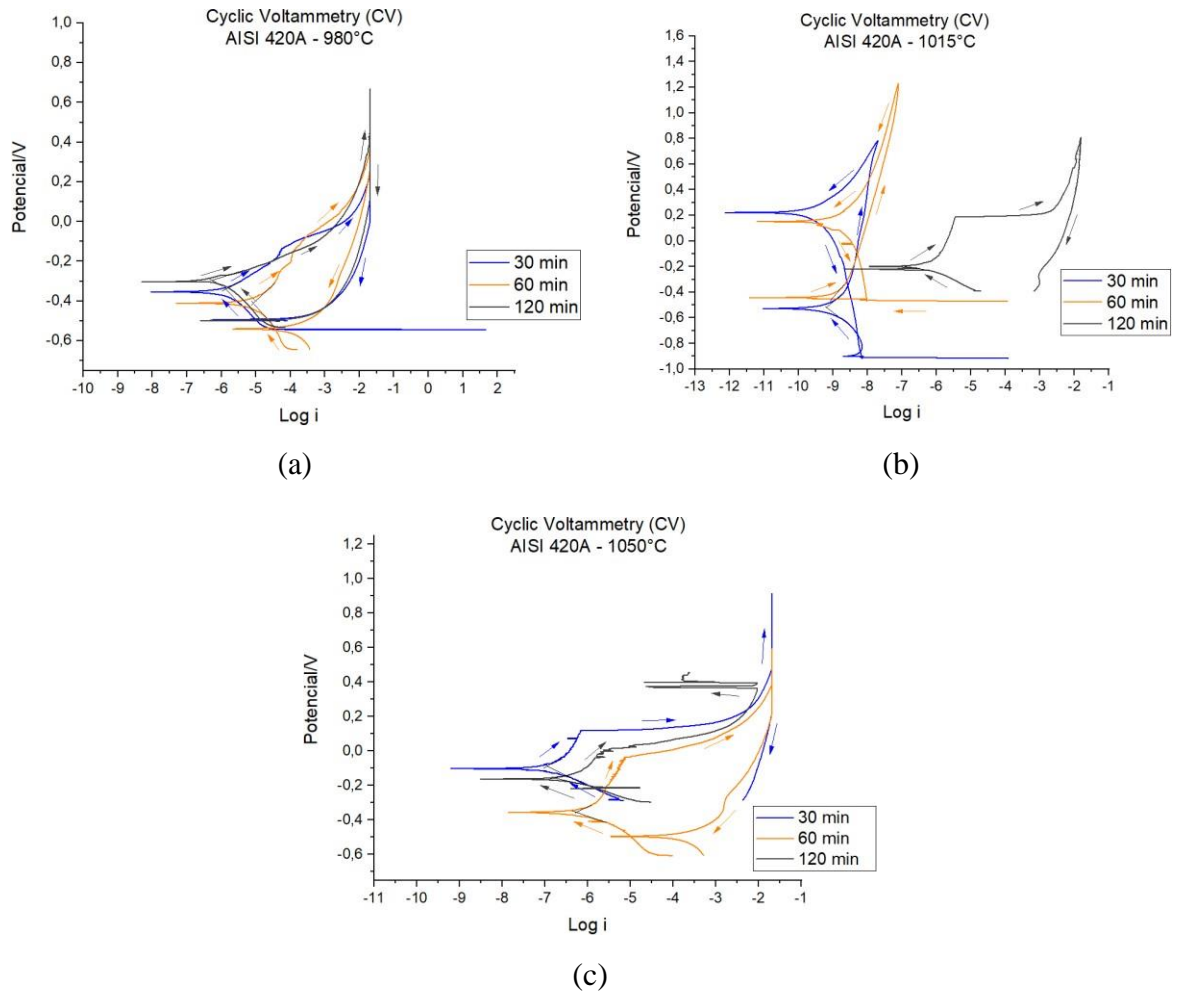


Figura 61: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera a (a) 980°C, (b) 1015°C e (c) 1050°C.

Tabela 22: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera.

980°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	1,411	4,006	-0,128	-0,353	-0,202
60 min	8,577	35,392	-0,066	-0,411	-0,233
120 min	0,527	4,508	0,396	-0,303	-0,081
1015°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,001	0,002	0,677	-0,528	-0,288
60 min	0,001	0,002	-0,022	-0,447	-0,278
120 min	0,217	1,212	0,187	-0,216	-0,102
1050°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,117	0,175	0,114	-0,103	-0,03
60 min	0,519	1,459	-0,039	-0,358	-0,256
120 min	0,163	0,337	0,036	-0,163	-0,103

A partir dos resultados apresentados na Tabela 22, serão analisados alguns aspectos relacionados a corrosão desse material. Iniciando com a análise do potencial de pite, que é quando ocorre o crescimento estável do pite, é possível observar que todas as condições estudadas apresentaram um potencial de pite maior do que a amostra como recebida, que possui potencial no valor de -0,238 V, indicando uma melhora na resistência à corrosão do material. Para a temperatura de austenitização de 980°C, o maior potencial de pite ocorreu para o tempo utilizado de 120 min, cujo valor foi de 0,396 V. Já para a temperatura de 1015°C, o maior potencial (0,677 V) ocorreu no tempo de 30 minutos e na temperatura de 1050°C, o maior potencial foi de 0,114 V, também no tempo de 30 minutos.

Dessa forma, como o maior potencial de pite encontrado foi na condição de austenitização em 1015°C com tempo de encharque de 30 minutos, tem-se a melhor resistência à corrosão por pite nesse caso. A condição que apresenta maior susceptibilidade a apresentar corrosão por pite dentre todas as investigadas é a com temperatura de austenitização de 980°C e tempo de encharque de 30 minutos, pois valores mais baixos do potencial de pite indicam uma maior susceptibilidade à corrosão por pite [11]. A Figura 62 mostra a micrografia em MEV para essa condição e comprova que houve corrosão por pite.

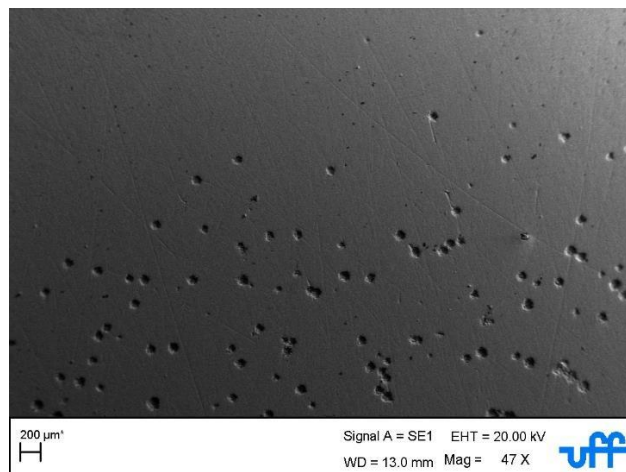


Figura 62: Micrografia após ensaio de corrosão do aço 420A que passou por têmpera a 980°C por 30 minutos.

A resistência à corrosão pode ser verificada a partir da análise dos valores de densidade de corrente de corrosão, sendo que quanto menor for esse valor, maior será a resistência à corrosão daquele material. A partir dos resultados mostrados na Tabela 22, quando analisados os resultados da austenitização realizada na temperatura de 980°C, é observado que a melhor resistência à corrosão ocorre quando o tempo adotado é o de 120 minutos, que possui valor de 0,527 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$. Para as temperaturas de 1015°C e 1050°C, a melhor resistência à corrosão ocorre para o tempo de 30 minutos, com respectivos valores de 0,001 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$ e 0,117 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$.

Ao comparar as três temperaturas estudadas, a de 1015°C foi a que apresentou melhor resistência à corrosão, que também é a temperatura que apresentou os melhores resultados de dureza nessa etapa de tratamento térmico, conforme foi visto no tópico 5.2.3.1. Com relação a densidade de corrente de passivação, os menores valores também são na temperatura de 1015°C, nos tempos de 30 e 60 minutos especialmente. Os valores mais baixos de corrente de passivação indicam uma melhor passivação contra a corrosão generalizada [11].

A Figura 63 mostra as curvas de polarização para do aço 420A após o tratamento de austenitização realizado na temperatura de 980°C, têmpera e revenimento nas duas temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 23 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para as condições citadas.

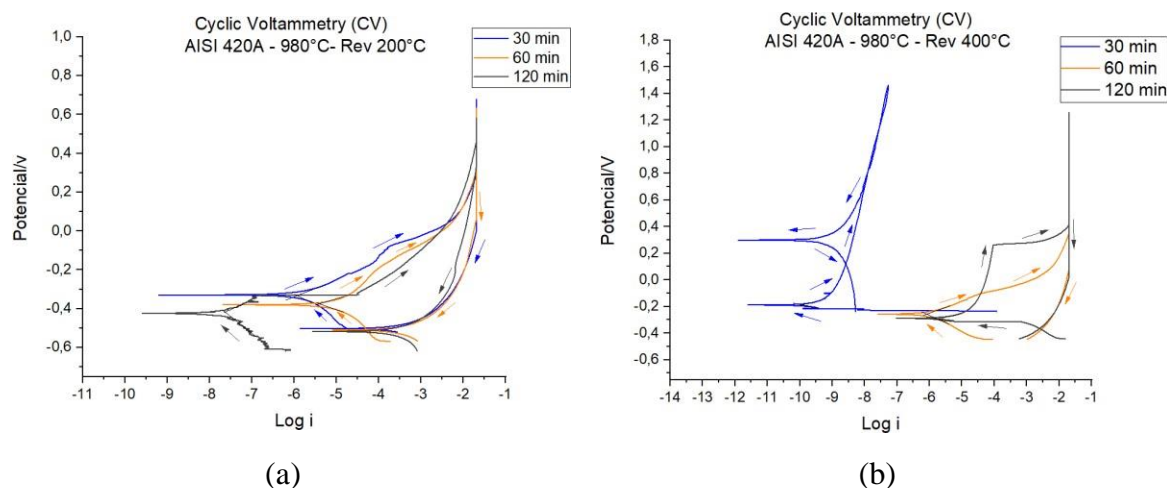


Figura 63: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C

Tabela 23: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre passivação; **: não sofre pites).

	Revenimento a 200°C				
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	1,111	5,422	-0,075	-0,331	-0,196
60 min	3,854	15,332	0,296	-0,377	-0,253
120 min	0,024	*	-0,333	-0,424	*
	Revenimento a 400°C				
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,0001	0,0003	0,843	-0,188	-0,08
60 min	0,745	39,301	**	-0,257	0,014
120 min	1,860	7,850	0,262	-0,288	-0,185

A partir dos resultados obtidos após o tratamento de revenimento, foi possível compará-los com os resultados das amostras que passaram apenas pela têmpera, com austenitização na temperatura de 980°C, conforme mostrado na Figura 64.

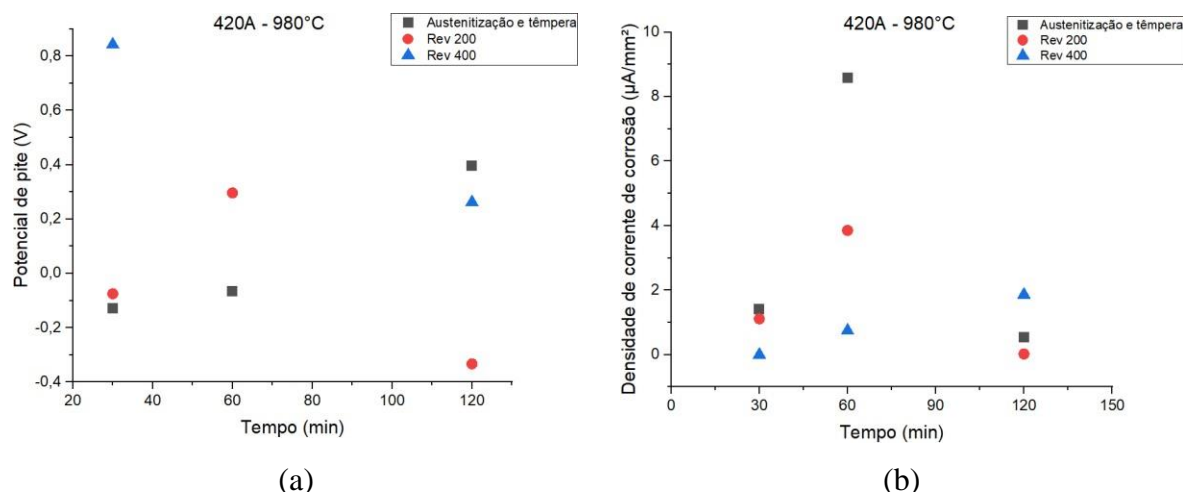


Figura 64: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420A que passou por têmpera em 980°C e depois pelo revenimento.

Pela análise da Figura 64a, é possível observar que houve aumento do potencial de pite após o revenimento para as amostras com tempo de encharque de 30 minutos, sendo o revenimento realizado em 400°C o que apresentou um maior aumento desse parâmetro. No tempo de 60 minutos, o revenimento em 400°C não apresenta pites (por essa razão não está representado no gráfico) e há aumento do potencial de pite para o revenimento em 200°C em relação a amostra apenas temperada. Já para a tempo de 120 minutos ocorreu o inverso, já que houve diminuição do potencial de pite após o revenimento nas duas temperaturas.

Já com relação a densidade de corrente de corrosão, Figura 64b, os tempos de 30 e 60 minutos apresentaram redução da densidade de corrente de corrosão após o revenimento, sendo essa redução mais significativa no revenimento em 400°C. No tempo de 120 minutos, essa redução ocorreu apenas para o revenimento em 200°C. Dessa forma, em todos esses parâmetros adotados houve indicativo de melhora na resistência à corrosão. Já para o revenimento de 400° houve um aumento desse parâmetro. A redução da densidade de corrente de corrosão é fortemente influenciada pela dissolução de cromo [5].

A Figura 65 mostra as curvas de polarização para do aço 420A após o tratamento de austenitização realizado na temperatura de 1015°C, têmpera e revenimento nas duas temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 24 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para as condições citadas.

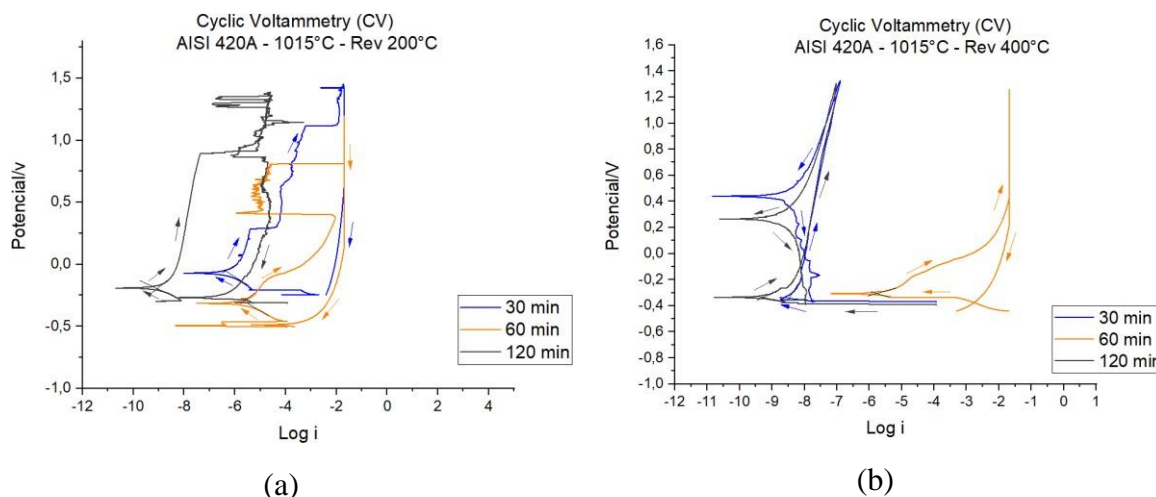


Figura 65: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C

Tabela 24: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre pites).

Revenimento a 200°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,44	0,675	0,285	-0,073	0,112
60 min	2,213	6,458	0,398	-0,315	-0,113
120 min	0,001	0,002	0,892	-0,193	-0,056
Revenimento a 400°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,003	0,005	*	-0,348	-0,206
60 min	1,598	19,965	0,402	-0,31	0,022
120 min	0,0004	0,002	*	-0,336	-0,225

Para a comparação dos resultados após austenitização previamente realizada na temperatura de 1015°C com os resultados após o revenimento, serão utilizados os gráficos mostrados na Figura 66.

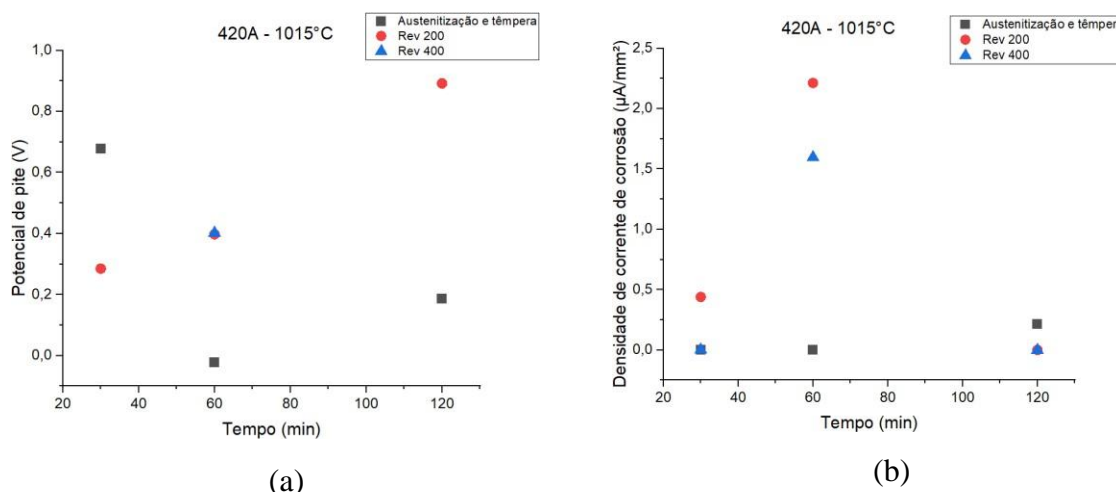


Figura 66: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420A que passou por têmpera em 1015°C e depois pelo revenimento.

Para a temperatura de austenitização de 1015°C, é possível notar pela análise da Figura 66a que para os tempos de 30 e 120 minutos não houve indício de formação de pites para o revenimento em 400°C. Para o tempo de 60 minutos, o potencial de pite foi muito próximo após o revenimento em ambas as temperaturas, apresentando um aumento com relação a amostra que passou apenas pela têmpera. Houve uma redução de potencial de pite após o revenimento em 200°C para o tempo de 30 minutos e aumento para o tempo de 120 minutos.

Com relação a densidade de corrente de corrosão (Figura 66b), para o tempo de 60 minutos, houve aumento desse parâmetro para ambas as temperaturas de revenimento. Já para o tempo de 120 minutos, esse parâmetro diminuiu para ambas as temperaturas de revenimento, indicando uma melhora da resistência à corrosão para essa condição estudada. No tempo de 30 minutos, a densidade de corrente de corrosão aumenta para o revenimento realizado em 200°C e permanece o mesmo para o revenimento realizado em 400°C.

A Figura 67 mostra as curvas de polarização para do aço 420A após o tratamento de austenitização realizado na temperatura de 1050°C, têmpera e revenimento nas duas temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 25 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para as condições citadas.

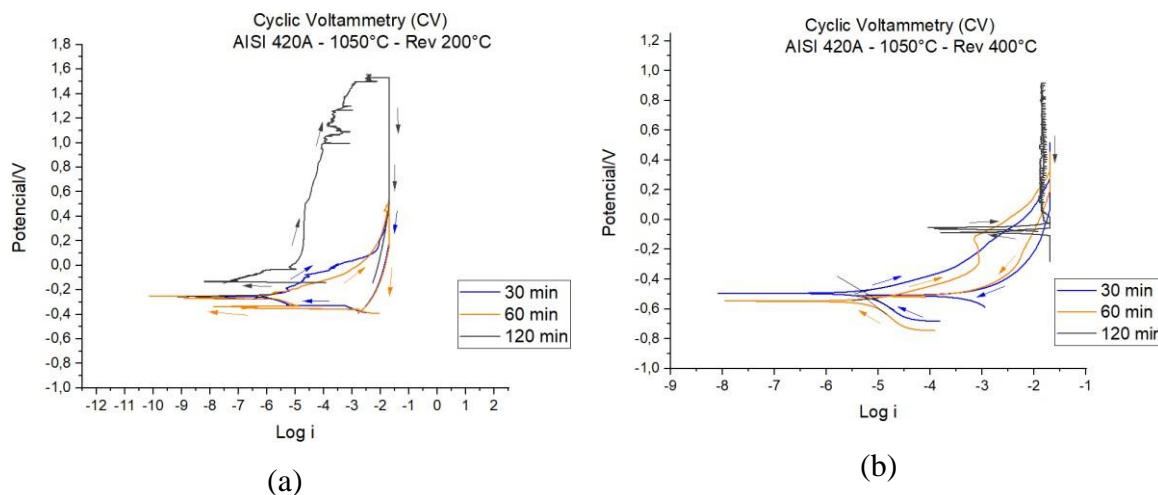


Figura 67: Curvas de polarização do aço 420A após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C.

Tabela 25: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420A após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre pites; -: corrosão generalizada).

Revenimento a 200°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,786	319,742	0,299	-0,254	0,116
60 min	0,002	1,883	0,442	-0,254	-0,073
120 min	0,041	0,957	0,991	-0,134	0,081
Revenimento a 400°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{i}te}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	5,282	21,568	0,263	-0,496	-0,28
60 min	5,891	11,295	-0,113	-0,548	-0,314
120 min	1624,318	-	*	-0,085	-

Para a comparação dos resultados após austenitização previamente realizada na temperatura de 1050°C com os resultados após o revenimento, serão utilizados os gráficos mostrados na Figura 68.

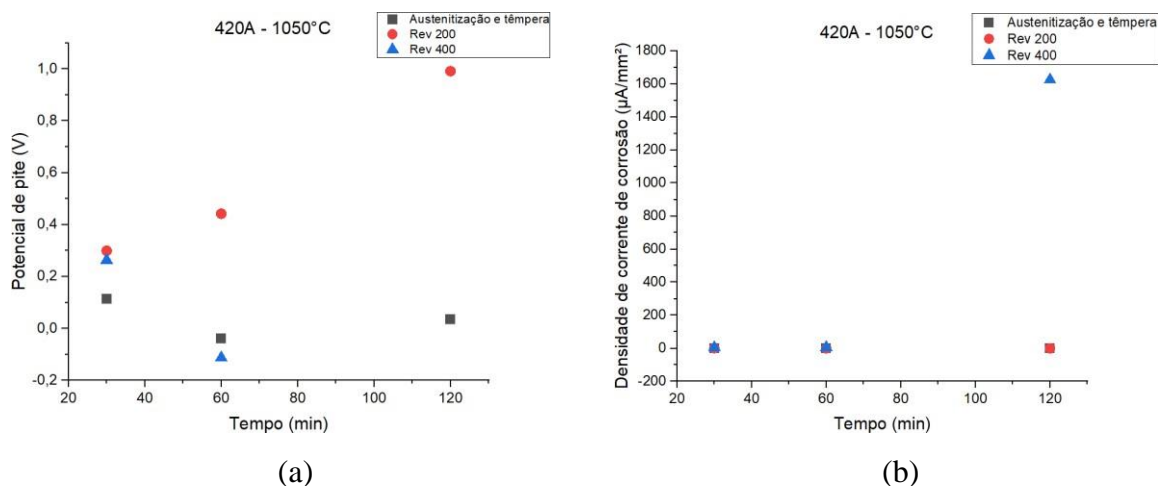


Figura 68: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420A que passou por têmpera em 1050°C e depois pelo revenimento.

Pela observação da Figura 68a, é possível observar que para a temperatura de revenimento de 200°C, houve aumento do potencial de pite nos três tempos estudados. Já para o revenimento realizado em 400°C, o potencial de pite aumentou para o tempo de 30 minutos, diminuiu para o tempo de 60 minutos e não houve indicativo de ocorrência de pite no tempo de 120 minutos. Já com relação a densidade de corrente de corrosão (Figura 68b), foi possível observar um aumento significativo deste parâmetro para o revenimento realizado na temperatura de 400°C quando a amostra foi submetida previamente a têmpera durante o tempo de 120 minutos. Para as demais condições, não houve grandes variações nesses valores.

5.2.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura/EDS

A partir dos resultados encontrados nos ensaios de dureza e corrosão realizados em todas as condições estudadas, foram selecionadas apenas algumas condições para a realização de microanálise de espectroscopia de raios X por energia dispersiva de EDS, bem como as suas respectivas micrografias, conforme foi descrito no tópico 4.2.2.6. Essas condições para o aço 420A foram as seguintes: após a austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C e tempos de encharque de 30 e 120 minutos e após o revenimento realizado a temperatura de 400°C, também com austenitização a 1015°C nos tempos de 30 e 120 minutos. A amostra como recebida também foi analisada. Todas as análises foram realizadas após os ensaios de corrosão.

A Figura 69 mostra a micrografia da amostra 420A no estado como recebida após passar pelo ensaio de corrosão e é possível observar claramente a presença dos carbonetos dispersos (pontos brancos) na matriz ferrítica.

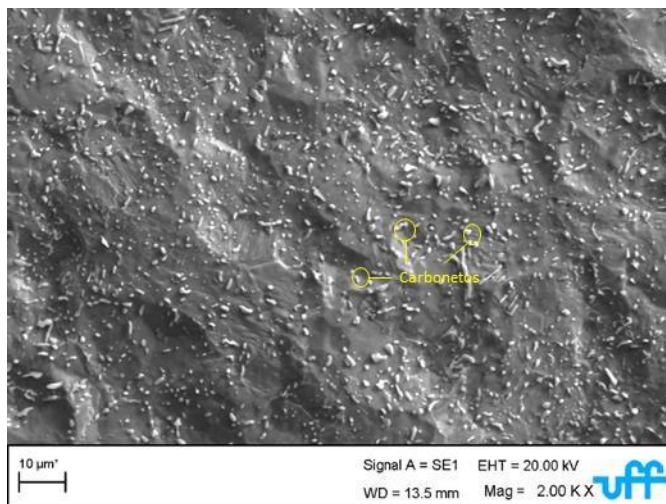


Figura 69: Micrografia em MEV do aço 420A no estado como recebido, após ensaio de corrosão.

Foram então realizadas duas análises pontuais de EDS na amostra como recebida, nos pontos mostrados na Figura 70 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 71. O ponto EDS 1 corresponde à análise realizada na matriz e o ponto EDS 2 corresponde à análise realizada no carboneto.

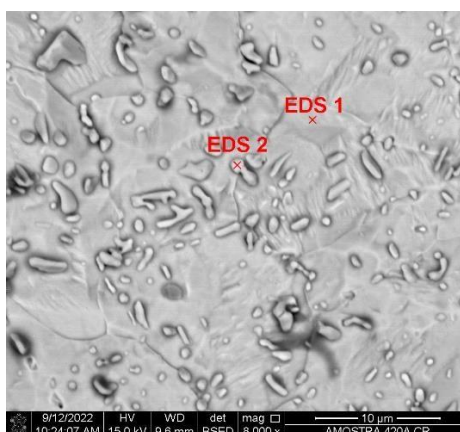
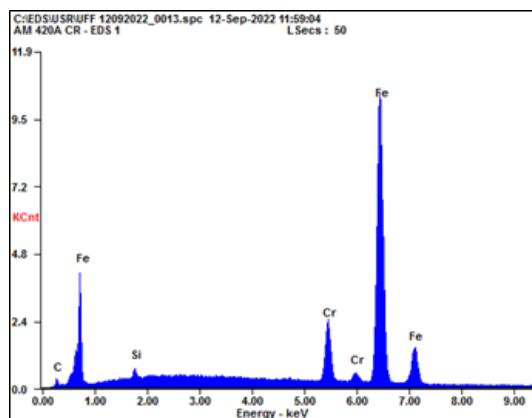
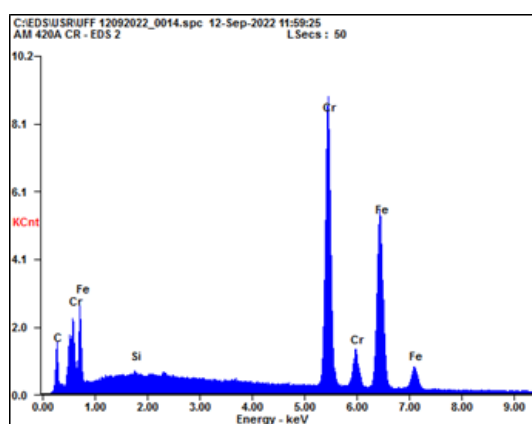


Figura 70: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A no estado como recebido.



(a)

Elemento	Peso %
Si	0,51
Cr	9,98
Fe	88,34



(b)

Elemento	Peso %
Si	0,21
Cr	45,50
Fe	48,55

Figura 71: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A como recebido realizada (a) na matriz ferrítica e (b) no carboneto.

A perda de resistência à corrosão nos aços inoxidáveis martensíticos ocorre quando há redução no teor de Cromo dissolvido na interface matriz/carboneto, isso porque na formação desse carboneto há um maior consumo desse elemento, levando a uma depleção do mesmo na vizinhança desse carboneto. Dessa forma, há uma maior possibilidade de o teor de cromo atingir valores abaixo do necessário para a formação da camada passiva, que é por volta de 10,5% [73].

Sendo assim, pela análise da Figura 71a, que mostra a análise realizada na matriz do aço, é possível notar que a porcentagem de peso do Cromo é de 9,98%, indicando que houve um empobrecimento de Cromo no material devido a precipitação dos carbonetos, o que faz com que o material apresente uma menor resistência à corrosão, visto que este elemento é o que possibilita a formação do filme passivo, responsável pela proteção da superfície do material.

Já para a análise realizada no carboneto (Figura 71b), observa-se que a porcentagem em peso é de: 45,5 de Cr, 48,55 de Fe, 5,74 de C e 0,21 de Si. Aços com mais de 0,2% de carbono e com teor de cromo entre 12-13%, que é o caso do aço 420A, podem conter os carbonetos do

tipo M_3C , M_7C_3 e $M_{23}C_6$, sendo M consistindo principalmente de ferro e cromo, conforme visto também na análise realizada pelo ThermoCalc®, mostrada na Figura 44, da seção 5.2.2. A precipitação desses carbonetos é dependente do tempo, com o M_3C precipitando primeiro, seguido do M_7C_3 e depois o $M_{23}C_6$ [6]. O espectro apresentado na Figura 71b indica que o carboneto analisado é do tipo $M_{23}C_6$, uma vez que possui valor elevado de Cromo, fenômeno também encontrado por Isfahany, Saghafian e Borhani (2010) [5].

A Figura 72 mostra a micrografia do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 30 minutos. Para essa condição, não é notada a presença de corrosão na superfície do material, corroborando com o que foi discutido na seção 5.2.3.3, em que foi dito que essa combinação de parâmetros, quando apenas o tratamento de têmpera é realizado, é o que apresentaria melhor resistência à corrosão.

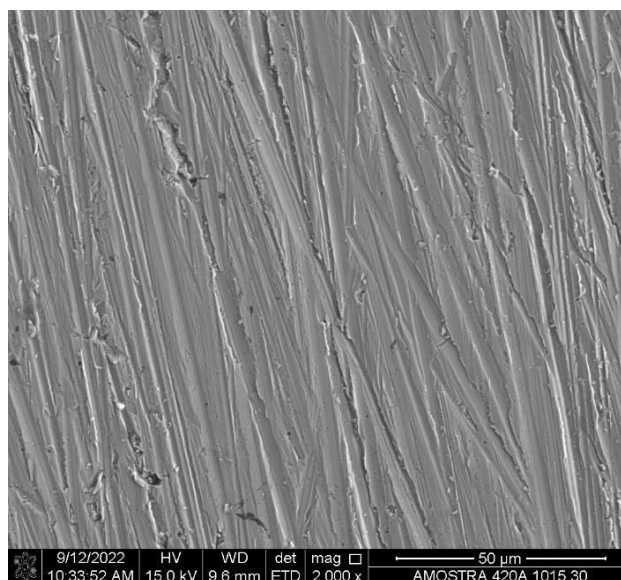


Figura 72: Micrografia em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos, mostrando apenas as marcas de lixa da preparação da amostra.

Foi, então, realizada uma análise pontual de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos, conforme mostrado na Figura 73 e o resultado semiquantitativo se encontra na Figura 74.

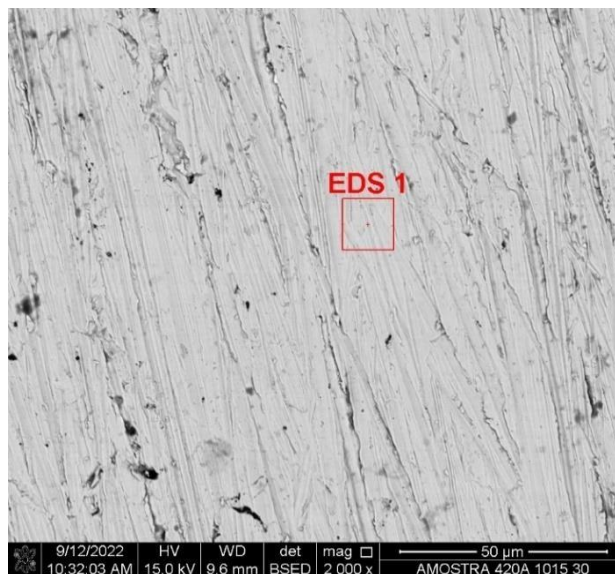
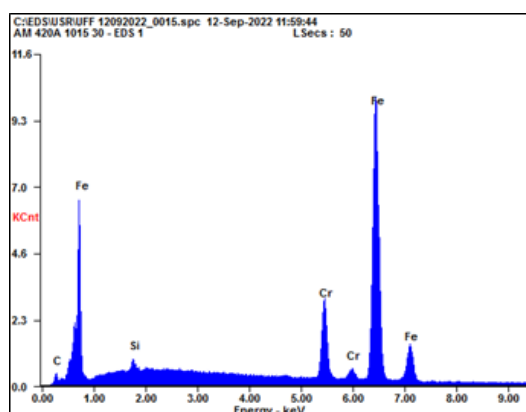


Figura 73: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 30 minutos.



Elemento	Peso %
Si	0,60
Cr	13,03
Fe	84,77

Figura 74: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 30 minutos.

Pela análise da Figura 74, é possível observar que a porcentagem de peso de Cromo é de 13,03%, indicando que não houve depleção de Cromo para essa condição de tratamento térmico aplicada. Dessa forma, o filme passivo não é comprometido, o que garante a resistência à corrosão do material para essa condição.

A Figura 75 mostra a micrografia do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos. Ao serem comparados com os resultados de corrosão, essa condição apresentou um valor mediano de potencial de pite (0,1867 V), conforme apresentado na Tabela 23. O valor da densidade de corrente de corrosão também foi mais elevado (0,217 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$), o que apontou uma menor resistência à corrosão.

Esses dois valores justificam, então, a presença de pites e do início de corrosão na superfície da amostra.

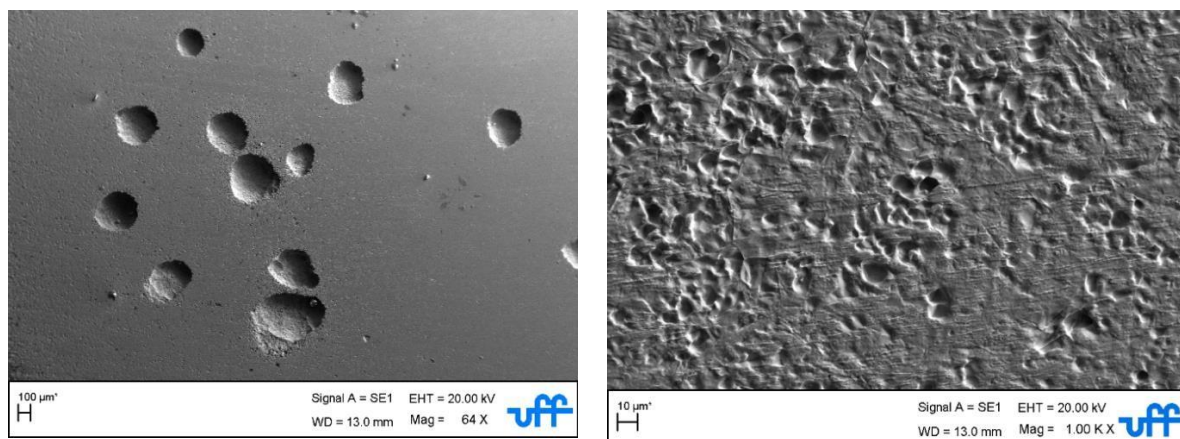


Figura 75: Micrografias em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos.

Foram então realizadas três análises pontuais de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos, nos pontos mostrados na Figura 76 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 77. O ponto destacado como EDS 1 é mais distante da região onde houve presença de corrosão, o ponto EDS 2 já foi escolhido em uma região de corrosão e o ponto EDS 3 é um ponto mais próximo da borda do pite.

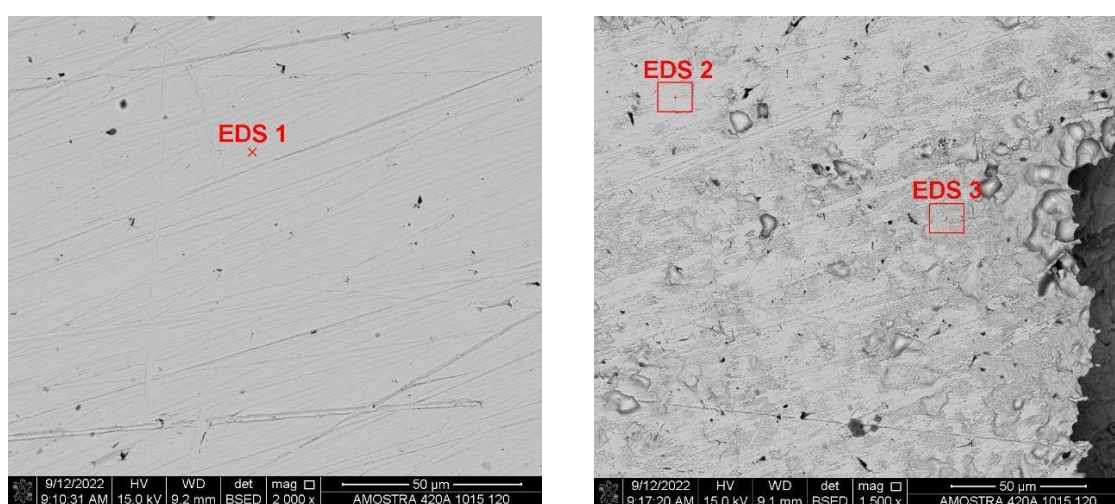
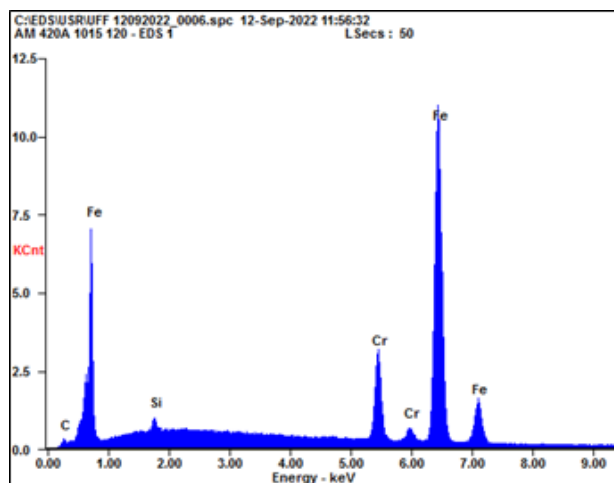
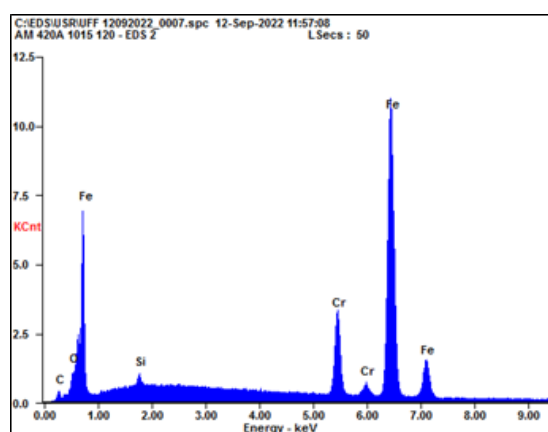


Figura 76: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 120 minutos.



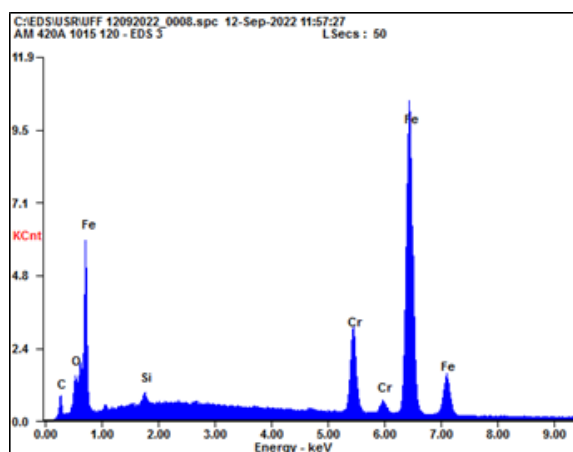
(a)

Elemento	Peso %
Si	0,62
Cr	12,51
Fe	85,92



(b)

Elemento	Peso %
Si	0,63
Cr	13,08
Fe	84,00



(c)

Elemento	Peso %
Si	0,62
Cr	12,45
Fe	82,44

Figura 77: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 120 minutos, realizada (a) no ponto EDS1; (b) no ponto EDS2 e (c) no ponto EDS3.

Pela observação da Figura 77, nota-se que praticamente não há variação de Cromo nos 3 pontos distintos onde a análise de EDS foi realizada, não sendo notada a depleção do elemento nessa condição, uma vez que só foi possível a análise na região da matriz. As regiões onde havia

presença de carbonetos já estava corroída (é possível notar buracos na superfície mostrada na Figura 75), dessa forma, não é possível analisar a região onde ocorreu o pite.

A Figura 78 mostra a micrografia do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 30 minutos e que depois sofreu revenimento na temperatura de 400°C durante 60 minutos. É possível notar que houve corrosão generalizada nessa situação e que há uma forte presença de carbonetos na microestrutura do material. Os carbonetos não dissolvidos e os formados durante o revenimento podem ser distinguidos pelo tamanho, pois os não dissolvidos são muito maiores do que os precipitados durante o revenimento [50].

Ao se comparar com a amostra apenas temperada, conforme visto na Figura 72, nota-se que houve uma piora da resistência à corrosão do aço após o tratamento de revenimento, que está associado com a formação dos carbonetos.

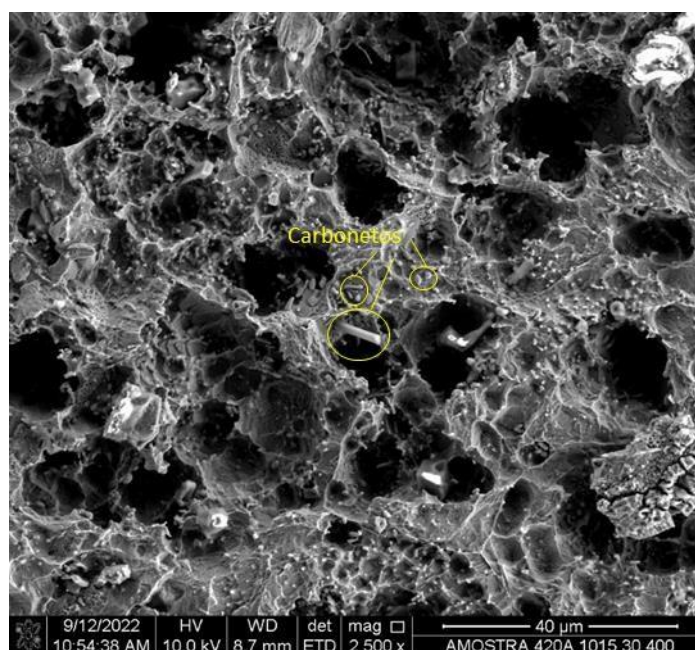


Figura 78: Micrografia em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos e revenimento a 400°C durante 60 minutos.

Foram então realizadas duas análises pontuais de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 30 minutos e depois foram revenidas na temperatura de 400°C, nos pontos mostrados na Figura 79 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 80. O ponto EDS 1 foi para realizar a análise da matriz e o ponto EDS 2 foi para realizar a análise do carboneto.

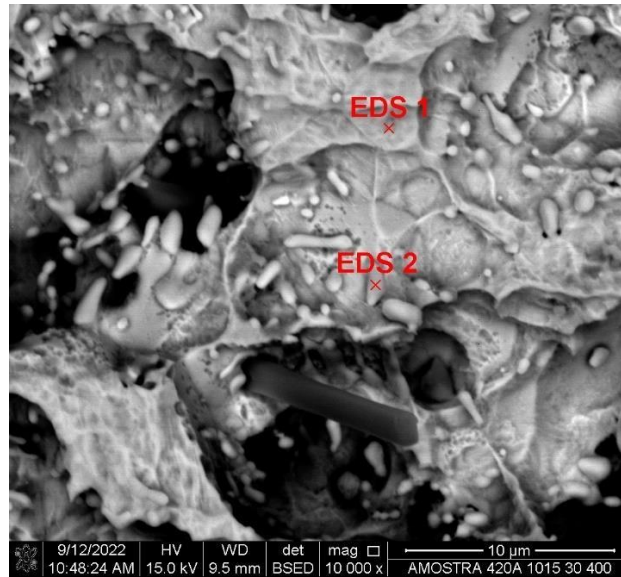
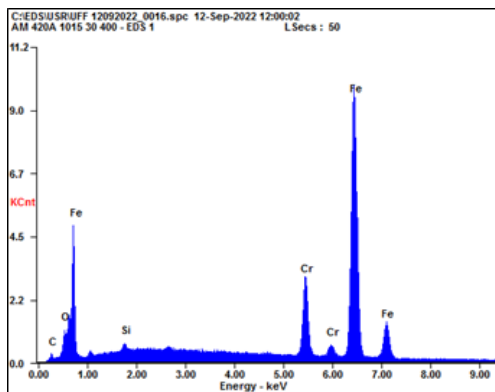
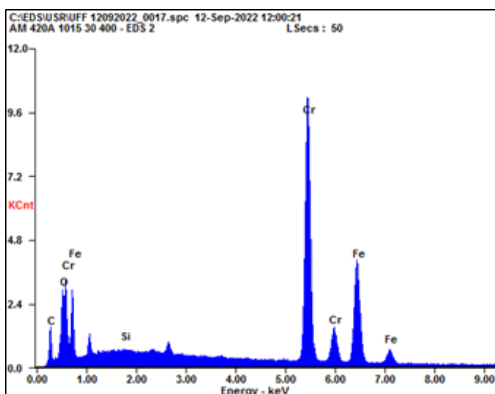


Figura 79: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 30 minutos e revenido a 400°C durante 60 minutos.



Elemento	Peso %
Si	0,47
Cr	13,51
Fe	83,79

(a)



Elemento	Peso %
Si	0,13
Cr	56,66
Fe	36,82

(b)

Figura 80: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 30 minutos e depois revenido a 400°C por 60 minutos, realizada (a) no ponto EDS1 e (b) no ponto EDS2.

Pela observação da Figura 80b, que contempla a análise do carboneto, onde tem-se que sua composição química, em p.% é: 56,66 Cr, 36,82 Fe, 5,66 C, 0,72 O e 0,13 Si. Nota-se que este possui maior teor de Cromo em sua composição química, indicando que este carboneto é do tipo $M_{23}C_6$, que tem como característica ser rico em Cromo [5].

A Figura 81 mostra a micrografia do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e que depois sofreu revenimento na temperatura de 400°C durante 60 minutos. Para essa condição, também foi observado que a superfície do material não sofreu corrosão.

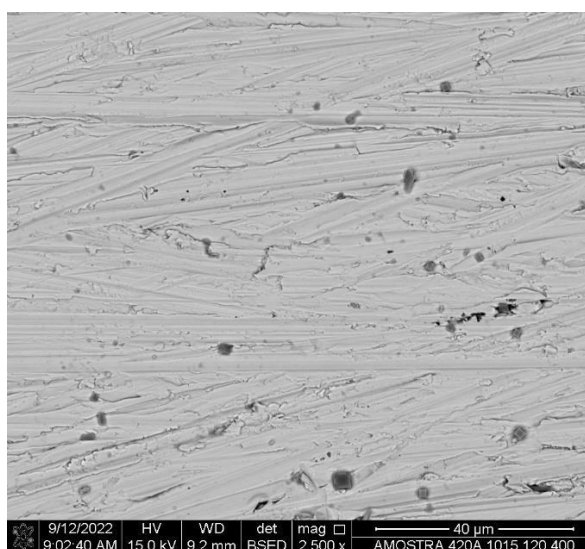


Figura 81: Micrografia em MEV do aço 420A que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos e revenimento a 400°C durante 60 minutos.

Foi então realizada uma análise pontual de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e depois foi revenida na temperatura de 400°C, no ponto mostrado na Figura 82 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 83.

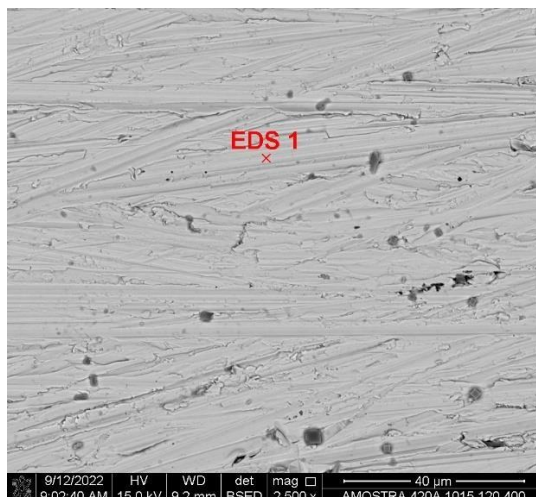
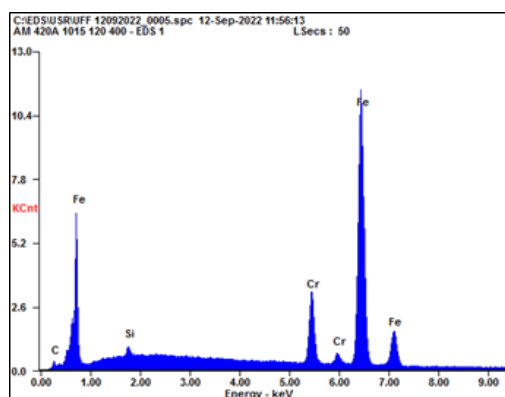


Figura 82: Ponto de realização da microanálise EDS no aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C durante 120 minutos e revenido a 400°C durante 60 minutos.



Elemento	Peso %
Si	0,57
Cr	12,33
Fe	85,98

Figura 83: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420A austenitizado e temperado a 1015°C por 120 minutos e depois revenido a 400°C por 60 minutos.

Pela análise da Figura 83, é possível observar que a porcentagem de peso de Cromo é de 12,33%, indicando que não houve depleção de Cromo para essa condição de tratamento térmico aplicada. Dessa forma, o filme passivo não é comprometido, o que garante a resistência à corrosão do material para essa condição.

Quando se compara o resultado após o revenimento em 400°C com o resultado após apenas a têmpera realizada em 1015°C por 120 minutos, observa-se que houve uma melhora da resistência à corrosão nessa situação, já que após a têmpera houve a formação de pites, conforme visto na Figura 75. Já com o tratamento de revenimento, o filme passivo não foi comprometido, garantindo a resistência à corrosão do material, conforme é possível observar na Figura 81.

Sendo assim, a condição de tratamento térmico que apresentou os melhores resultados para resistência à corrosão e dureza para o aço AISI 420A foi com austenitização e têmpera realizada na temperatura de 1015°C durante o tempo de 120 minutos, seguida de revenimento realizado na temperatura de 400°C durante o tempo de 60 minutos.

Após as análises pontuais, foi realizada também uma análise em linha que contemplou 500 pontos em todas as condições de tratamento térmico selecionadas para a análise de EDS. Esse tipo de análise teve como objetivo a realização de uma análise estatística da distribuição de Cromo na amostra.

A Tabela 26 mostra os valores da densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) e dureza para as condições escolhidas para o prosseguimento da análise. Os valores aqui apresentados são os mesmos já mostrados nas Tabelas 16, 18, 20, 22 e 24 e tem como objetivo ajudar na comparação dos resultados obtidos. Foram adicionados também os valores de dureza na escala Rockwell C para ajudar na visualização da variação de dureza entre as condições analisadas.

Tabela 26: Valores densidade de corrente de corrosão e dureza para as amostras como recebida, austenitizada e temperada a 1015°C por 30 e 120 minutos e com revenimento em 400°C.

Condição	i_{corr} ($\mu A/mm^2$)	Dureza (HV)	Dureza (HRC)
Como recebida (CR)	0,078	199	11
1015_30	0,001	693	60
1015_120	0,217	686	59
1015_30_400	0,003	489	48
1015_120_400	0,0004	449	45

A Figura 84 mostra a distribuição de Cromo na amostra como recebida após o ensaio de corrosão do aço 420A. Pela distribuição de Cromo, nota-se que a maior parte dos valores (201) se encontra em 12,5%, valor próximo a composição química. As composições químicas acima desse valor indicam os carbonetos, então, que estão fortemente presentes na amostra como recebida, conforme foi possível observar na Figura 69. Também houve depleção de Cromo, com 40 valores em 7,5%, indicando a tendência à corrosão.

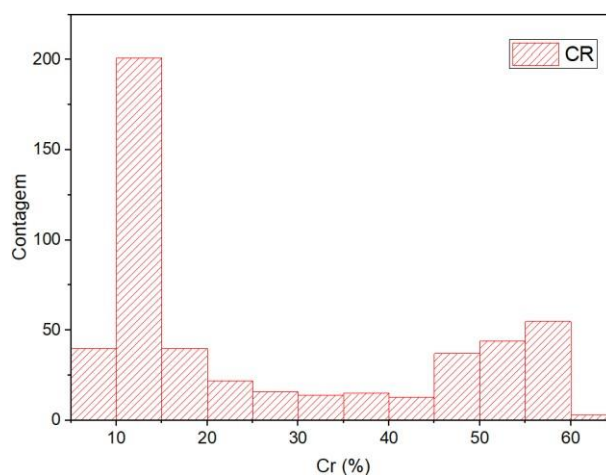


Figura 84: Distribuição da quantidade de Cromo na amostra como recebida do aço 420A após ensaio de corrosão.

A Figura 85 mostra a distribuição de Cromo na amostra do aço 420A após ensaio de corrosão das amostras que passaram por austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante os tempos de 30 e 120 minutos. A partir da observação da Figura 85, é possível notar que o tempo de 30 minutos é o que apresenta maior quantidade de Cromo dissolvido na matriz dentre as duas condições analisadas, apresentando picos (15 valores) em torno de 20%, enquanto para o tempo de 120 minutos os picos (41 valores) se encontram até em torno de 17%.

Quando se compara com os valores de densidade de corrente de corrosão mostrados na Tabela 26, nota-se que essa condição de austenitização e têmpera realizada na temperatura de 1015°C por 30 minutos é a que apresenta melhor resistência a corrosão ($i_{\text{corr}} = 0,001 \mu\text{A}/\text{mm}^2$). Isso ocorre justamente devido a esse teor de Cromo mais elevado nessa condição, o que leva a uma camada passiva mais rica em Cromo e, conseqüentemente, em uma melhor resistência à corrosão [11].

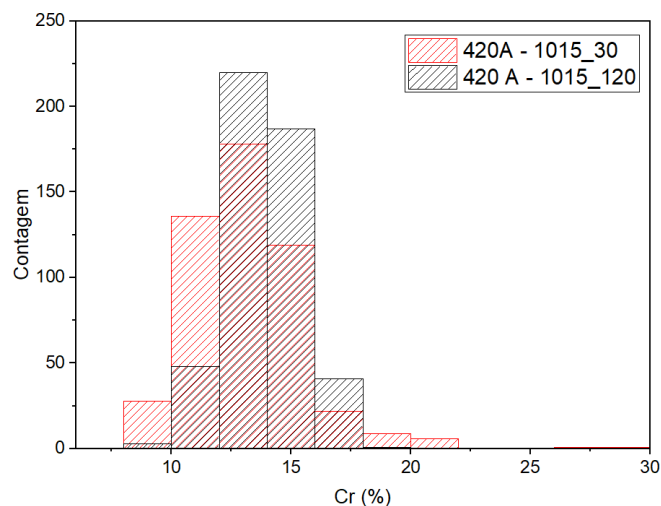


Figura 85: Distribuição da quantidade de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras do aço 420A após tratamento de austenitização e têmpera.

A Figura 86 mostra a distribuição de Cromo na amostra do aço 420A após ensaio de corrosão das amostras que passaram por austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante os tempos de 30 e 120 minutos e depois passaram pelo revenimento na temperatura de 400°C por 60 minutos. Ao analisar o teor de Cromo para essas duas condições após o revenimento (Figura 86), é possível observar que houve depleção de Cromo na condição de austenitização e têmpera em 1015°C por 30 minutos, seguido de revenimento a 400°C, com 90 valores entre 2,5% e 7,5% de Cromo. Nessa condição, houve uma forte presença de carbonetos na matriz, em especial o $M_{23}C_6$, conforme visto na Figura 78, o que explica a depleção de Cromo. Dessa forma, como há menor quantidade de Cromo na matriz, não será favorecida a formação da camada passiva, diminuindo a resistência à corrosão nessa condição [11].

Por outro lado, analisando o tempo de 120 minutos, também na Figura 86, nota-se que o teor de Cromo nesta condição ainda está próximo da composição química do aço, em torno de 12%. Pela observação da micrografia mostrada na Figura 81, observa-se que nesta condição, não houve corrosão na superfície do material.

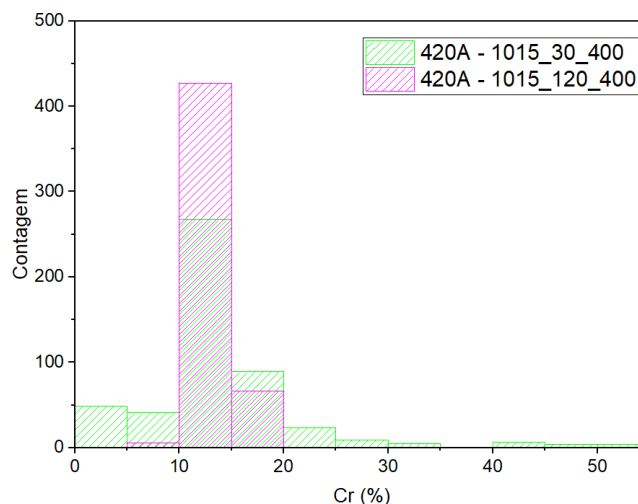


Figura 86: Distribuição da quantidade de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras do aço 420A após tratamento de austenitização, têmpera e revenimento.

Ao serem comparados, então, todos os resultados apresentados na Tabela 26, junto com as distribuições de Cromo e as micrografias das condições de tratamento térmico selecionadas, é possível dizer que para o aço AISI 420A, o tratamento térmico que apresentou melhores resultados combinados de dureza e resistência à corrosão foi quando a austenitização foi realizada na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e, em sequência, foi realizado o revenimento na temperatura de 400°C durante o tempo de 60 minutos.

Essa escolha se deu devido ao fato de que é difícil a aplicação do material no estado apenas temperado, em que acaba se tornando mais frágil, então, opta-se por sua utilização na condição revenida. Quando se comparam os valores de dureza das condições revenidas, observa-se que para o tempo de 30 minutos, essa dureza é maior (489 HV) do que para o tempo de 120 minutos (449 HV). Porém, o tempo de 120 minutos foi o que apresentou melhor resistência à corrosão ($0,0004 \mu\text{A}/\text{mm}^2$), já que o tempo de 30 minutos apresentou maior propensão à formação de pites devido à forte presença de carbonetos na matriz, indicativo de que a corrosão ocorreria mais rápido nesta condição. Sendo assim, a condição escolhida é a que melhor se adequa, visto que possui boa resistência à corrosão e sua dureza, mesmo sendo menor, ainda é boa, tornando viável a aplicação do material em condições que necessitem de algum grau de ductilidade.

5.2.4 Caracterização do aço AISI 420D após os tratamentos térmicos

5.2.4.1 Dureza e caracterização microestrutural após tratamento de têmpera

Com o objetivo de analisar os efeitos das temperaturas de austenitização e têmpera e dos tempos de encharque, bem como o tratamento de revenimento na dureza do material, foram realizadas medidas de dureza Vickers ao longo da superfície do material. Para o aço AISI 420D, os valores médios obtidos após austenitização e têmpera estão apresentados na Tabela 27.

Tabela 27: Dureza Vickers do aço inoxidável martensítico AISI 420D após tratamento de austenitização e têmpera.

Temperatura/Tempo	30 min	60 min	120 min
980°C	502 ± 5	449 ± 5	436 ± 5
1015°C	590 ± 6	621 ± 12	603 ± 10
1050°C	475 ± 16	396 ± 13	410 ± 7

Assim como o que ocorreu com o aço AISI 420A, após os tratamentos de austenitização e têmpera em todas as condições utilizadas houve um aumento da dureza com relação a da amostra como recebida, que apresentava valor de dureza de $179 \pm 1,68$ HV, conforme apresentado na Tabela 17. As razões para esse aumento de dureza são distribuição homogênea da martensita em ripa na microestrutura, pelo aumento de Cromo e Carbono na austenita com o aumento da temperatura e pela dissolução dos carbonetos, que gera um aumento na supersaturação de carbono e uma distorção no reticulado da martensita [5] [51]. A partir da análise dos resultados apresentados na Tabela 27, é possível observar que a combinação de temperatura/tempo que apresentou maior valor de dureza foi para a temperatura de austenitização de 1015°C durante o tempo de 60 minutos, com valor de dureza de 621 ± 12 HV.

O gráfico da Figura 87 mostra a tendência de comportamento de dureza deste aço para todas as condições estudadas e compara com o valor encontrado para a amostra na condição como recebida. É possível observar que para os três tempos utilizados, não há grande variação de dureza em cada uma das temperaturas empregadas, ou seja, para esse aço, o tempo foi a variável mais significativa.

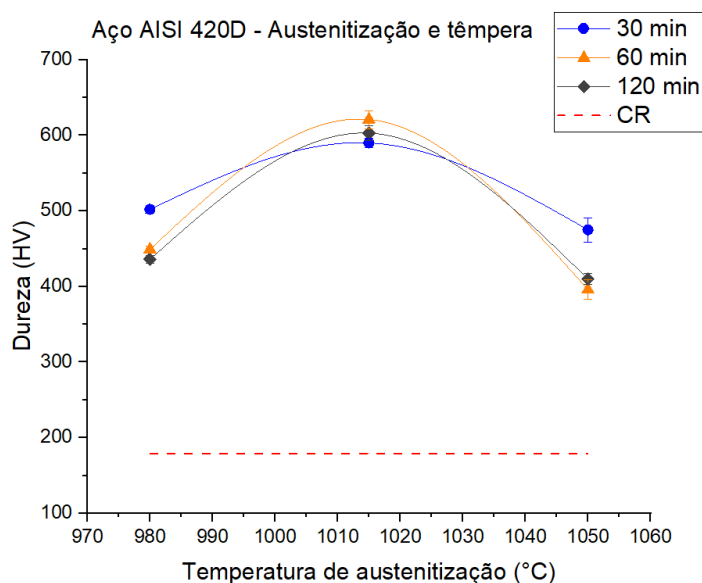


Figura 87: Dureza do aço 420D após austenitização e têmpera.

Após passarem pelo tratamento térmico de austenitização seguido por têmpera nas temperaturas e tempos propostos, conforme mostrado no item 4.2.2.1, as microestruturas passaram a ter microestrutura constituída majoritariamente de martensita fina, contendo ainda alguns carbonetos dispersos pela matriz. Seguindo o mesmo raciocínio apresentado para o aço 420A, no tópico 5.2.3.2, será realizada a análise para o aço AISI 420D

As Figuras 88 a 90 mostram essas mudanças microestruturais ocorridas quando a austenitização foi realizada nas temperaturas de 980°C, 1015°C e 1050°C, respectivamente, para todos os tempos de encharque utilizados. De maneira geral, em todas as condições analisadas, a microestrutura encontrada foi de martensita em ripas com carbonetos dispersos na matriz. Como não foi realizada a quantificação das fases, as análises realizadas nessa etapa são apenas qualitativas.

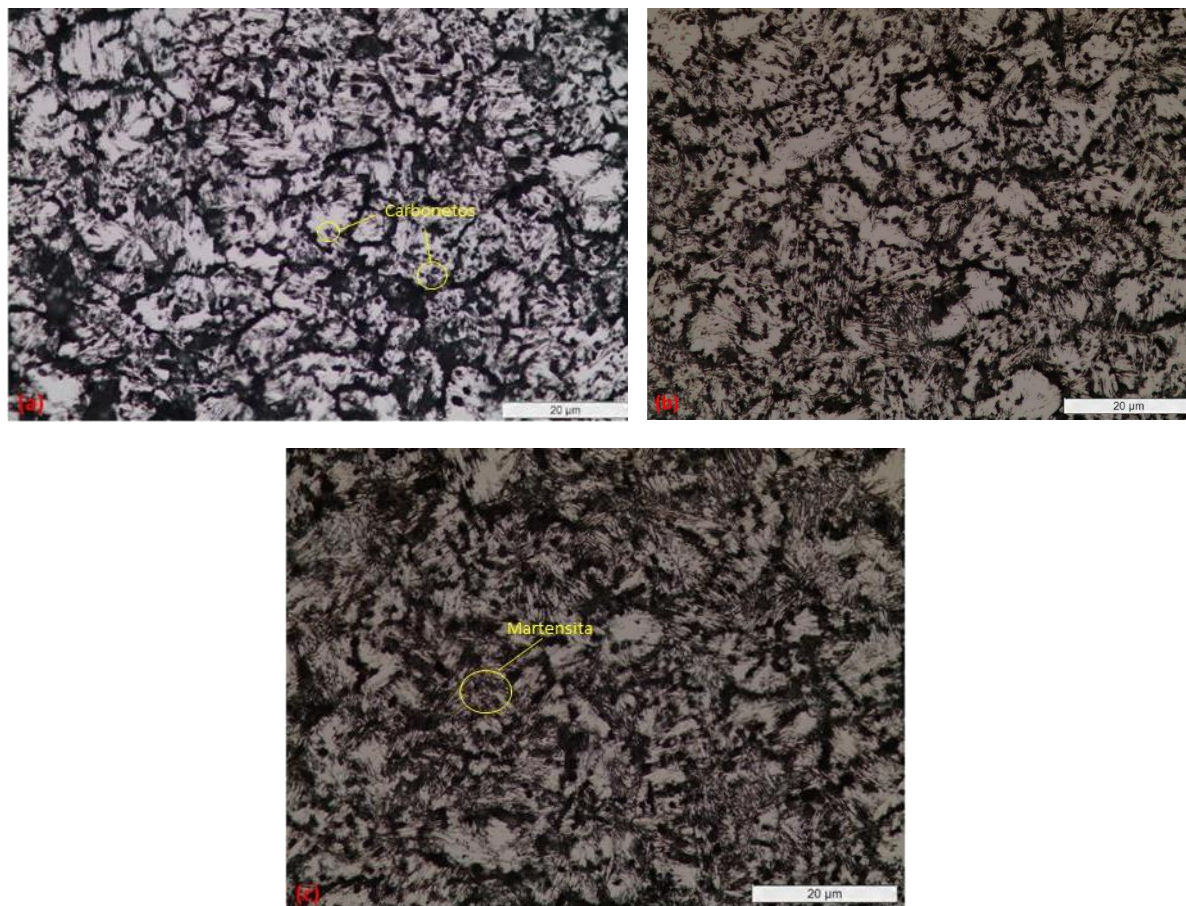


Figura 88: Microestruturas do aço 420D após austenitização e têmpera em 980°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

Para a temperatura de 980°C, nota-se que houve uma pequena quantidade de martensita transformada e a maior quantidade ocorre quando o tempo de encharque é de 120 minutos (Figura 88c). Também há uma forte presença de carbonetos dispersos na matriz em todos os tempos utilizados.

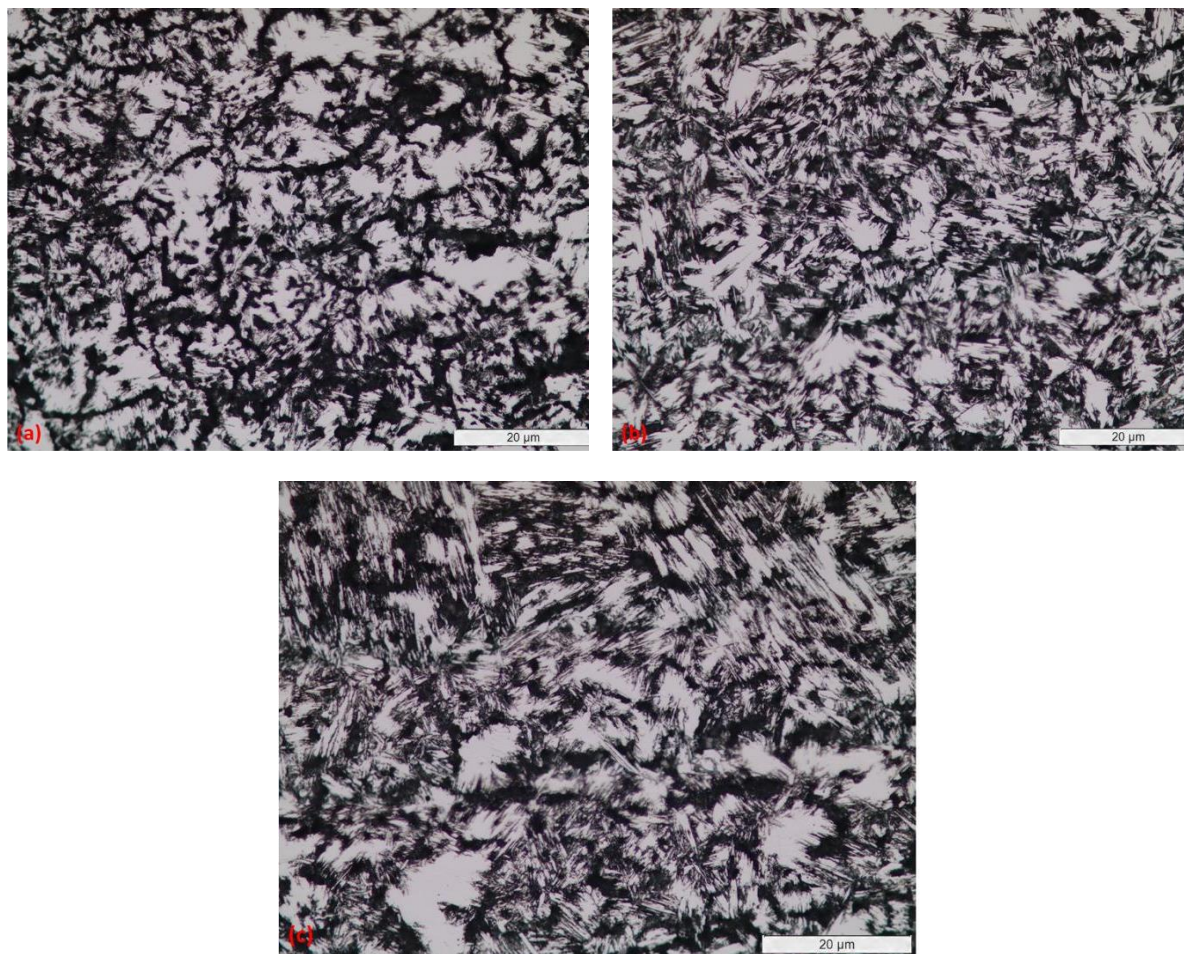


Figura 89: Microestruturas do aço 420D após austenitização e têmpera em 1015°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

Para a temperatura de 1015°C (Figura 89), já é possível notar um pequeno aumento na quantidade de martensita quando comparado com a temperatura de 980°C (Figura 88), mas essa quantidade ainda não é muito alta. Os tempos de 60 e 120 minutos (Figuras 89b e 89c, respectivamente) são os que apresentam maior quantidade de martensita. Ainda é possível notar a presença de carbonetos, mas já em menor quantidade.

Para a temperatura de 1050°C (Figura 90), é possível notar uma maior quantidade de martensita no tempo de 120 minutos (Figura 90c) do que nos demais tempos analisados. Os tempos de 30 e 60 minutos (Figuras 90a e 90b) apresentaram ainda austenita retida (provavelmente a parte branca) e carbonetos dispersos.

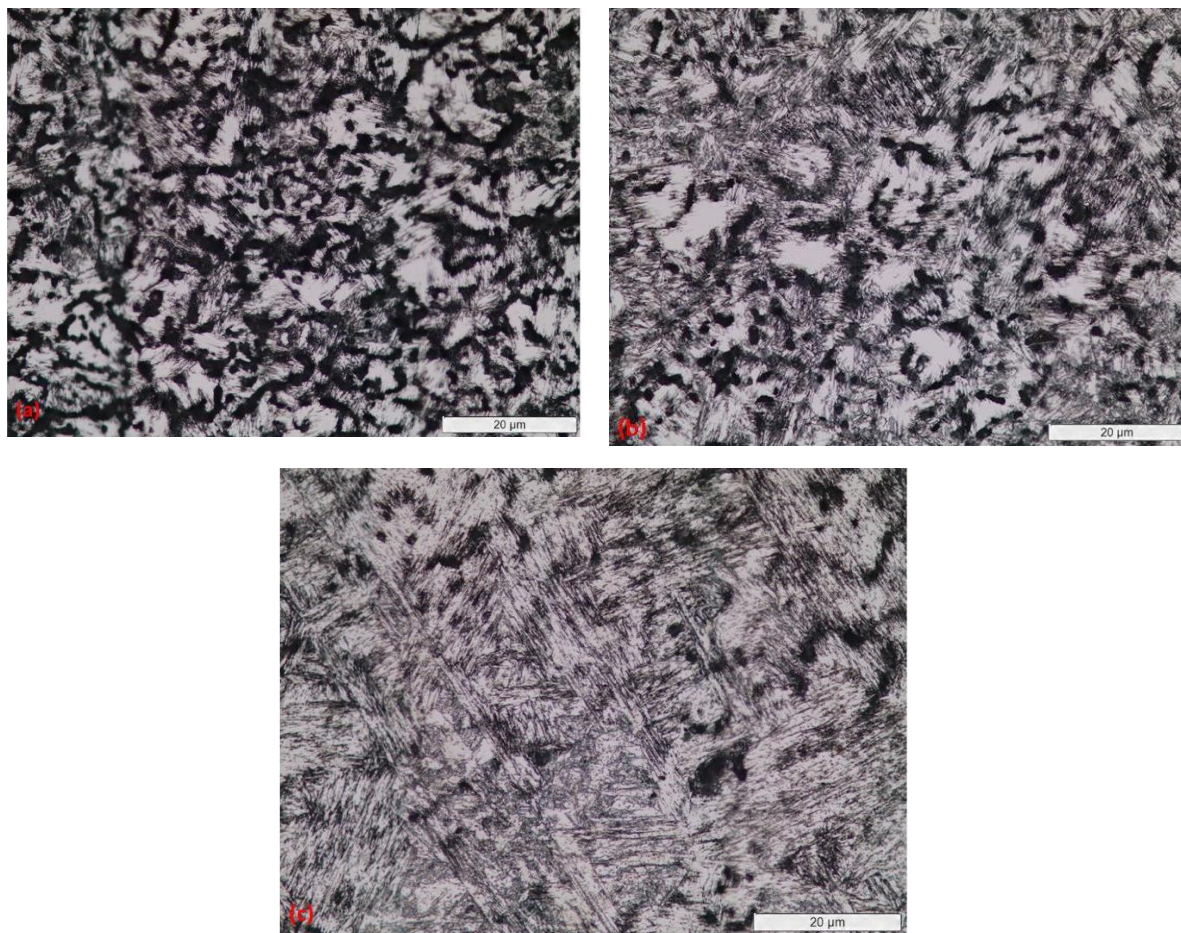


Figura 90: Microestruturas do aço 420D após austenitização e têmpera em 1050°C por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

A partir da observação das Figuras 88 a 90, é possível notar que o aumento da temperatura de austenitização proporcionou também uma maior transformação martensítica, sendo a condição com maior presença dessa fase quando a austenitização foi realizada na temperatura de 1050°C e com tempo de encharque de 120 minutos, conforme visto na Figura 90c. Também é possível notar a presença de carbonetos na matriz, em uma maior quantidade na temperatura de 980°C (Figura 88) e essa quantidade vai diminuindo com o aumento da temperatura, até quase não ser notada na condição de maior temperatura de austenitização e tempo de encharque (Figura 90c).

5.2.4.2 Dureza e caracterização microestrutural após o tratamento de revenimento

Após a realização do tratamento de revenimento, foi realizada uma nova medição de dureza desse aço. A Tabela 28 mostra os resultados de dureza Vickers obtidos após o

revenimento realizado na temperatura de 200°C e a Tabela 29 mostra os resultados de dureza Vickers para o revenimento realizado na temperatura de 400°C.

Tabela 28: Dureza Vickers do aço 420D após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 200°C.

Temperatura/Tempo	30 min	60 min	120 min
980°C	456 ± 6	417 ± 7	353 ± 8
1015°C	484 ± 4	490 ± 5	364 ± 4
1050°C	448 ± 9	411 ± 3	358 ± 6

Tabela 29: Dureza Vickers do aço 420D após austenitização, têmpera e revenimento realizado a 400°C.

Temperatura/Tempo	30 min	60 min	120 min
980°C	432 ± 3	438 ± 5	378 ± 4
1015°C	426 ± 3	402 ± 7	444 ± 8
1050°C	422 ± 7	397 ± 4	361 ± 5

Ao serem comparados os resultados obtidos para as duas temperaturas de revenimento empregadas mostrados nas Tabelas 28 e 29, é possível observar que ambas as temperaturas de revenimento apresentaram valores médios de dureza mais baixos do que os valores de quando o material tinha passado apenas pela têmpera, sendo a temperatura de austenitização de 1015°C a que acaba apresentando maiores valores de dureza. Ao serem analisados os valores obtidos, é possível notar que os maiores valores encontrados foram para a austenitização realizada a 1015°C, com tempos de encharque de 30 e 60 minutos e revenimento realizado a 200°C. A Figura 91 mostra a comparação da dureza após austenitização e têmpera com a dureza após os revenimentos realizados nas temperaturas de 200°C e 400°C de acordo com os tempos de encharque utilizados.

Ainda pela análise dos resultados apresentados para a dureza após o revenimento na Figura 91, é possível notar que na temperatura de 1015°C foi que ocorreu uma maior redução de dureza. Lembrando que a redução de dureza é prevista após o revenimento, pois esse tratamento modifica, principalmente, a martensita [71].

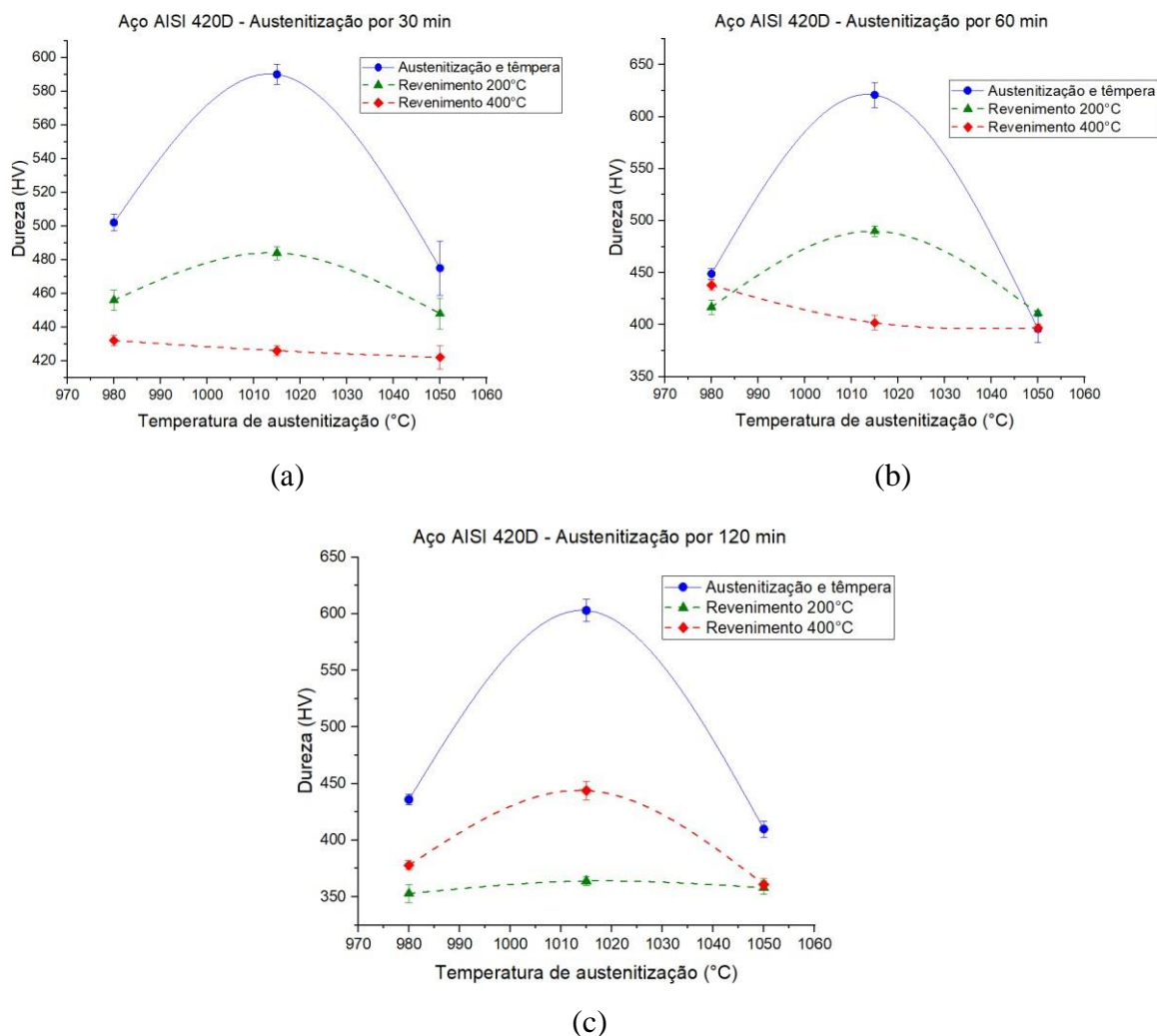


Figura 91: Dureza do aço 420D após revenimento com austenitização realizada por: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

A partir da análise dos gráficos mostrados na Figura 91, é possível observar que apenas para o tempo de encharque de 120 minutos (Figura 91c), a dureza no revenimento realizado a 400°C ficou maior do que o de 200°C, o que já não ocorreu nos tempos de 30 e 60 minutos. Esse comportamento pode ser atribuído ao fenômeno de endurecimento secundário, que é quando ocorre um aumento da dureza devido a precipitação de carbonetos durante o revenimento [5].

Dessa forma, foram analisadas também as micrografias das amostras que foram temperadas e revenidas nas temperaturas de 200°C e 400°C para que seja possível observar as mudanças microestruturais ocorridas durante essa etapa. Para o aço 420D, na temperatura de 980°C e nos tempos de 30, 60 e 120 minutos, as microestruturas após passarem pelo revenimento ficaram conforme mostradas nas Figuras 92 a 94, respectivamente.

Pela observação da Figura 92, que mostra a comparação microestrutural das amostras revenidas que passaram previamente por tempera na temperatura de 980°C, durante 30 minutos, é possível notar a presença de carbonetos (pontos brancos) na matriz em ambas as temperaturas de revenimento. Em ambas as temperaturas houve a formação de martensita revenida e a eliminação de defeitos com o aumento da temperatura de revenimento.

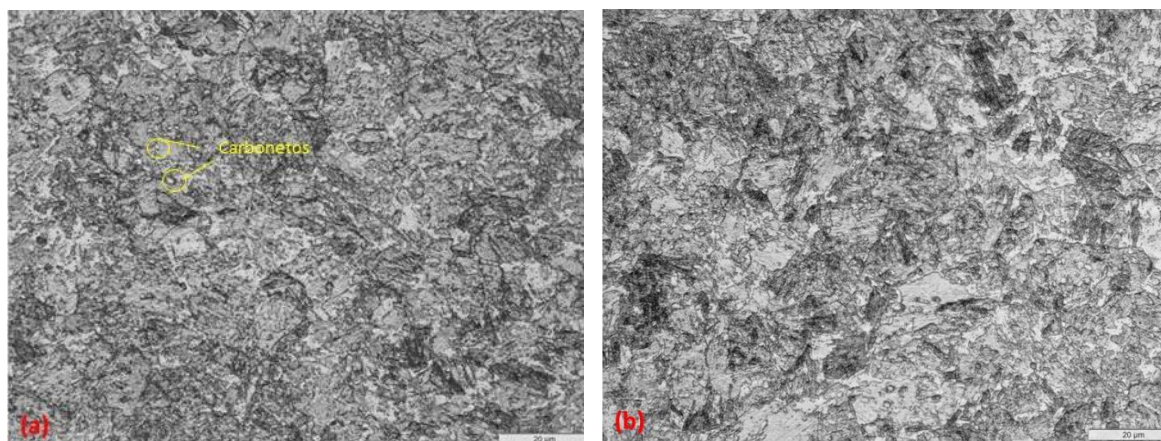


Figura 92: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 980°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Para a situação em que a têmpera foi realizada na temperatura de 980°C por 60 minutos, a microestrutura após o revenimento nas duas temperaturas (Figura 93) ficou bem similar, sendo notada a presença de carbonetos (círculos brancos), austenita retida (parte mais clara maior) e martensita (parte mais escura). Nessa condição, os valores de dureza também foram bem próximos, conforme visto na Figura 91b.

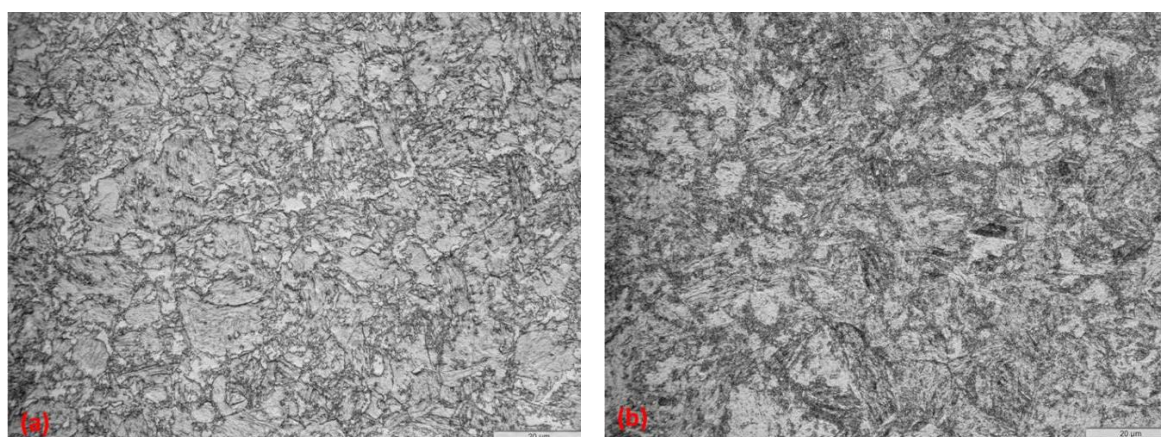


Figura 93: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 980°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Já para a situação em que a têmpera foi realizada na temperatura de 980°C por 120 minutos, também é possível notar a presença de carbonetos em ambas as temperaturas de revenimento, conforme visto na Figura 94. Nessa condição, ao contrário do que ocorreu nos tempos de 30 e 60 minutos, a temperatura de revenimento de 400°C apresentou valor de dureza maior do que a temperatura de 200°C, o que é um indicativo de que houve um endurecimento secundário devido a presença dos precipitados na microestrutura do material [5], conforme é possível observar na Figura 94b.

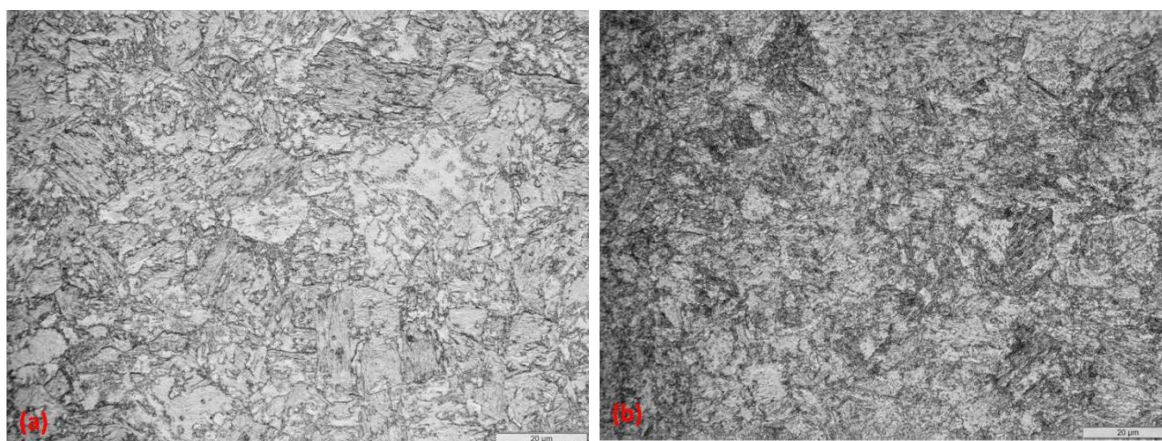


Figura 94: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 980°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Ainda sendo realizada a análise do aço 420D, mas agora quando a têmpera previamente realizada foi na temperatura de 1015°C e nos tempos de 30, 60 e 120 minutos, as microestruturas após passarem pelo revenimento ficaram conforme mostradas nas micrografias das Figuras 95 a 97, respectivamente.

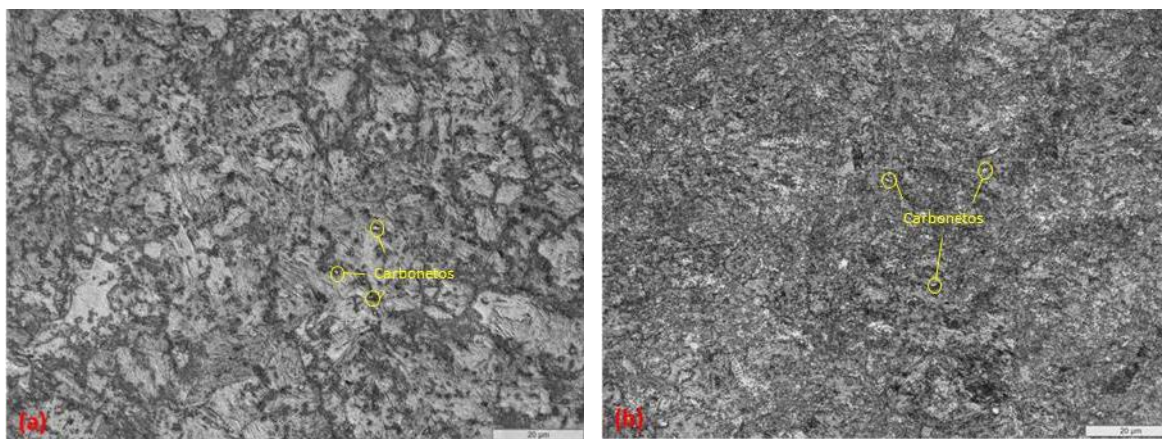


Figura 95: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1015°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Pela observação da Figura 95a, é possível notar um maior tamanho de grão para a amostra que passou por têmpera em 1015°C por 30 minutos e depois revenimento em 200°C do que da amostra que passou pelo revenimento em 400°C (Figura 95b). Ambas as condições ainda apresentam carbonetos dispersos.

Para a condição em que a têmpera foi realizada na temperatura de 1015°C durante 60 minutos, as micrografias do revenimento realizado em 200°C (Figura 96a) e para a temperatura de 400°C (Figura 96b) apresentam carbonetos dispersos. A temperatura de revenimento de 400°C apresentou uma maior quantidade de martensita revenida e, por essa razão, a dureza para temperatura de 400°C foi menor do que na temperatura de 200°C, conforme visto na Figura 91b.

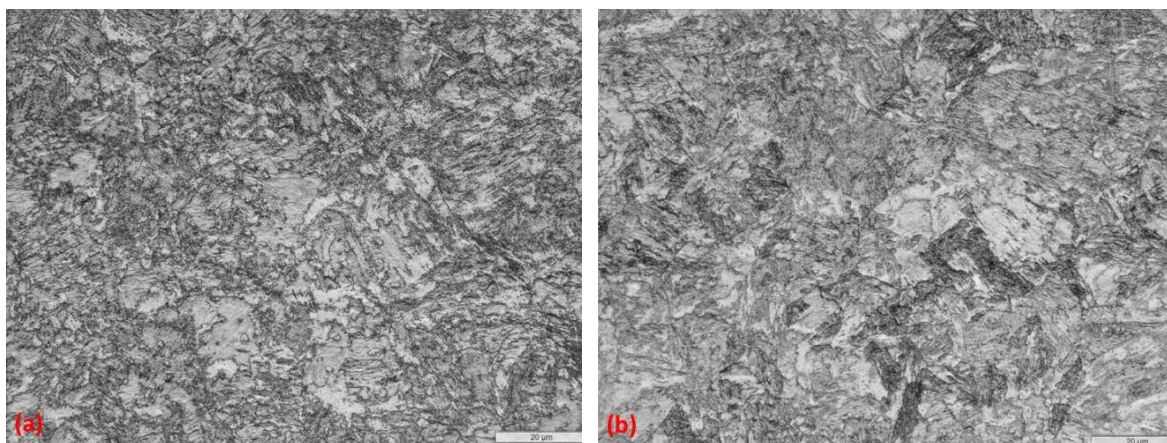


Figura 96: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1015°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Por fim, analisando a condição de têmpera realizada também na temperatura de 1015°C, mas durante 120 minutos (Figura 97), é possível notar a presença de pequenos pontos pretos em ambas as temperaturas de revenimento, que indicam presença de precipitados nanométricos, que não são visíveis por microscopia ótica, apenas por microscopia eletrônica de transmissão [50]. Como o valor de dureza mostrado na Figura 91c é maior para o revenimento de 400°C, essa presença de carbonetos é um indicativo de que houve endurecimento secundário nessa condição [5].

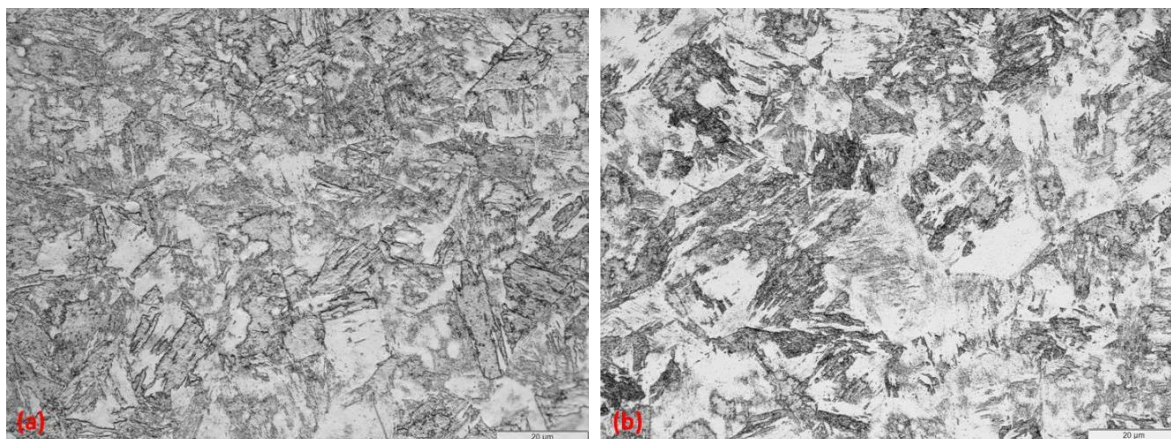


Figura 97: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1015°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Por fim, para o aço 420D, mas agora na situação em que a têmpera foi realizada na temperatura de 1050°C e nos tempos de 30, 60 e 120 minutos, as microestruturas após passarem pelo revenimento ficaram conforme mostradas nas micrografias apresentadas nas Figuras 98 a 100, respectivamente.

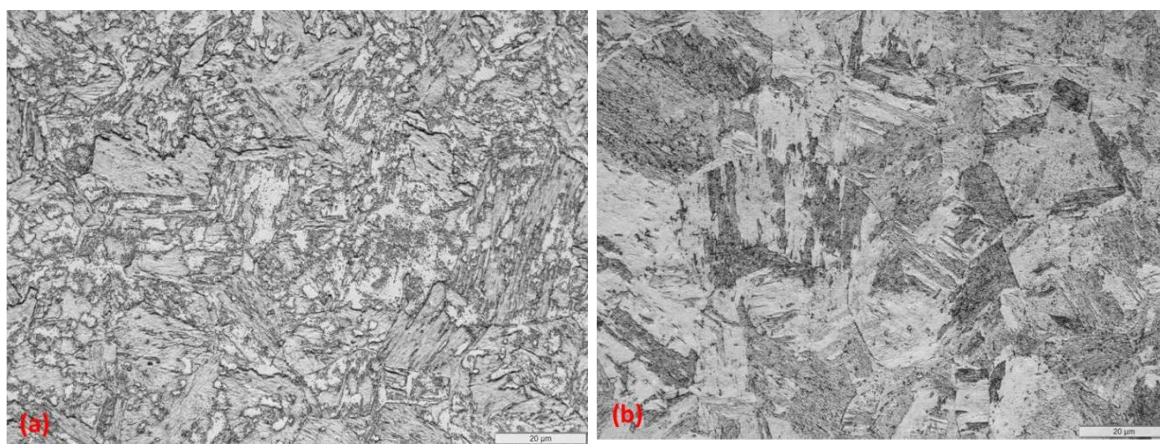


Figura 98: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1050°C por 30 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

No caso da têmpera realizada na temperatura de 1050°C durante 30 minutos, é possível notar pelas micrografias apresentadas na Figura 98 que no revenimento realizado em 200°C (Figura 98a), é notada a presença de carbonetos dispersos (círculos brancos). Para o revenimento a 400°C (Figura 98b), os pequenos pontos pretos indicam que há precipitados também nesta condição, mas estes são menores dos que os notados na temperatura de 200°C. Em ambas as situações, também há austenita retida (parte mais clara) na matriz.

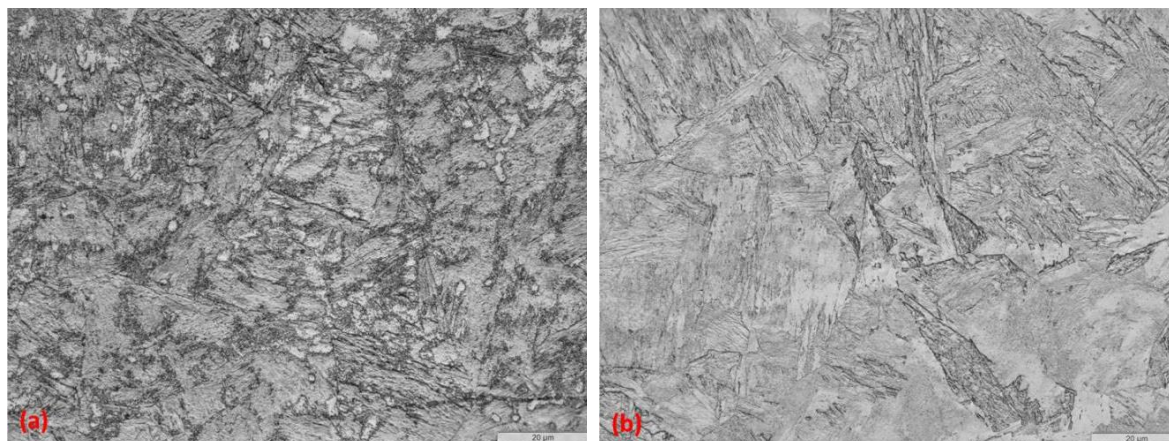


Figura 99: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1050°C por 60 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Para o caso em que o tratamento anterior de têmpera foi realizado na temperatura de 1050°C, mas durante 60 minutos, é possível notar a presença de carbonetos (círculos brancos) na matriz para a temperatura de revenimento de 200°C (Figura 99a). Para o revenimento em 400°C (Figura 99b), nota-se a presença de pequenos pontos pretos, que indicam presença de precipitados nanométricos, que não são visíveis por microscopia ótica, apenas por microscopia eletrônica de transmissão [50]. Em ambas as temperaturas quase não há austenita retida na matriz. Nessa condição, não houve redução da dureza para ambas as temperaturas de revenimento, o que indica que houve endurecimento secundário devido a precipitação desses carbonetos [5].

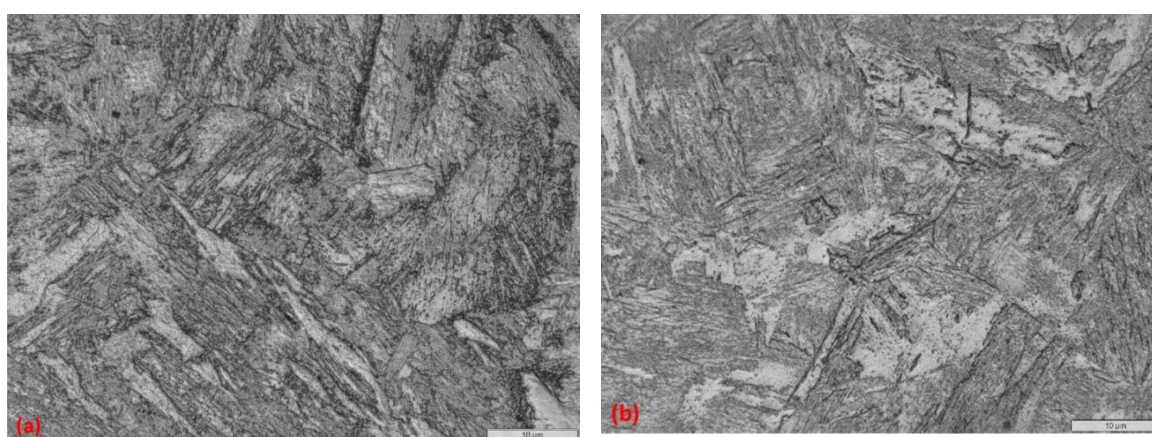


Figura 100: Microestrutura do aço 420D, austenitizado em 1050°C por 120 minutos e revenido em: (a) 200°C e (b) 400°C.

Por fim, para o tratamento de têmpera anteriormente realizado na temperatura de 1050°C durante 120 minutos, é possível notar, a partir da análise das micrografias apresentadas

na Figura 100, que em ambas as temperaturas de revenimento possuem microestrutura similar, formada por martensita em ripas e uma pequena quantidade de austenita retida. Não é possível notar a presença de carbonetos em nenhuma das condições. Essa situação analisada também apresentou valores de dureza bem próximos após o revenimento, conforme foi mostrado na Figura 91c.

5.2.4.3 Corrosão

A Figura 101 mostra a curva de polarização para o aço 420D na condição como recebida e os parâmetros eletroquímicos obtidos a partir dela se encontram na Tabela 30.

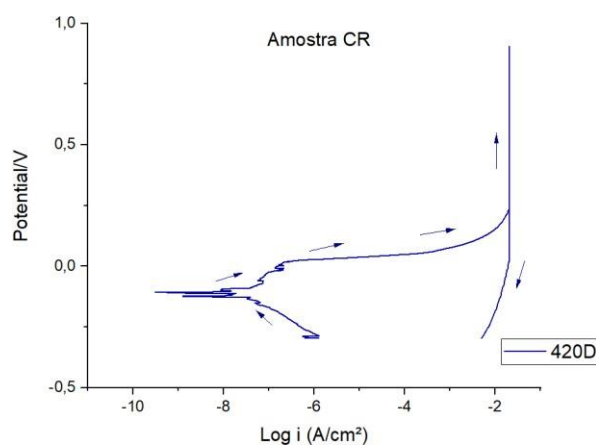


Figura 101: Curva de polarização do aço 420D no estado como recebido.

Tabela 30: Parâmetros eletroquímicos obtidos para a amostra como recebida do aço 420D.

i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
0,035	-	-0,238	-0,122	-

A Figura 102 mostra as curvas de polarização para do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera para as três temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 31 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para todas as condições.

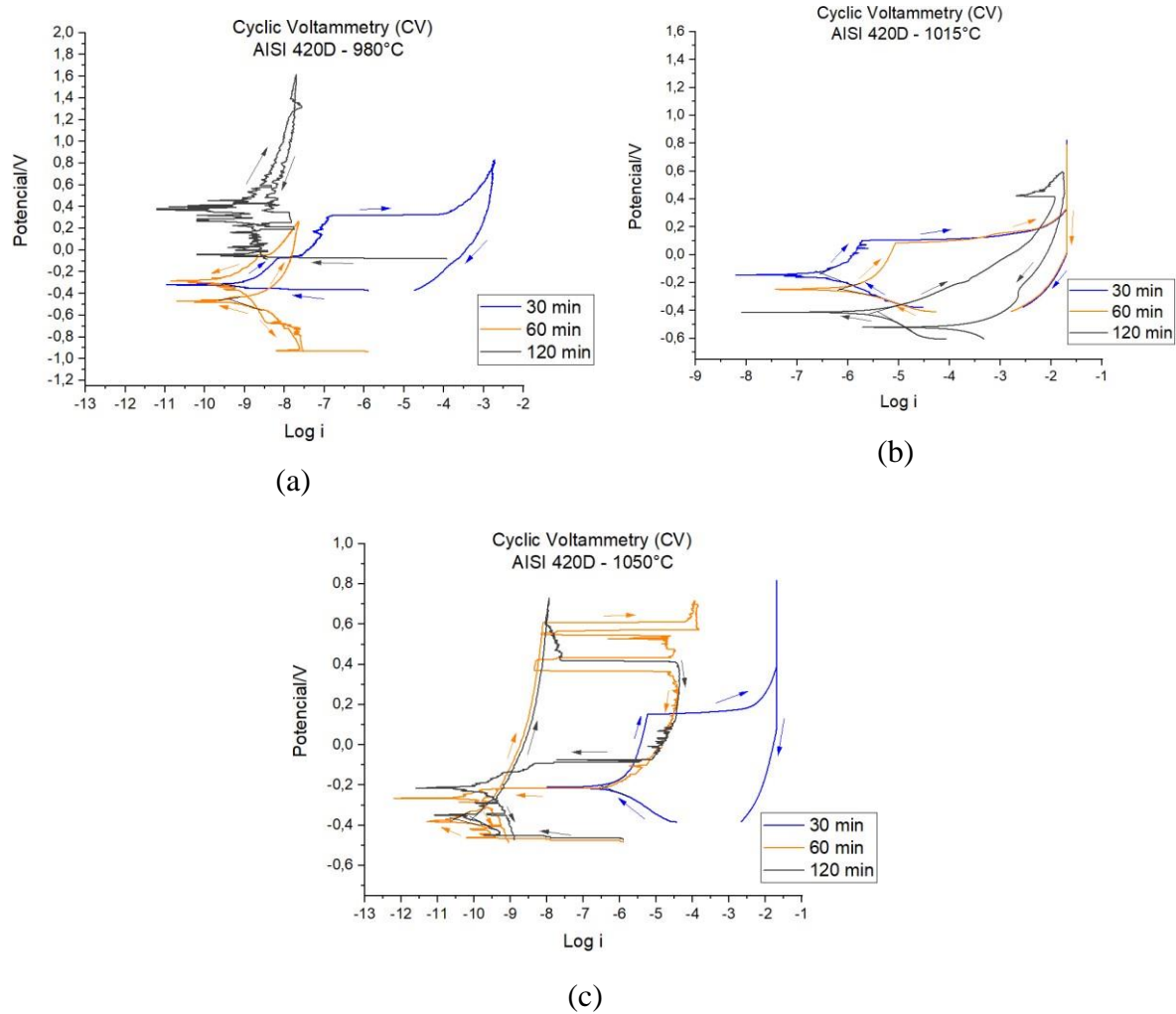


Figura 102: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera a (a) 980°C, (b) 1015°C e (c) 1050°C.

Tabela 31: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera (*: não sofre pites; -: corrosão generalizada)

980°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,0004	0,001	-0,04	-0,324	-0,317
60 min	0,0005	0,006	-0,04	-0,475	-0,296
120 min	0,0008	-	*	-0,039	-
1015°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,305	0,573	0,107	-0,145	-0,077
60 min	0,712	1,787	0,081	-0,245	-0,149
120 min	3,887	12,391	0,424	-0,411	-0,188
1050°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	E_{pite} (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,383	1,437	0,15	-0,21	-0,12
60 min	0,00003	0,00008	0,606	-0,381	0,062
120 min	0,00009	0,0002	0,6	-0,348	0,104

A partir dos resultados apresentados na Tabela 31, serão analisados alguns aspectos relacionados a corrosão desse material. Iniciando com a análise do potencial de pite, que é quando ocorre o crescimento estável do pite, é possível observar que todas as condições estudadas apresentaram um potencial de pite maior do que a amostra como recebida, que possui potencial no valor de -0,238V, indicando uma melhora na resistência à corrosão do material. Para a temperatura de austenitização de 980°C, o maior potencial de pite ocorreu para os tempos de 30 e 60 minutos, cujo valor foi de -0,04 V e o tempo de 120 minutos não apresenta pites. Já para a temperatura de 1015°C, o maior potencial (0,424 V) ocorreu no tempo de 120 minutos e na temperatura de 1050°C, o maior potencial foi de 0,606 V no tempo de 60 minutos.

Dessa forma, como o maior potencial de pite encontrado foi na condição de austenitização em 1050°C com tempo de encharque de 60 minutos, tem-se a melhor resistência à corrosão por pite nesse caso.

A condição que apresenta maior susceptibilidade a apresentar corrosão por pite dentre todas as investigadas é a com temperatura de austenitização de 980°C e tempo de encharque de 60 minutos, pois valores mais baixos do potencial de pite indicam uma maior susceptibilidade à corrosão por pite [11].

A resistência à corrosão pode ser verificada a partir da análise dos valores de densidade de corrente de corrosão, sendo que quanto menor for esse valor, maior será a resistência à corrosão daquele material. A partir dos resultados mostrados na Tabela 31, quando analisados os resultados da austenitização realizada na temperatura de 980°C, é observado que a melhor resistência à corrosão ocorre quando o tempo adotado é o de 30 minutos, que possui valor de 0,0004 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$, que também é o tempo que apresenta melhor resistência de corrosão quando a austenitização foi realizada em 1015°C, que neste caso, possui densidade de corrente de 0,305 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$, valor alto em comparação com as outras duas temperaturas. Já para a temperatura de 1050°C, a melhor resistência à corrosão ocorre para o tempo de 60 minutos, com respectivo valor de 0,00003 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$.

A Figura 103 mostra as curvas de polarização para do aço 420D após o tratamento de austenitização realizado na temperatura de 980°C, têmpera e revenimento nas duas temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 32 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para as condições citadas.

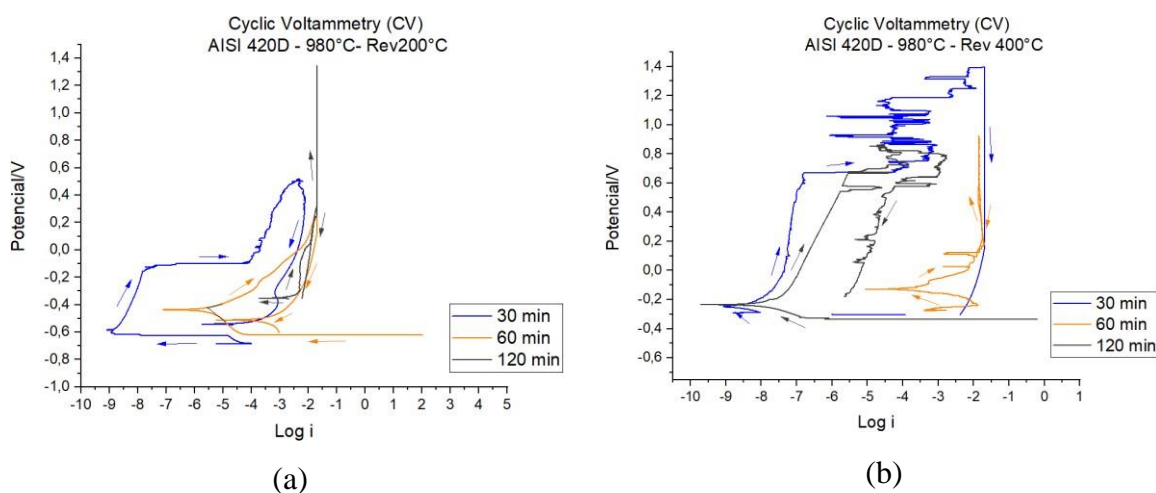


Figura 103: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C.

Tabela 32: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 980°C e revenido em 200°C e 400°C.

Revenimento a 200°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{it}e}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,001	0,002	-0,145	-0,583	-0,482
60 min	2,859	9,69	-0,157	-0,436	-0,278
120 min	1136,083	1956,141	0,035	-0,351	-0,306
Revenimento a 400°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\acute{it}e}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,002	0,005	0,666	-0,244	-0,096
60 min	100,58	504,173	0,028	-0,131	6,367
120 min	0,011	0,017	0,543	-0,235	-0,153

A partir dos resultados obtidos após o tratamento de revenimento, foi possível compará-los com os resultados das amostras que passaram apenas pela têmpera, com austenitização na temperatura de 980°C, conforme mostrado na Figura 104.

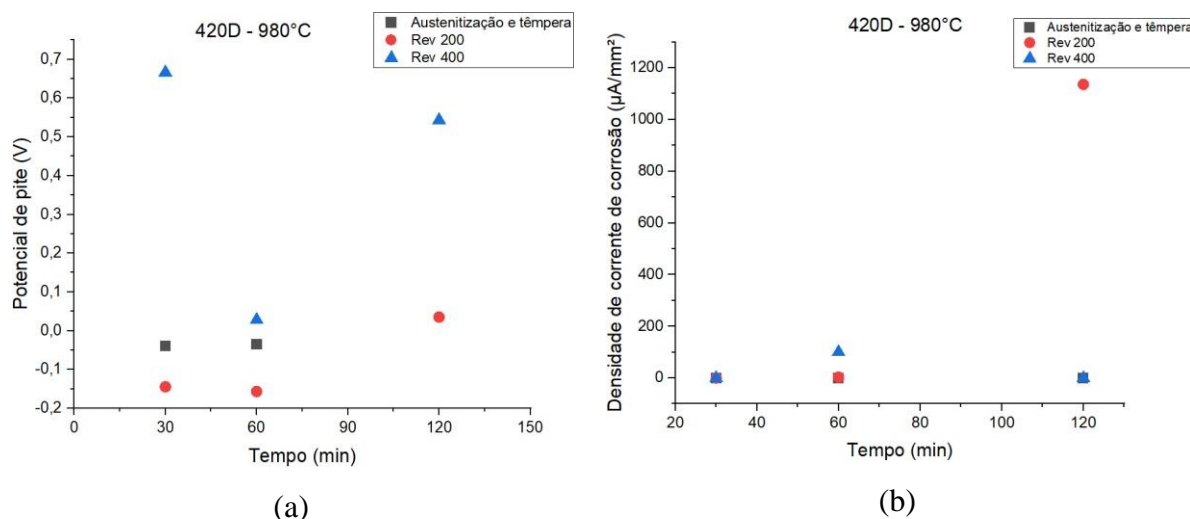


Figura 104: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420D que passou por têmpera em 980°C e depois pelo revenimento.

Pela análise da Figura 104a, é possível observar que nos tempos de 30 e 60 minutos houve aumento de potencial de pite para o revenimento realizado em 400°C e redução no revenimento realizado em 200°C. Para o tempo de 120 minutos, não havia indício de formação de pites após a têmpera, mas após o revenimento, existe esse indicativo para as duas temperaturas estudadas.

Com relação a densidade de corrente de corrosão (Figura 104b), houve um aumento significativo desse parâmetro para o tempo de 120 minutos e revenimento realizado na temperatura de 200°C, indicando uma piora da resistência à corrosão para esta situação. Houve também um aumento no tempo de 60 minutos, mas para o revenimento realizado em 400°C. Nas demais condições, os valores não apresentaram grandes variações.

A Figura 105 mostra as curvas de polarização para do aço 420D após o tratamento de austenitização realizado na temperatura de 1015°C, têmpera e revenimento nas duas temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 33 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para as condições citadas.

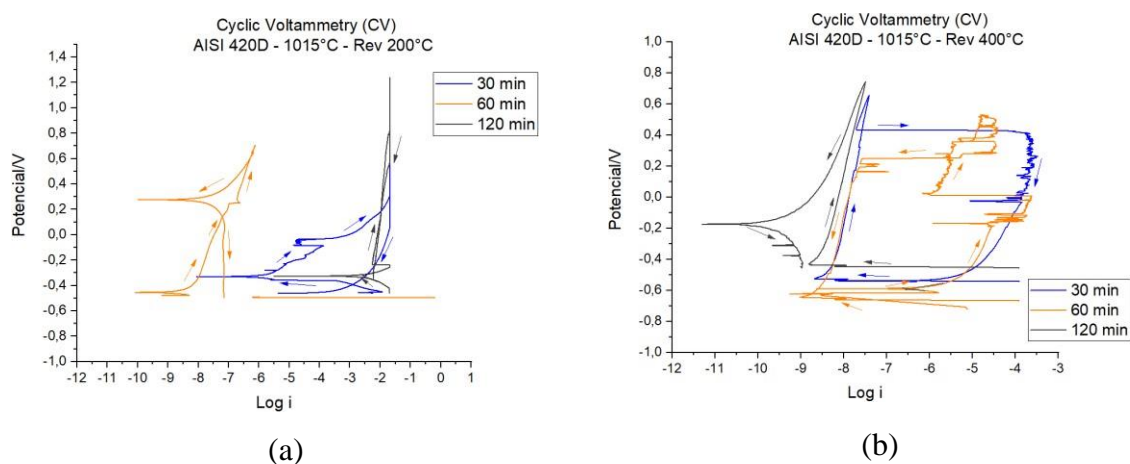


Figura 105: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C

Tabela 33: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1015°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre pites).

Revenimento a 200°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\text{ite}}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,791	1,961	-0,036	-0,331	-0,307
60 min	0,001	0,002	0,249	-0,45	-0,373
120 min	2539,2	4178,977	-0,233	-0,324	-0,285
Revenimento a 400°C					
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\text{ite}}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	0,002	0,003	0,436	-0,525	-0,457
60 min	0,36	1,039	-0,182	-0,591	-0,53
120 min	0,002	0,002	*	-0,428	-0,343

A partir dos resultados obtidos após o tratamento de revenimento, foi possível compará-los com os resultados das amostras que passaram apenas pela têmpera, com austenitização na temperatura de 1015°C, conforme mostrado na Figura 106.

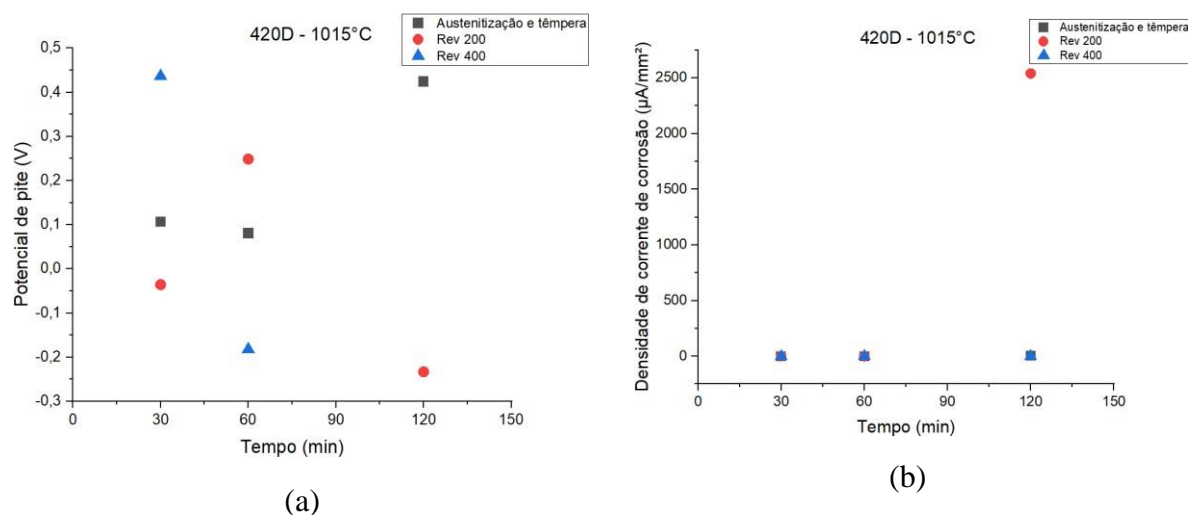


Figura 106: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420D que passou por têmpera em 1015°C e depois pelo revenimento.

Pela observação da Figura 106a, é possível observar que para o tempo de 120 minutos, não houve indício de formação de pites para o revenimento realizado na temperatura de 400°C e para a temperatura de 200°C houve redução do potencial de pite quando comparado com a amostra apenas temperada. No tempo de 30 minutos, houve aumento do potencial de pite para a temperatura de revenimento de 400°C e redução na temperatura de 200°C. Já no tempo de 60 minutos ocorreu o oposto, sendo o aumento para a temperatura de 200°C e redução para a temperatura de 400°C.

Para a resistência à corrosão (Figura 106b), observa-se que um aumento significativo da densidade de corrente de corrosão no tempo de 120 minutos para o revenimento realizado em 200°C, indicando piora da resistência a corrosão nesse caso. O tempo de 30 minutos também houve uma piora da resistência à corrosão, pois o valor de densidade de corrente de corrosão após o revenimento foi maior do que após a têmpera. Apenas o tempo de 60 minutos houve redução do valor da densidade de corrente de corrosão, indicando uma melhora da resistência à corrosão.

A Figura 107 mostra as curvas de polarização para do aço 420D após o tratamento de austenitização realizado na temperatura de 1050°C, têmpera e revenimento nas duas

temperaturas que estão sendo estudadas e a Tabela 34 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos para as condições citadas.

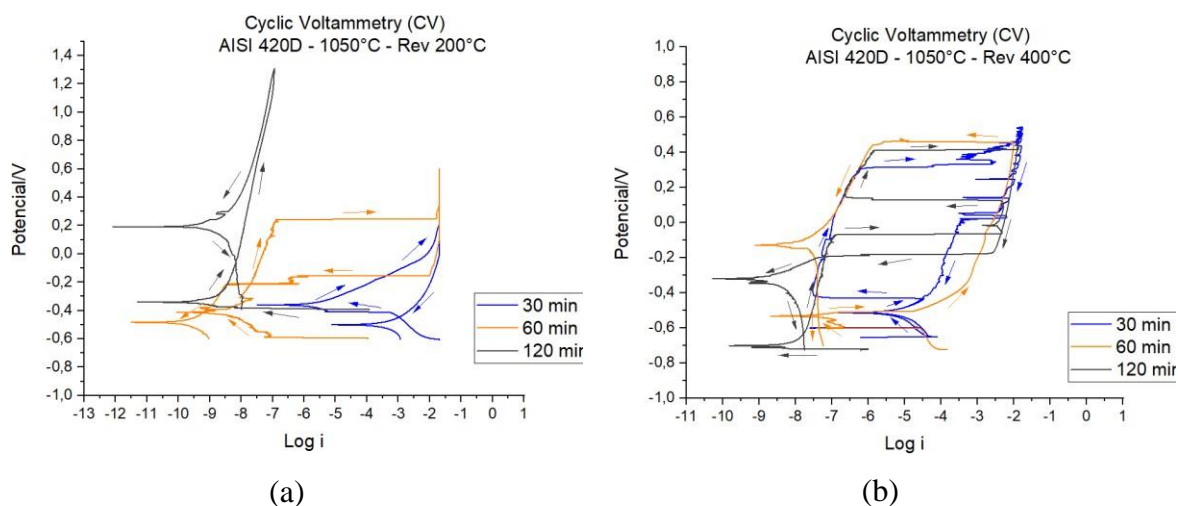


Figura 107: Curvas de polarização do aço 420D após o tratamento de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em (a) 200°C e (b) 400°C

Tabela 34: Parâmetros eletroquímicos obtidos o aço 420D após os tratamentos de austenitização e têmpera realizado em 1050°C e revenido em 200°C e 400°C (*: não sofre passivação).

	Revenimento a 200°C				
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\text{ite}}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	2,245	486295,22	0,184	-0,36	-0,006
60 min	0,001	*	0,244	-0,413	*
120 min	0,0004	0,0006	0,3	-0,343	-0,254
	Revenimento a 400°C				
	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	$E_{p\text{ite}}$ (V)	E_{corr} (V)	E_{pass} (V)
30 min	2,07	*	-0,435	-0,512	*
60 min	0,026	16,658	0,453	-0,533	-0,4
120 min	0,002	0,003	-0,067	-0,7	-0,628

A partir dos resultados obtidos após o tratamento de revenimento, foi possível compará-los com os resultados das amostras que passaram apenas pela têmpera, com austenitização na temperatura de 1015°C, conforme mostrado na Figura 108.

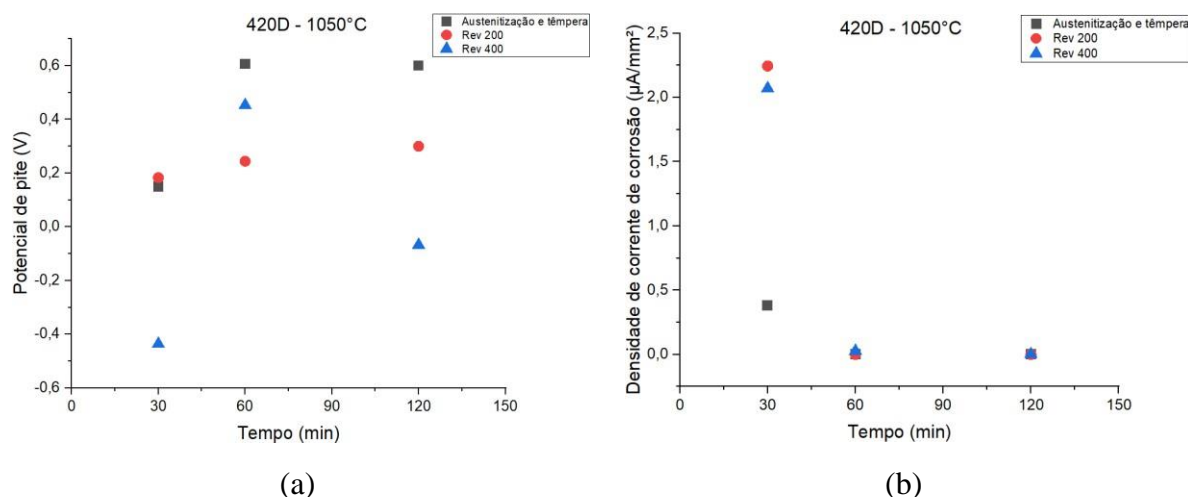


Figura 108: Comparação dos parâmetros de (a) potencial de pite e (b) densidade de corrente de corrosão para o aço 420D que passou por têmpera em 1050°C e depois pelo revenimento.

Ao analisar o potencial de pite (Figura 108a), é possível observar que houve redução desse valor nos tempos de 60 e 120 minutos para ambas as temperaturas de revenimento adotadas. Para o tempo de 30 minutos, essa redução ocorreu apenas para a temperatura de 400°C, já a temperatura de 200°C apresentou um pequeno aumento desse valor.

Já com relação a resistência à corrosão (Figura 108b), não há mudança significativa dos valores de densidade de corrente de corrosão após o revenimento realizado em ambas as temperaturas para os tempos de 60 e 120 minutos. Para o tempo de 30 minutos, há um aumento desse parâmetro após o revenimento em ambas as temperaturas adotadas, indicando uma piora na resistência à corrosão após o revenimento.

5.2.4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura/EDS

A partir dos resultados encontrados nos ensaios de dureza e corrosão, mostrados nos itens 5.2.4.1, 5.2.4.2 e 5.2.4.3, realizados em todas as condições estudadas, foram selecionadas apenas algumas condições para a realização de microanálise de espectroscopia de raios X por energia dispersiva de EDS, bem como as suas respectivas micrografias, conforme foi descrito no tópico 4.2.2.6. Essas condições para o aço 420D foram as seguintes: após a austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C e tempos de encharque de 30, 60 e 120 minutos e após o revenimento realizado a temperatura de 200°C, também com austenitização a 1015°C nos tempos de 30, 60 e 120 minutos. A amostra como recebida também foi analisada.

A Figura 109 mostra a micrografia da amostra 420D no estado como recebida, após a corrosão, e é possível observar claramente a presença dos carbonetos dispersos na matriz ferrítica.

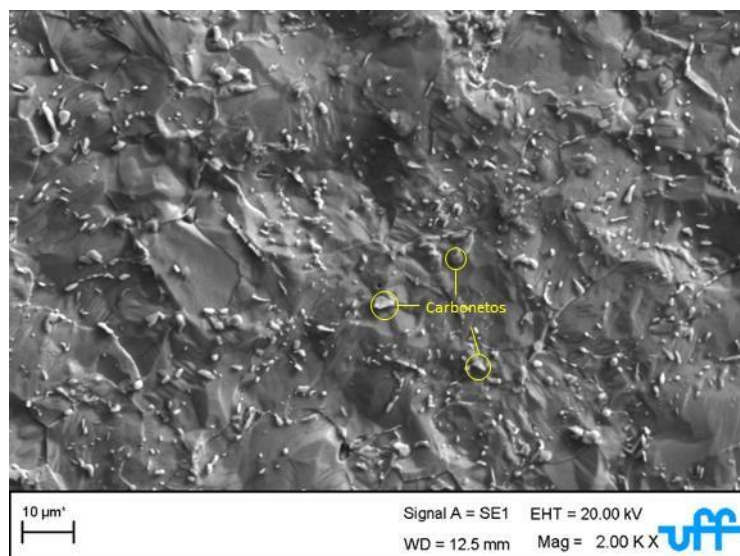


Figura 109: Micrografia em MEV do aço 420D no estado como recebida, após a corrosão.

Foram então realizadas duas análises pontuais de EDS na amostra como recebida, nos pontos mostrados na Figura 110 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 111. O ponto EDS 1 corresponde à análise realizada na matriz e o ponto EDS 2 corresponde à análise realizada no carboneto.

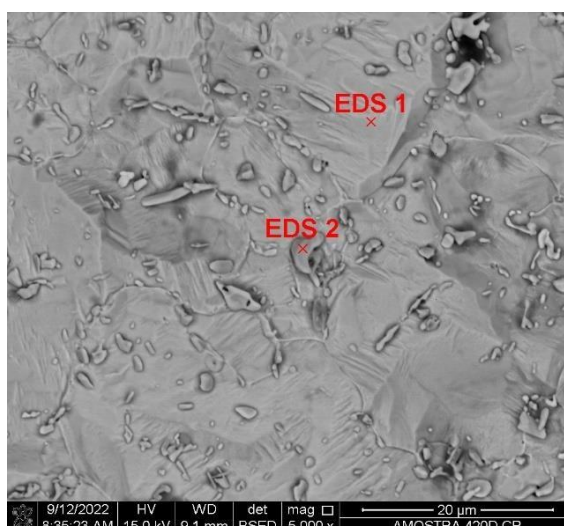
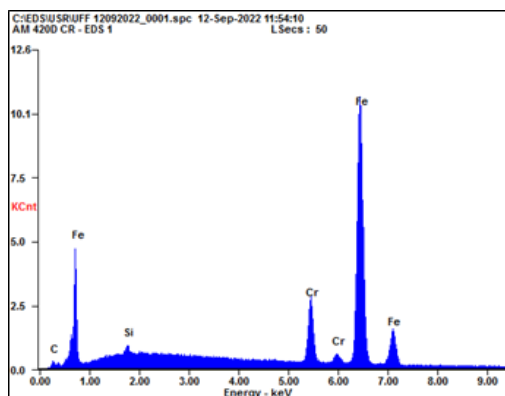
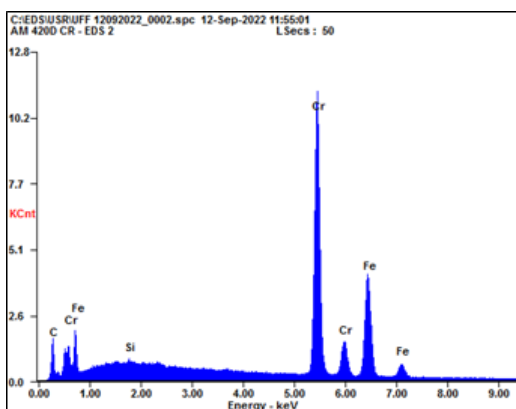


Figura 110: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D no estado como recebida após a corrosão.



(a)

Elemento	Peso %
Si	0,59
Cr	11,20
Fe	87,13



(b)

Elemento	Peso %
Si	0,22
Cr	57,41
Fe	36,42

Figura 111: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D como recebido realizada (a) na matriz ferrítica e (b) no carboneto.

Assim como ocorreu com o aço 420A, para o 420D também é notado um baixo teor de Cromo na matriz, que é de 11,20% em peso, conforme mostrado na Figura 111a. Isso indica que houve um empobrecimento de Cromo devido a precipitação de carbonetos, o que faz com que o material apresente uma menor resistência à corrosão, visto que este elemento é o que possibilita a formação do filme passivo, responsável pela proteção da superfície do material.

Já para a análise realizada no carboneto (Figura 111b), observa-se que a porcentagem em peso é de: 57,41 de Cr, 36,42 de Fe, 5,95 de C e 0,22 de Si. Como o teor de Cromo no carboneto é elevado, possivelmente este corresponde ao $M_{23}C_6$, sendo M consistindo principalmente de ferro e cromo. [6].

A Figura 112 mostra a micrografia do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 30 minutos.

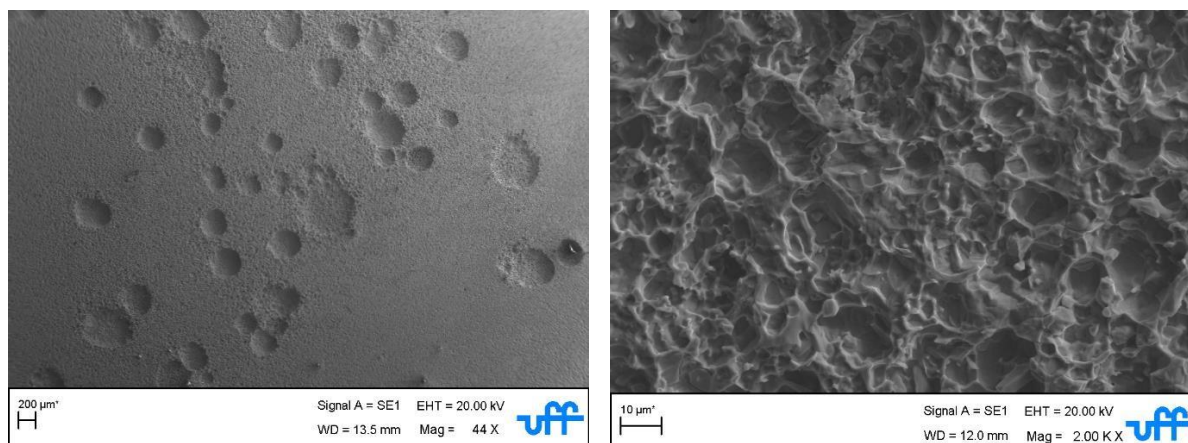


Figura 112: Micrografia em MEV após ensaio de corrosão do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos.

A partir da análise das micrografias da Figura 112, é possível observar que houve corrosão generalizada na superfície do material e ainda formação de pites na superfície da amostra. De acordo com os resultados mostrados na Tabela 30, essa condição realmente não iria apresentar uma boa resistência à corrosão por pite ($E_{\text{pite}} = 0,107 \text{ V}$).

Foi, então, realizada uma análise pontual de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos, conforme mostrado na Figura 113 e o resultado semiquantitativo se encontra na Figura 114.

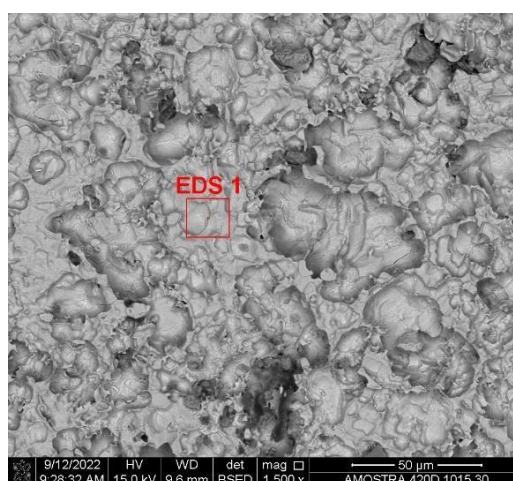
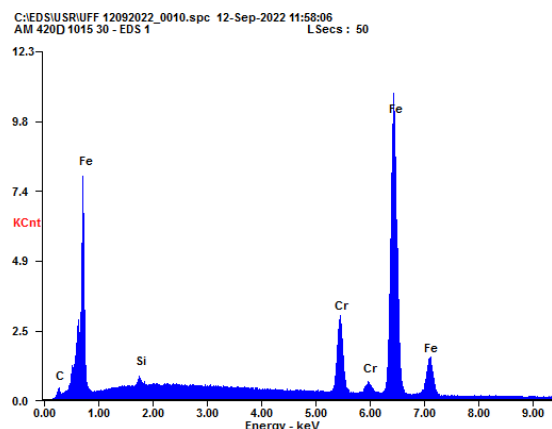


Figura 113: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos.



Elemento	Peso %
Si	0,46
Cr	12,47
Fe	85,68

Figura 114: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos.

Pela análise da Figura 114, é possível observar que a porcentagem de peso de Cromo é de 12,47%, o que é esperado, uma vez que a análise foi realizada na matriz do material. A corrosão ocorre devido a diferença do teor de Cromo entre a matriz e o precipitado, que nesta situação já não está mais visível por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), pois o material está corroído.

A Figura 115 mostra a micrografia do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 60 minutos. É possível observar, através da análise das micrografias, que para essa condição de tratamento térmico houve formação de pites pontuais e ligeira perda por corrosão na superfície. Pelos resultados mostrados na Tabela 30, essa condição também não apresentaria boa resistência à corrosão por pite.

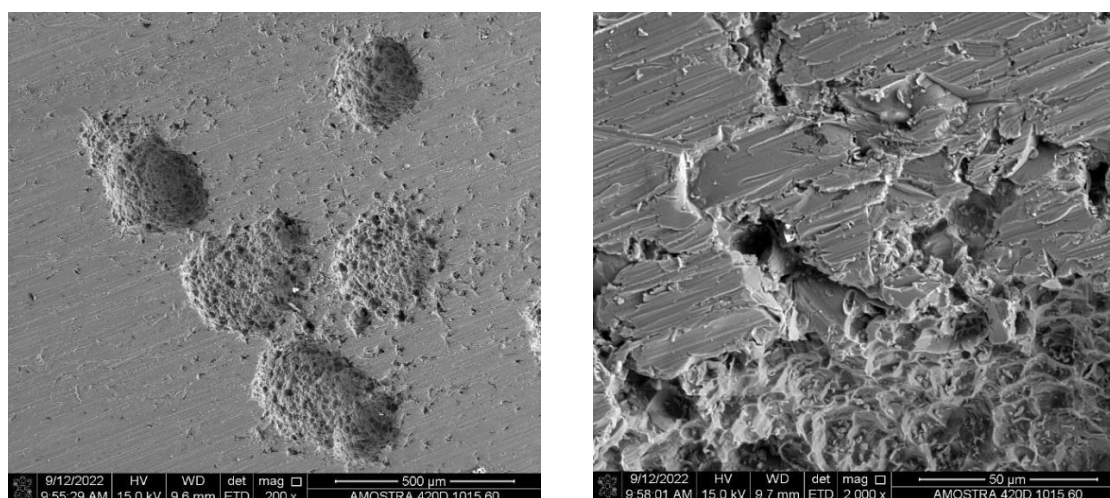


Figura 115: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos.

Foram, então, realizadas três análises pontuais de EDS, sendo o ponto EDS1 o mais distante do pite e o ponto EDS3 o mais próximo do pite, na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos, conforme mostrado na Figura 116 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 117.

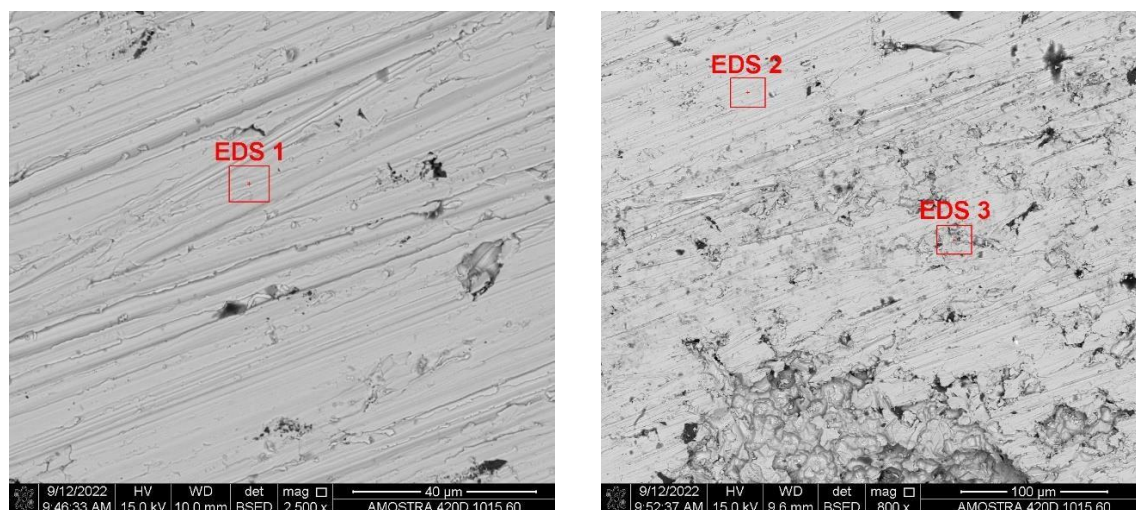
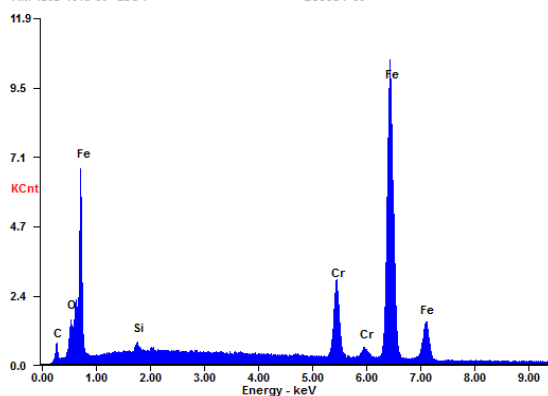


Figura 116: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos.

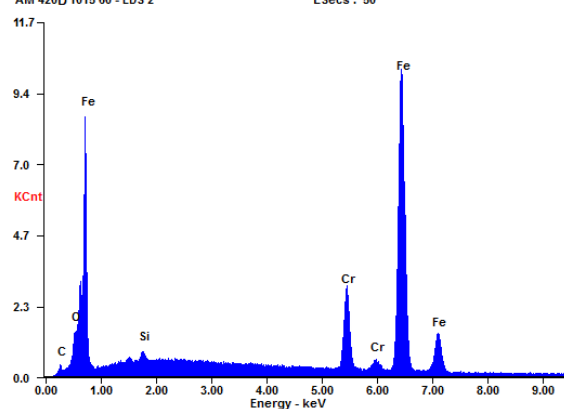
C:\EDS\USRIUFF 12092022_0009.spc 12-Sep-2022 11:57:47
AM 420D 1015 60 - EDS 1 LSecs : 50



Elemento	Peso %
Si	0,43
Cr	12,03
Fe	83,46

(a)

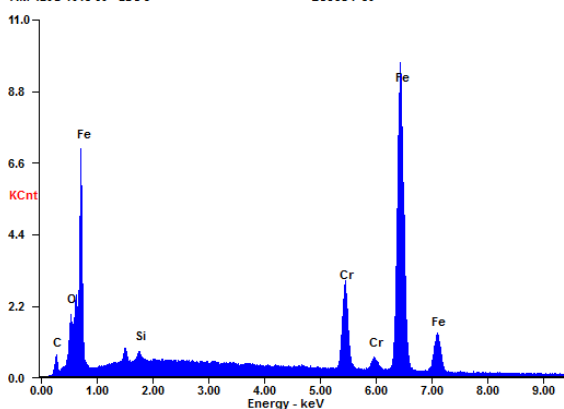
C:\EDS\USRIUFF 12092022_0011.spc 12-Sep-2022 11:58:27
AM 420D 1015 60 - EDS 2 LSecs : 50



Elemento	Peso %
Si	0,51
Cr	12,40
Fe	84,19

(b)

C:\EDS\USRIUFF 12092022_0012.spc 12-Sep-2022 11:58:45
AM 420D 1015 60 - EDS 3 LSecs : 50



Elemento	Peso %
Si	0,48
Cr	12,67
Fe	82,14

(c)

Figura 117: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos realizada

(a) no ponto EDS1; (b) no ponto EDS2 e (c) no ponto EDS3.

Pelos resultados semiquantitativos mostrados na Figura 117, não é notada depleção de Cromo nos três pontos onde a análise foi realizada, uma vez que foram realizados na matriz do material.

A Figura 118 mostra a micrografia do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos. É possível notar que houve formação de pites, com baixa profundidade arrancada, e corrosão da superfície do material.

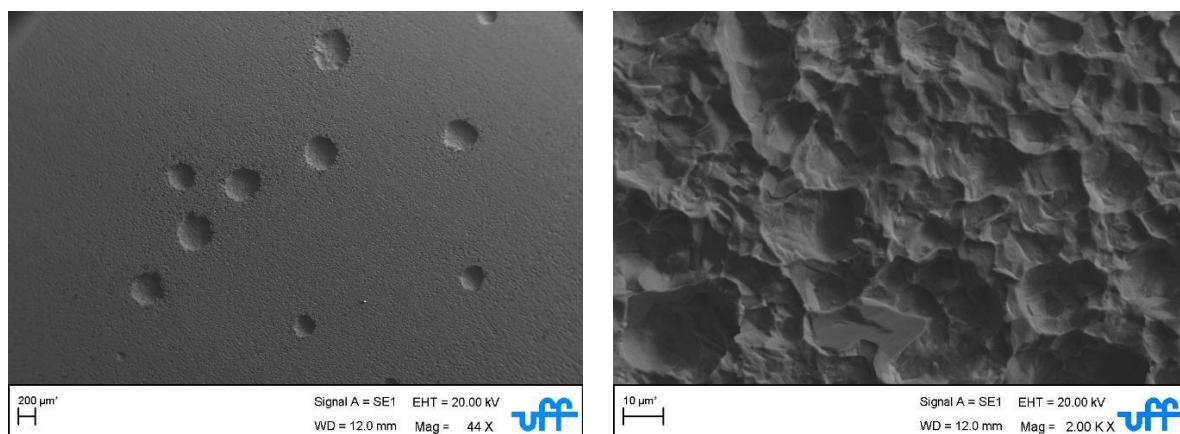


Figura 118: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos.

Foi, então, realizada uma análise pontual de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos, conforme mostrado na Figura 119 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 120.

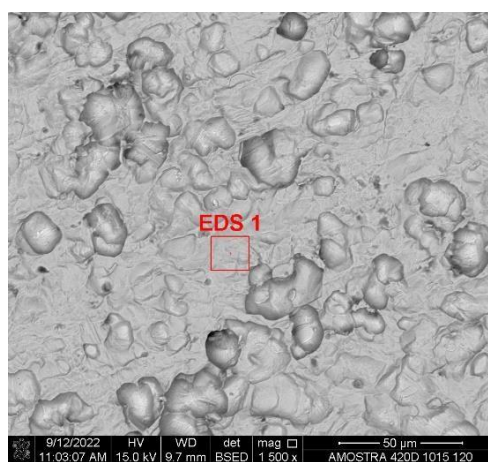
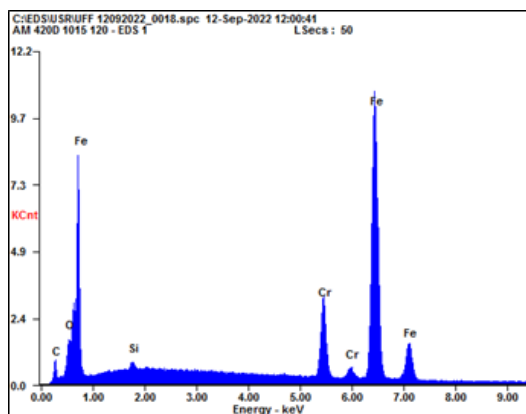


Figura 119: Ponto de realização da microanálise EDS no aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos.



Elemento	Peso %
Si	0,41
Cr	12,29
Fe	82,56

Figura 120: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos.

Pelos resultados mostrados na Figura 120, não houve depleção do teor de Cromo novamente, uma vez que as análises foram realizadas na matriz do material.

A Figura 121 mostra a micrografia do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 30 minutos e que depois sofreu revenimento na temperatura de 200°C durante 60 minutos. Ao ser comparada com a condição apenas temperada para esses mesmos parâmetros (Figura 112), é possível observar que não houve melhora na resistência à corrosão após o revenimento. Após este tratamento a superfície está similar à que tinha passado apenas pela têmpera (Figura 112), ou seja, ainda há corrosão generalizada na superfície e, também, formação de pites, que após o revenimento, estão com profundidade maior do que após a têmpera.

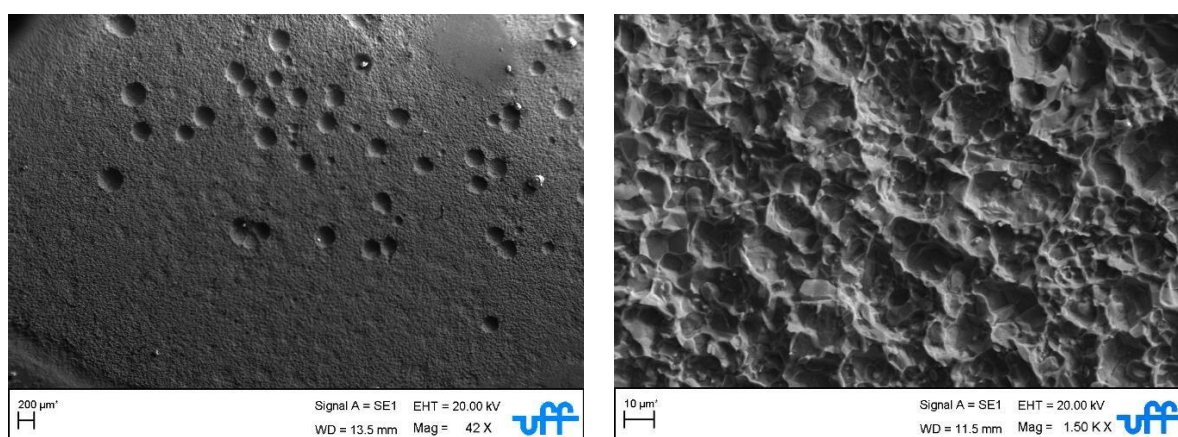


Figura 121: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 30 minutos e revenimento a 200°C durante 60 minutos.

Foi, então, realizada uma análise pontual de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 30 minutos e depois foi revenida na temperatura de 200°C, no ponto mostrado na Figura 122 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 123.

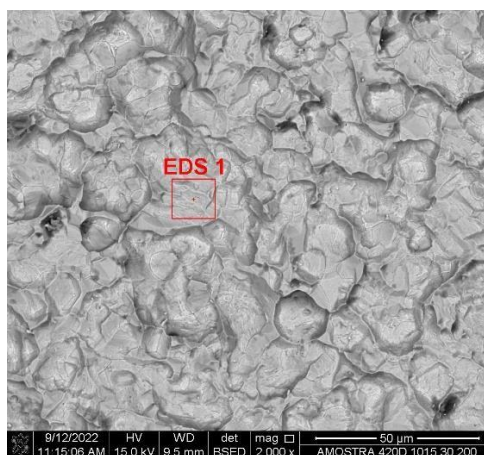
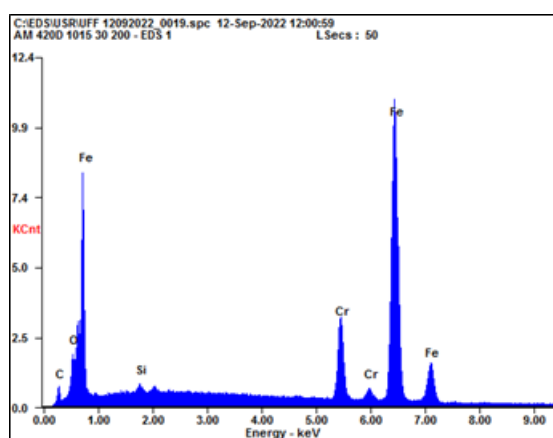


Figura 122: Ponto de realização da microanálise EDS no aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C durante 30 minutos e revenido a 200°C durante 60 minutos.



Elemento	Peso %
Si	0,37
Cr	12,65
Fe	82,72

Figura 123: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C por 30 minutos e depois revenido a 200°C por 60 minutos.

Pelos resultados mostrados na Figura 123, é possível notar que mais uma vez, não houve depleção do teor de Cromo, uma vez que as análises foram realizadas na matriz do material.

A Figura 124 mostra a micrografia do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 60 minutos e que depois sofreu revenimento na temperatura de 200°C durante 60 minutos. Diferente do que ocorreu nas condições apresentadas anteriormente, para essa condição, é possível notar que houve corrosão por placas, diferentemente do que ocorreu quando a amostra estava apenas temperada (Figura

115), que apresentou a formação de pites. Isso corrobora com o que foi mostrado na Figura 106a, que indicava uma melhor resistência à corrosão por pite quando a amostra foi revenida na temperatura de 200°C.

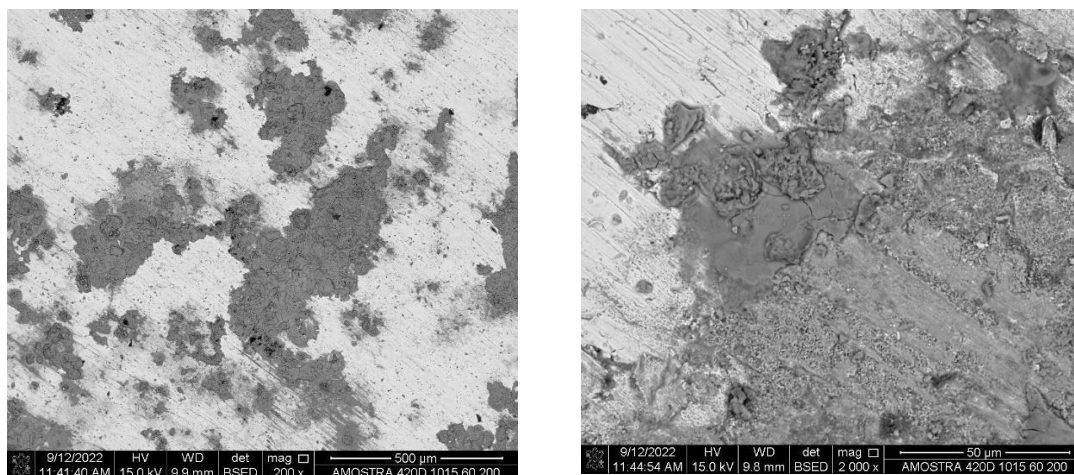


Figura 124: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos e revenimento a 200°C durante 60 minutos.

Foram, então, realizadas quatro análises pontuais de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 60 minutos e depois foi revenida na temperatura de 200°C, nos pontos mostrados na Figura 125 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 126.

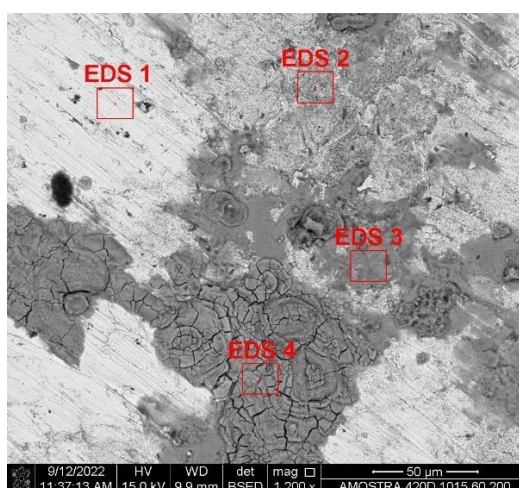
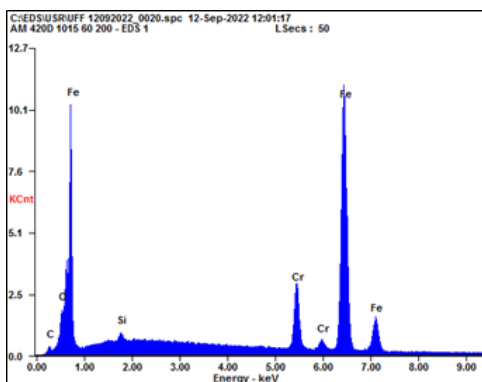
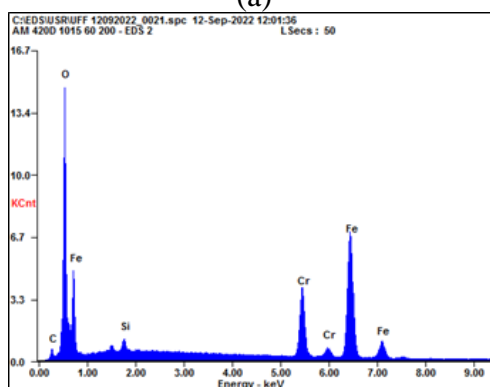


Figura 125: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C durante 60 minutos e revenido a 200°C durante 60 minutos.



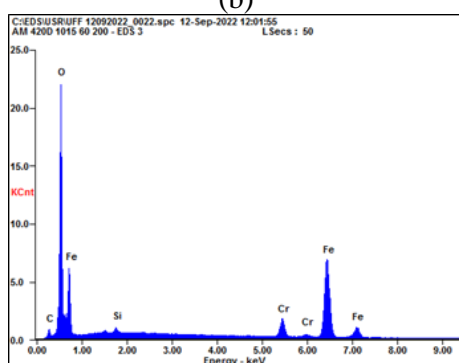
Elemento	Peso %
Si	0,46
Cr	11,62
Fe	84,87

(a)



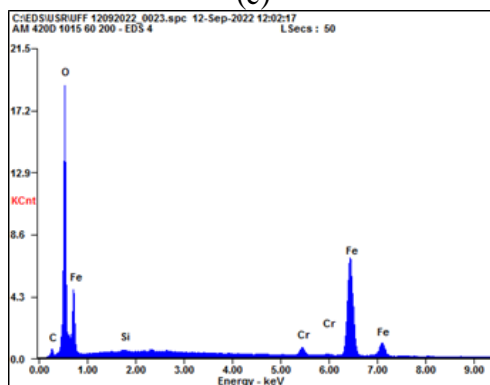
Elemento	Peso %
Si	01,02
Cr	19,21
Fe	62,83

(b)



Elemento	Peso %
O	22,94
Si	0,65
Cr	7,99
Fe	65,19

(c)



Elemento	Peso %
C	2,50
O	21,60
Si	0,25
Cr	3,14
Fe	72,52

(d)

Figura 126: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos realizada

(a) no ponto EDS1; (b) no ponto EDS2; (c) no ponto EDS3 e (d) no ponto EDS4.

A partir dos resultados encontrados nas análises mostradas na Figura 126, é possível observar que houve formação de placas de óxido na superfície do material, uma vez que houve forte presença de Oxigênio nas análises EDS3 e EDS4, conforme visto nas Figuras 126c e 126d, respectivamente.

A Figura 127 mostra a micrografia do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e que depois sofreu revenimento na temperatura de 200°C durante 60 minutos. É possível notar que houve corrosão nos contornos de grão, diferentemente do que ocorreu quando a amostra estava apenas temperada, conforme visto na Figura 118. Houve, também, formação de pites na superfície. Pelos resultados apresentados na Figura 106, era possível ver que haveria piora na resistência à corrosão, uma vez que a densidade de corrente de corrosão possui um valor muito elevado após o revenimento a 200°C ($i_{\text{corr}} = 2539,2 \mu\text{A}/\text{mm}^2$).

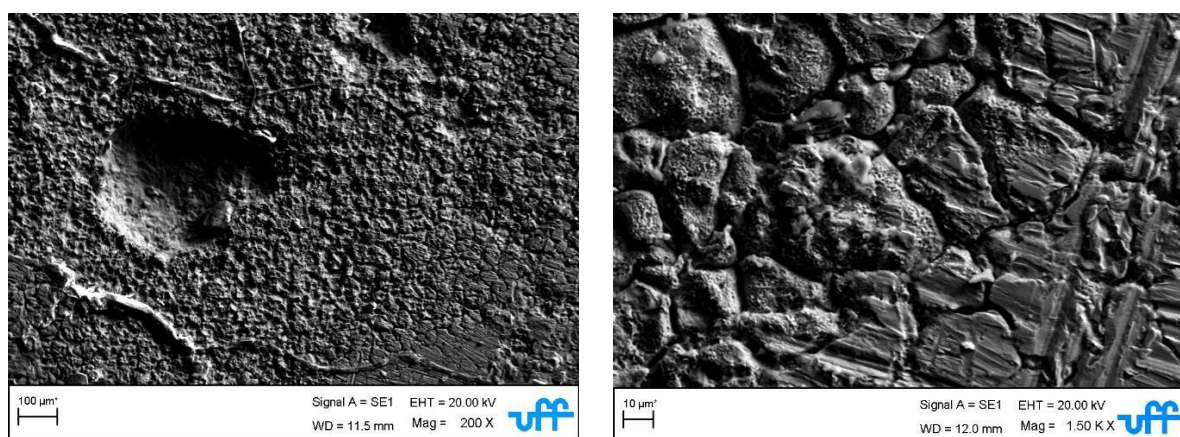


Figura 127: Micrografia em MEV do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 120 minutos e revenimento a 200°C durante 60 minutos.

Foram, então, realizadas duas análises pontuais de EDS na amostra que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e depois foi revenida na temperatura de 200°C, nos pontos mostrados na Figura 128 e os resultados semiquantitativos se encontram na Figura 129.

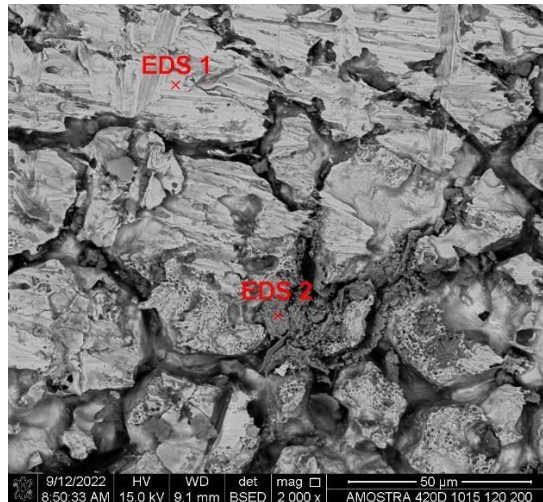
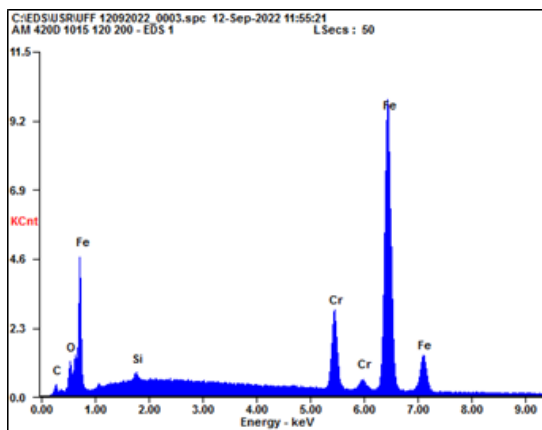
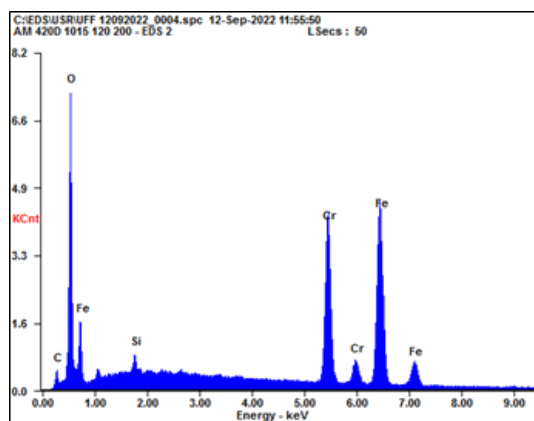


Figura 128: Pontos de realização da microanálise EDS no aço 420D austenitizado e temperado a 1015°C durante 120 minutos e revenido a 200°C durante 60 minutos.



(a)



(b)

Figura 129: Espectro da microanálise EDS e respectiva composição química do aço 420D que passou pelo tratamento de austenitização e têmpera realizado na temperatura de 1015°C pelo tempo de 60 minutos realizada

(a) no ponto EDS1 e (b) no ponto EDS2.

Na análise do ponto EDS1, Figura 129a, não houve redução do teor de Cromo, uma vez que a análise foi realizada na matriz. Já no ponto EDS2, que se encontra em uma região próxima ao contorno de grão, onde houve corrosão, o teor de Cromo em porcentagem de peso é de 30,19, medida diferente da realizada na matriz do material (12,36%), indicando que, nesta situação, possivelmente ocorreu a corrosão no contorno de grão.

Após as análises pontuais, foi realizada também uma análise em linha que contemplou 500 pontos em todas as condições de tratamento térmico selecionadas para a análise de EDS. Esse tipo de análise teve como objetivo a realização de uma análise estatística da distribuição de Cromo na amostra.

A Tabela 35 mostra os valores da densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) e dureza para as condições escolhidas para o prosseguimento da análise para o aço AISI 420D. Os valores aqui apresentados são os mostrados nas Tabelas 17, 27, 28, 31 e 33 e tem como objetivo ajudar na comparação dos resultados obtidos. Foram adicionados também os valores de dureza na escala Rockwell C para ajudar na visualização da variação de dureza entre as condições analisadas.

Tabela 35: Valores densidade de corrente de corrosão e dureza para as amostras como recebida, austenitizada e temperada a 1015°C por 30, 60 e 120 minutos e com revenimento em 200°C do aço AISI 420D.

Condição	i_{corr} ($\mu A/mm^2$)	Dureza (HV)	Dureza (HRC)
Como recebida (CR)	0,035	179	6
1015_30	0,305	590	55
1015_60	0,711	621	56
1015_120	3,887	603	55
1015_30_200	0,791	484	48
1015_60_200	0,001	490	48
1015_120_200	2539,2	364	37

A Figura 130 mostra a distribuição de Cromo na amostra como recebida após o ensaio de corrosão do aço 420D. Pela distribuição de Cromo (Figura 130), nota-se que a maior parte dos valores (479) se encontra em 12,5%, valor próximo a composição química. As composições químicas acima desse valor indicam os carbonetos, então, que estão fortemente presentes na amostra como recebida, conforme foi possível observar na Figura 109.

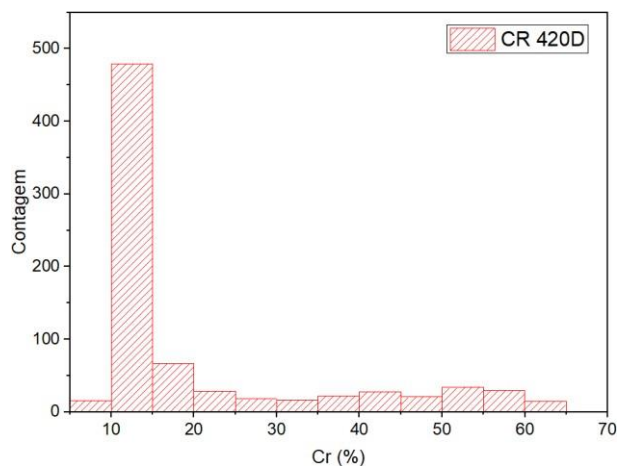


Figura 130: Distribuição da quantidade de Cromo na amostra como recebida do aço 420D após o ensaio de corrosão.

A Figura 131 mostra a distribuição de Cromo na amostra do aço 420D após ensaio de corrosão das amostras que passaram por austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante os tempos de 30, 60 e 120 minutos. É possível notar, pela observação da distribuição de Cromo, que para o tempo de 30 minutos, há uma maior quantidade de Cromo dissolvido na matriz, cujos valores chegam até em torno de 20 e 30%. Também é esta condição que apresenta melhor resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 0,305 \mu\text{A}/\text{mm}^2$) dentre as analisadas na condição temperada, conforme mostrado na Tabela 35. Isso ocorre justamente devido ao fato de que o teor de Cromo mais elevado leva a uma camada passiva mais rica em Cromo e, conseqüentemente, em uma melhor resistência à corrosão [11].

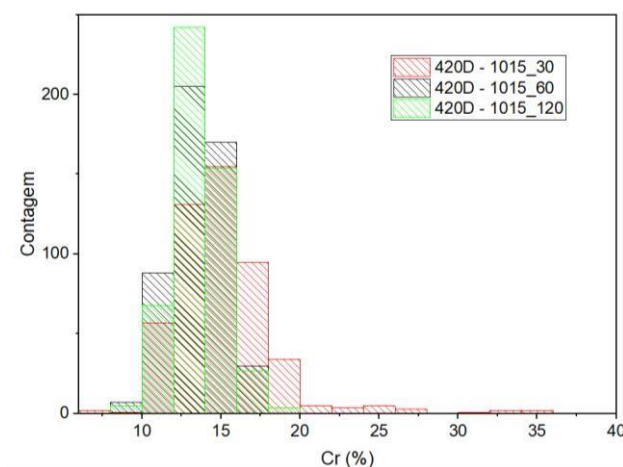


Figura 131: Distribuição da quantidade de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras do aço 420D após austenitização e têmpera.

A Figura 132 mostra a distribuição de Cromo na amostra do aço 420D após ensaio de corrosão das amostras que passaram por austenitização e têmpera na temperatura de 1015°C durante os tempos de 30, 60 e 120 minutos e depois passaram pelo revenimento na temperatura de 200°C por 60 minutos.

Pela análise da distribuição de Cromo mostrada na Figura 132, é possível notar que o tempo de 120 minutos apresentou valores de Cromo na matriz até valores próximos a 60%, porém, quando comparamos com o valor de densidade de corrente de corrosão mostrada na Tabela 36 ($i_{\text{corr}} = 2539,2 \mu\text{A}/\text{mm}^2$), essa é a que possui a pior resistência à corrosão dentre as analisadas após o revenimento. Uma explicação para este fenômeno pode ser pois, conforme visto na Figura 127, a corrosão para esta condição ocorreu nos contornos de grão, que podem estar com teor de Cromo elevado, explicando, assim, essa maior presença do elemento na distribuição. Também é possível notar depleção de Cromo em algumas regiões.

Já para o tempo de 60 minutos, nota-se pela distribuição de Cromo que há teores elevados do elemento, em torno de 30%. Esse também foi o tempo que apresentou a melhor resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 0,001 \mu\text{A}/\text{mm}^2$), o que indica formação de camada passiva rica em Cromo, que garantiu melhor resistência à corrosão [11]. Nessa condição também é possível notar que existem pontos que apresentaram depleção de Cromo. Conforme mostrado na Figura 125, a corrosão nessa condição ocorreu por placas de óxido e, de acordo com as análises de EDS mostradas nas Figuras 126c e 126d realizadas nas regiões das placas de óxido, houve a depleção de Cromo nessa região.

Para o tempo de 30 minutos, a distribuição mostrou que o teor de Cromo está majoritariamente na composição química do aço (próximo de 13%). Nessa condição houve corrosão da superfície e formação de pites, conforme visto na Figura 121, e a resistência à corrosão foi mediana ($i_{\text{corr}} = 0,791 \mu\text{A}/\text{mm}^2$).

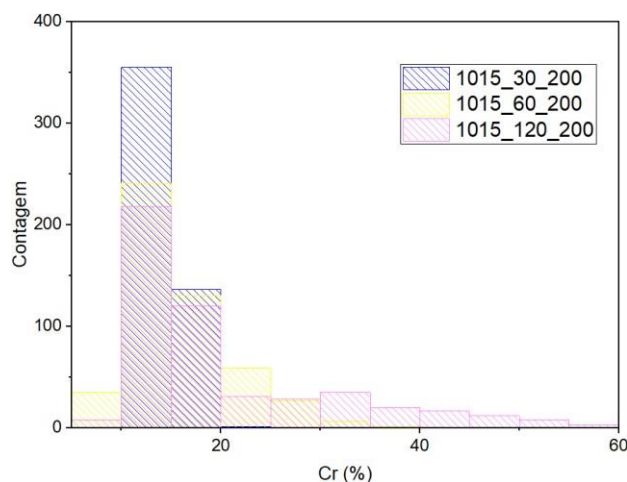


Figura 132: Distribuição da quantidade de (a) ferro e (b) cromo nas amostras do aço 420D tratadas termicamente após o ensaio de corrosão.

Ao serem comparados, então, todos os resultados apresentados na Tabela 36, junto com as distribuições de Cromo e as micrografias das condições de tratamento térmico selecionadas, é possível dizer que para o aço AISI 420D, o tratamento térmico que apresentou melhores resultados combinados de dureza e resistência à corrosão foi quando a austenitização foi realizada na temperatura de 1015°C durante 60 minutos e, em sequência, foi realizado o revenimento na temperatura de 200°C durante o tempo de 60 minutos.

Essa escolha se deu devido ao fato de que é difícil a aplicação do material no estado apenas temperado, em que acaba se tornando mais frágil, então, opta-se por sua utilização na condição revenida. Quando se comparam os valores de dureza das condições revenidas, observa-se que para o tempo de 60 minutos, essa dureza é maior (490 HV) do que para os tempos de 30 minutos (484 HV) e 120 minutos (364 HV). O tempo de 60 minutos também foi o que apresentou melhor resistência à corrosão ($0,001 \mu\text{A}/\text{mm}^2$). Sendo assim, a condição escolhida é a que melhor se adequa, visto que possui boa resistência à corrosão e sua dureza, mesmo sendo menor em relação a da amostra apenas temperada, ainda é boa, tornando viável a aplicação do material em condições que necessitem de algum grau de ductilidade.

Também é possível notar que os três tempos empregados na temperatura de 1015°C apresentaram mecanismo de corrosão distintos, sendo que em 30 minutos houve corrosão generalizada e formação de pites, em 60 minutos houve corrosão por placas e em 120 minutos houve corrosão no contorno de grão.

5.2.5 Comparação dos resultados dos aços AISI 420A e AISI 420D

Para finalizar, foi realizada uma comparação dos resultados obtidos de corrosão e dureza dos dois aços inoxidáveis martensíticos que foram objetos de estudo no presente trabalho para a temperatura de austenitização de 1015°C, em que foram obtidas as melhores combinações de dureza e resistência à corrosão dentre as três temperaturas estudadas.

A Figura 133 mostra a comparação da dureza dos dois aços no estado como recebido, após a têmpera e após o revenimento nas duas temperaturas empregadas (200°C e 400°C). É possível notar que os valores de dureza do aço 420D (Figura 133b) são ligeiramente mais baixos que os do aço 420A (Figura 133a). Isso é justificado devido ao fato do aço 420A possuir teor de carbono maior do que no aço 420D (0,3197% e 0,1894%, respectivamente), conforme visto nas Tabelas 9 e 10, no tópico 4.2.1, visto que a dureza aumenta com o teor de carbono [1].

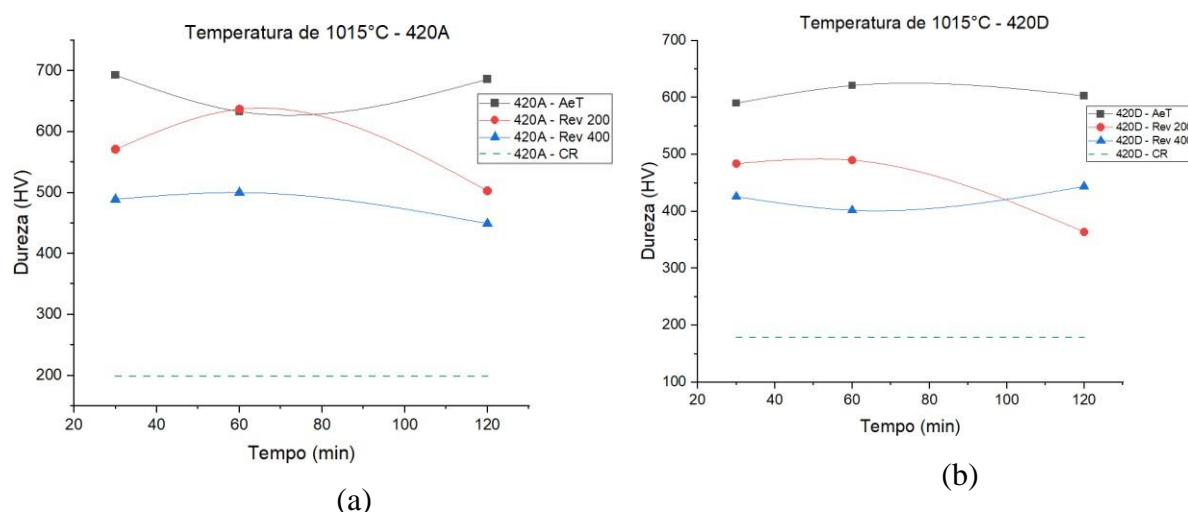


Figura 133: Dureza dos aços (a) AISI 420A e (b) AISI 420D nos estados como recebido (CR), após austenitização e têmpera (AeT) e após os revenimento em 200°C e 400°C (Rev 200 e Rev 400).

Também foi possível observar pela Figura 133a que para o aço 420A, o revenimento em 200°C ainda apresentou valores de dureza elevados após o revenimento. Já o revenimento realizado em 400°C apresentou valores de dureza mais baixos. No revenimento realizado em 200°C, o tempo de austenitização de 60 minutos apresentou valor de dureza similar ao da amostra apenas temperada. Isso se justificou pela maior quantidade de carbonetos dispersos na matriz, o que evidenciou o fenômeno de endurecimento secundário, conforme foi visto na Figura 55, no tópico 5.2.3.2.

Já para o aço 420D (Figura 133b), após o revenimento houve redução de dureza nas duas temperaturas utilizadas no tratamento. Para os tempos de 30 e 60 minutos, o revenimento

realizado em 400°C apresentou valores de dureza mais baixos do que para a temperatura de 200°C. Essa condição se inverteu para o tempo de 120 minutos, onde o valor mais baixo de dureza encontrado foi para a temperatura de revenimento de 200°C, também indicando a ocorrência de endurecimento secundário na temperatura de 400°C, conforme visto na Figura 97, do tópico 5.2.4.2.

A Figura 134 mostra a distribuição de Cromo após ensaio de corrosão na amostra como recebida dos aços 420A e 420D.

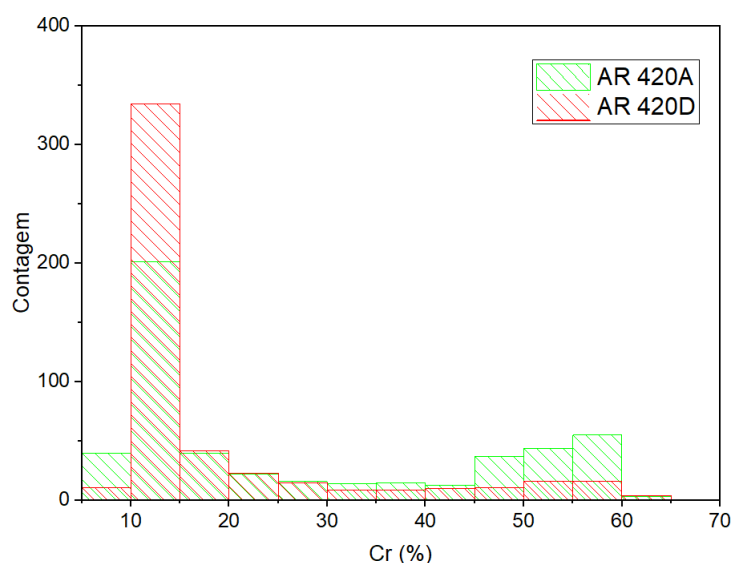


Figura 134: Distribuição de Cromo na amostra como recebida após o ensaio de corrosão dos aços AISI 420A e 420D.

Em ambos os aços é possível observar que a maior parte de Cromo está concentrada em torno de 12,5%, ou seja, na composição química do aço (que é de 12,3% para o aço 420A e 12% para o aço 420D, conforme visto nas Tabelas 9 e 10, respectivamente, da seção 4.2.1). As demais porcentagens acima desse valor indicam a presença dos carbonetos na matriz, lembrando que esses aços, na condição como recebida, possuem matriz ferrítica com carbonetos dispersos, conforme foi visto na Figura 69, no tópico 5.2.3.4 e na Figura 110, no tópico 5.2.4.4. Sendo assim, o aço 420A possui uma maior quantidade de carbonetos dispersos na matriz do que o aço 420D.

Também é possível observar que o aço 420A apresentou maior depleção de Cromo do que o aço 420D, indicando que foi o que apresentou maior corrosão. Quando se compara com os valores de densidade de corrente de corrosão ($0,078 \mu\text{A}/\text{mm}^2$ para o aço 420A e $0,035$

$\mu\text{A}/\text{mm}^2$ para o aço 420D, conforme visto nas Tabelas 21 e 30, nas seções 5.2.3.3 e 5.2.4.3, respectivamente), nota-se que realmente foi isso que ocorreu.

A Figura 135 mostra a distribuição de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras após austenitização e têmpera realizada na temperatura de 1015°C dos aços 420A e 420D.

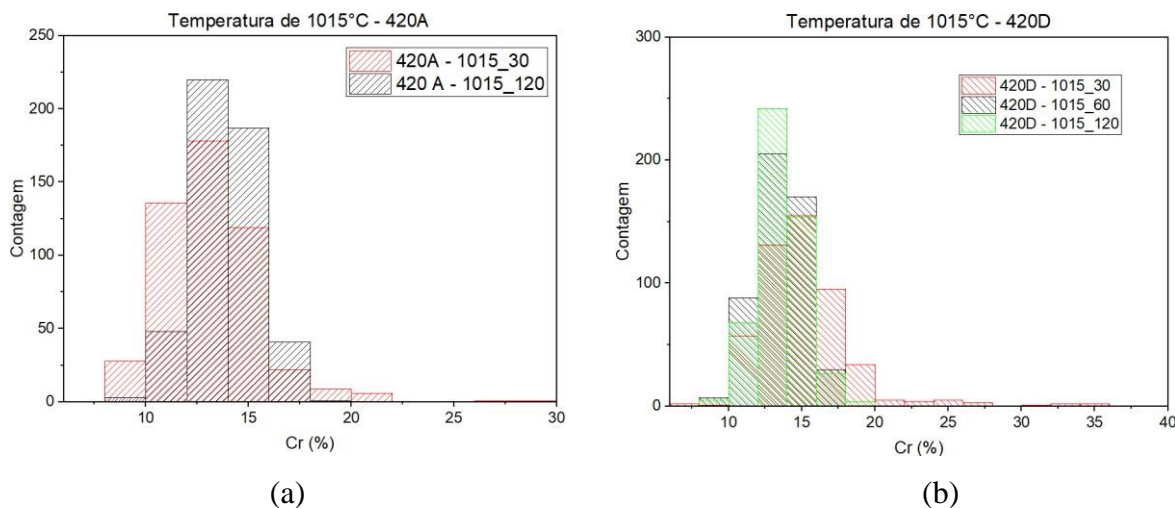


Figura 135: Distribuição de Cromo após ensaio de corrosão dos aços (a) AISI 420A e (b) AISI 420D que passaram por austenitização e têmpera.

Para o aço 420A, de acordo com a Figura 135a, é possível notar que o tempo de 30 minutos é o que apresenta maior quantidade de Cromo dissolvido na matriz dentre as duas condições analisadas, apresentando picos (15 valores) em torno de 20%, enquanto para o tempo de 120 minutos os picos (41 valores) se encontram até em torno de 17%. O tempo de 30 minutos também foi o que apresentou melhor resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 0,001 \mu\text{A}/\text{mm}^2$, de acordo com a Tabela 26), indicando uma camada passiva mais rica em Cromo [11].

Para o aço 420D, observou-se pela Figura 135b, que para o tempo de 30 minutos, há uma maior quantidade de Cromo dissolvido na matriz, com 22 valores com teor de Cromo acima de 20%. Também é esta condição que apresentou melhor resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 0,305 \mu\text{A}/\text{mm}^2$) dentre as analisadas na condição temperada, conforme mostrado na Tabela 35, indicando a uma camada passiva mais rica em Cromo e, conseqüentemente, em uma melhor resistência à corrosão [11]. No tempo de 60 minutos só foram encontrados valores até 17% de Cromo e no tempo de 120 minutos, até 19%.

Sendo assim, quando ambos os materiais estudados sofrem apenas o tratamento de austenitização e têmpera, a melhor resistência à corrosão é obtida quando a o processo é realizado na temperatura de 1015°C durante 30 minutos. Mas como a empregabilidade desse

material apenas temperado não costuma ser viável, é necessário analisar o comportamento desse material após o revenimento.

A Figura 136 mostra a distribuição de Cromo após ensaio de corrosão nas amostras após austenitização e têmpera realizada na temperatura de 1015°C e, depois, revenimento na temperatura de 400°C para o aço 420A e na temperatura de 200°C para o aço 420D.

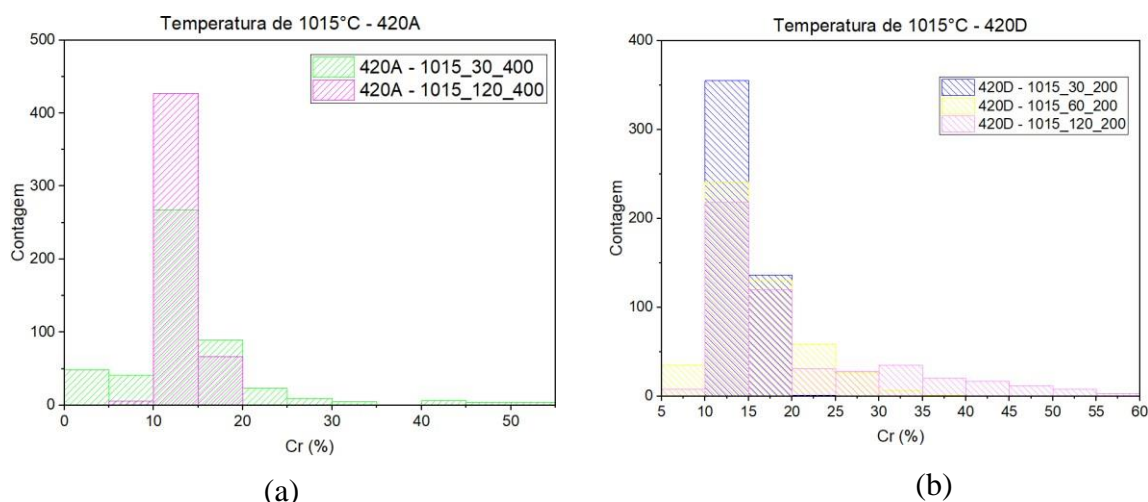


Figura 136: Distribuição de Cromo após ensaio de corrosão dos aços (a) AISI 420A e (b) AISI 420D que passaram por austenitização, têmpera e revenimento.

No aço 420A, ao analisar a distribuição de Cromo (Figura 136a) para o tempo de 30 minutos, houve depleção de Cromo, com 90 valores entre 2,5% e 7,5% de Cromo, explicada pela forte presença de carbonetos visto na Figura 78. Essa depleção não favorece a formação da camada passiva, o que diminuiu a resistência à corrosão nesse caso ($i_{\text{corr}} = 0,003 \mu\text{A}/\text{mm}^2$). Já para o tempo de 120 minutos, a distribuição do teor de Cromo se encontra próxima a composição química do material, por volta de 12% e, nesta condição, não houve corrosão da superfície do material, conforme visto na Figura 81.

Para o aço 420D, foi visto que houve mecanismos de corrosão diferentes em cada um dos tempos empregados. A distribuição, de acordo com a Figura 136b, para o tempo de 30 minutos, onde ocorreu corrosão por pite, mostra que a maior parte dos pontos (355) está próximo a composição química do aço (12,5%) e a resistência à corrosão foi mediana ($i_{\text{corr}} = 0,791 \mu\text{A}/\text{mm}^2$).

No tempo de 60 minutos, em que a corrosão foi por placas, foi onde ocorreu a depleção de Cromo mostrada nos 35 valores que se encontram em 7,5% de Cromo. Esse tempo apresentou 94 pontos com teor de Cromo acima de 20% e foi o com maior resistência à corrosão dentre os analisados, indicativo da camada passiva mais rica nessa condição [11].

O tempo de 120 minutos apresentou corrosão nos contornos de grão e pela análise da distribuição de Cromo da Figura 136b, foi possível notar 154 com teor de Cromo acima de 20%, sendo que esses valores chegam até 60%. Porém essa condição é a com pior resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 2539,2 \mu\text{A}/\text{mm}^2$), o que foi indicativo de que os contornos de grão estão com teor de Cromo elevado.

6 CONCLUSÃO

Com base nos resultados e na discussão obtidos a partir da realização das análises via método de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura do aço inoxidável austenítico 304L nos estados como recebido e deformado, pode-se concluir que:

- Utilizando os mapas de orientação foi possível comprovar que a estrutura do material como recebido é composto apenas de austenita, como era de se esperar e que os grãos não seguem uma direção preferencial;
- Ao ser deformado por fadiga de baixo ciclo, o material passou a apresentar em sua microestrutura a fase martensita, o que já era esperado, uma vez que o processo de deformação favorece a formação desta fase;
- A maior parte dos grãos de martensita se formaram na região direita da figura, que é a região da borda do concentrador de tensão presente na amostra;
- A fração de martensita formada no processo de deformação por fadiga de baixo ciclo foi de 12,6%. Como o valor ficou abaixo 20%, essa martensita formada irá atuar de forma benéfica para o material;
- Foi possível notar a presença de maclas na microestrutura do material tanto como recebido como deformado. No estado como recebido, a frequência de contornos de macla é de 22,7% e na amostra na condição deformada a frequência é de 20%;

- A frequência do total dos contornos do tipo CSL na amostra como recebida é de $26,5 \pm 0,03$ % e na amostra no estado deformado é de $27,3 \pm 0,03$ %, apresentando, então, um aumento de 0,8%.
- Na amostra como recebida, a fração de contornos de grão de alto ângulo com a relação de Kurdjumov-Sachs (KS) e com relação de Nishiyama-Wassermann (NW) corresponde a 8,6%. Já na amostra deformada, o total de contornos com estas relações de orientação é de 10,8%.
- Na amostra como recebida, a maior frequência de pontos triplos encontrados é a do tipo H – H – C (34%) e na amostra no estado deformado a maior frequência encontrada são as dos tipos H–H–H, com 49%;
- Baseado nos mapas de orientação do material como recebido, foi possível notar que os contornos de baixo e alto ângulo estão bem divididos, sendo os de alto ângulo em uma quantidade ligeiramente maior (53,9%). Já ao analisar o material deformado, observou-se a predominância dos contornos de alto ângulo;
- Foi observado que a distribuição das desorientações entre os grãos no material como recebido é aleatória, sendo que a maior parte corresponde a desorientação em torno de 3° , seguida pela desorientação em torno de 60° , o que equivale aos contornos de baixo ângulo e as maclas, respectivamente.
- Essa distribuição de desorientações permanece da mesma forma quando o material passa para o estado deformado;

Com base nos resultados e na discussão obtidos no material como recebido e após a realização dos ensaios de dureza e corrosão dos aços inoxidáveis martensíticos 420A e 420D nos estados como recebido e após a realização dos tratamentos térmicos de austenitização, têmpera e revenimento, pode-se concluir que:

- Ambos os aços, no estado como recebido, apresentaram microestrutura composta de ferrita com carbonetos esferoidizados, uma vez que o material passou pelo processo de recozimento previamente;
- No estado como recebido, o aço AISI 420A apresentou dureza de $199 \pm 2,92$ HV e o aço AISI 420D apresentou dureza de $179 \pm 1,68$ HV;
- Para o aço AISI 420A, a análise termodinâmica previu a ocorrência dos carbonetos $M_{23}C_6$ para temperaturas de até, aproximadamente, 1000°C . Já para o aço AISI 420D, foi prevista a ocorrência desse carboneto para temperaturas de até, aproximadamente 900°C . Já o carboneto do tipo M_7C_3 não foi apontado em quantidades significativas em nenhum dos dois aços;
- Após os tratamentos de austenitização e têmpera em todas as condições utilizadas houve um aumento da dureza com relação a da amostra como recebida em ambos os aços. As razões para que esse aumento de dureza são distribuição homogênea da martensita em ripa na microestrutura, pelo ao aumento de Cromo e Carbono na austenita com o aumento da temperatura e pela dissolução dos carbonetos, que gera um aumento na supersaturação de carbono e uma distorção no reticulado da martensita;
- Para o aço AISI 420A, a combinação austenitização seguida de têmpera que apresentou maior valor de dureza foi para a temperatura de austenitização de 1015°C durante o tempo de 30 minutos, com valor de dureza de 693 ± 6 HV. Para o aço AISI 420D, combinação de temperatura/tempo que apresentou maior valor de dureza foi para a temperatura de austenitização de 1015°C durante o tempo de 60 minutos, com valor de dureza de 621 ± 12 HV;
- Para ambos os aços, após a austenitização e têmpera em todas as condições empregadas, a microestrutura encontrada foi de martensita em ripas com carbonetos dispersos na matriz. Foi possível notar que o aumento da temperatura de austenitização proporcionou também uma maior transformação martensítica,

- Nos dois aços, foi possível notar a presença de carbonetos na matriz, em uma maior quantidade na temperatura de 980°C e essa quantidade diminuiu com o aumento da temperatura e quase não é notada na temperatura de 1050°C;
- Em ambos os aços, em geral, após a realização do revenimento, o realizado na temperatura de 200°C apresentou valores de dureza elevados, diferente do que ocorreu com o revenimento realizado a 400°C, que apresentou valores de dureza mais baixos;
- Após o revenimento, em ambos os aços, a temperatura de 1015°C apresentou maior redução de dureza, principalmente no revenimento realizado a 400°C;
- No aço AISI 420A, houve endurecimento secundário nas condições de austenitização e têmpera em 980°C por 60 minutos, em ambas as temperaturas de revenimento utilizadas, e em 1050°C por 120 minutos, no revenimento em 200°C. No aço AISI 420D, houve endurecimento secundário no revenimento realizado a 400°C, para todas as temperaturas de austenitização no tempo de encharque de 120 minutos;
- Pelas curvas de polarização geradas após ensaio de corrosão, para o aço AISI 420A, o maior potencial de pite foi na condição de austenitização em 1015°C por 30 minutos, com a melhor resistência à corrosão por pite nesse caso. A condição que apresenta maior susceptibilidade a apresentar corrosão por pite é a com temperatura de austenitização de 980°C por 30 minutos;
- Já para o aço AISI 420D, a condição de austenitização em 1050°C por 60 minutos, apresenta a melhor resistência à corrosão por pite. A condição que apresenta maior susceptibilidade a apresentar corrosão por pite é a com temperatura de austenitização de 980°C por 60 minutos;
- Após apenas a realização da têmpera, a temperatura de 1015°C e os tempos de 30 e 60 minutos apresentaram melhor resistência à corrosão (0,001 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$) para o aço AISI 420A. Para o aço AISI 420D, a temperatura de 1050°C com tempo de 60 minutos apresentou a melhor resistência à corrosão (0,00003 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$);

- Após a realização do revenimento, os melhores resultados de corrosão para o aço AISI 420A foram obtidos para a temperatura de 400°C e para o aço AISI 420D foi na temperatura de 200°C;
- Em ambos os aços, após apenas o tratamento de têmpera, a temperatura de 1015°C e o tempo de 30 minutos apresentou melhor resistência a corrosão e a distribuição de Cromo indicou teor mais elevado nessa condição, levando a uma camada passiva mais rica em Cromo e em uma melhor resistência à corrosão;
- Após o revenimento em 400°C, no aço AISI 420A, na temperatura de 1015°C e tempo de 30 minutos, houve uma forte presença de carbonetos na matriz, em especial o $M_{23}C_6$ e depleção de Cromo, não favorecendo a formação da camada passiva, diminuindo a resistência à corrosão;
- Após o revenimento em 400°C, no aço AISI 420A, na temperatura de 1015°C e tempo de 120 minutos, o teor de Cromo estava próximo da composição química do aço e não foi observada corrosão na superfície do material;
- Para o aço AISI 420D, com austenitização em 1015°C por 30, 60 e 120 minutos e revenimento em 200°C, foram observados mecanismos de corrosão diferentes em cada um dos tempos empregados;
- No tempo de 30 minutos, ocorreu corrosão por pite, a distribuição de Cromo está próxima a composição química do aço e a resistência à corrosão foi mediana ($i_{\text{corr}} = 0,791 \mu\text{A}/\text{mm}^2$);
- No tempo de 60 minutos, a corrosão ocorreu por placas, a distribuição apontou valores de teor de Cromo acima de 20% e foi a condição com maior resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 0,001 \mu\text{A}/\text{mm}^2$), indicativo da camada passiva mais rica;
- No tempo de 120 minutos, ocorreu corrosão nos contornos de grão, a distribuição de Cromo mostrou teor de Cromo acima de 20%, com valores chegando até 60%. Essa condição apresentou pior resistência à corrosão ($i_{\text{corr}} = 2539,2 \mu\text{A}/\text{mm}^2$), indicando que os contornos de grão estão com teor de Cromo elevado;

- Ao serem comparados os resultados de dureza, corrosão e as distribuições de Cromo, o melhor tratamento térmico para o aço AISI 420A é para austenitização realizada na temperatura de 1015°C durante 120 minutos e, em sequência, é realizado o revenimento na temperatura de 400°C durante o tempo de 60 minutos;
- Ao serem comparados os resultados de dureza, corrosão e as distribuições de Cromo, o melhor tratamento térmico para o aço AISI 420D é para austenitização realizada na temperatura de 1015°C durante 60 minutos e, em sequência, é realizado o revenimento na temperatura de 200°C durante o tempo de 60 minutos;

7 TRABALHOS FUTUROS

Com o intuito de dar continuidade ao presente trabalho, podem ser elaborados em trabalhos futuros:

- Realizar microanálise de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS) em mais regiões para obtenção de novas distribuições de Cromo;
- Realizar ensaios de tração e impacto em amostras tratadas nas condições escolhidas para conhecer melhor o comportamento mecânico do material nos parâmetros de tratamento térmico escolhidos.

8 REFERÊNCIAS

1. COSTA E SILVA, A. L. V., MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 2ª. ed., 2006.
2. TALONEN, J. **Effect of strain-induced α' -martensite transformation on mechanical properties of metastable austenitic stainless steels**. Helsink: University of Technology, 2007.
3. STAINLESS, W. **Site da World Stainless**, 2022. Disponível em: <<https://www.worldstainless.org/statistics/stainless-steel-meltshop-production/stainless-steel-meltshop-production-2015-2021/>>. Acesso em: 30 Agosto 2022.
4. PLAUT, R. L., HERRERA, C., ESCRIBA, D. M., RIOS, P. R., PADILHA, A. F. A short review on wrought austenitic stainless steels at high temperatures: processing, microstructure, properties and performance. **Materials Research**, v. 10, n. 4, p. 453-460, 2007.
5. ISFAHANY, A. N.; SAGHAFIAN, H.; BORHANI, G. The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI 420 martensitic stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, p. 3931-3936, 2011.
6. BARLOW, L. D.; DU TOIT, M. Effect of autenitizing heat treatment on microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 2012. 1327–1336.
7. XU, Y., ZHANG, S. H., CHENG, M., SONG, H. W. In Situ X-ray Diffraction Study of Martensitic Transformation in Austenitic Stainless Steel during Cyclic Tensile Loading and Unloading. **Scripta Materialia**, n. 67, p. 771-774, 2012.

8. STEEL, A. Atlas Steel. **Site da Atlas Steel**, 2018. Disponível em: <<http://www.atlassteels.com.au/site/pages/stainless-steel-grade-composition-chart.php>>. Acesso em: 6 Junho 2018.
9. 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, v. 128, p. 120-134, 2017.
10. PALMA-ELVIRA, E. D. et al. Microstructural development and mechanical properties during hot rolling and annealing of an automotive steel combining TRIP/TWIP effects. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 798, p. 45-52, 2019.
11. BÖSING, I. et al. Influence of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of martensitic stainless steel. **API Advances**, 24 Junho 2019. 1-8.
12. CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos**. 7^a. ed., São Paulo, 2005.
13. ABINOX. **Site da Associação Brasileira de Aço Inoxidável**. Disponível em: <<https://abinox.org.br/estatisticas/>>. Acesso em: 16 Janeiro 2023.
14. PADILHA, A. F., GUEDES, L. C. **Aços inoxidáveis austeníticos-microestrutura e propriedades**. 1^a. ed. São Paulo: Hemus, 1994.
15. HANDBOOK, A. I. **ASM International Handbook-Speciality Handbook: Stainless Steels**. ASM International, 1994.
16. SMITH, W. F. **Principles of Materials Science and Engineering**. 3^a. ed. Nova York, 1996.
17. DAN, W. J., ZHANG, W. G., LI, W. G., LIN, Z. Q. A model for strain-induced martensitic transformation of TRIP steel with strain rate. **Computational Materials Science**, v. 40, p. 101-107, 2007.
18. TAVARES, S. S. M., PARDAL, J. M., DA SILVA, M. J. G., ABREU, H. F. G., DA SILVA, M. R. Deformation induced martensitic transformation in 201 modified austenitic stainless steel. **Material Characterization**, v. 60, p. 907-911, 2009.
19. GONZALEZ, B. M., BUONO, V. T. L., CASTRO, C. S. B., ANDRADE, M. S., VILELA, J. M. C., MORAES, J. M. D., MANTEL, M. J. The influence of cooper addition on the formability of AISI 304 stainless steel. **Materials Science and Engineering**, 2003.

20. SPENCER, K., EMBURY, J. D., CONLON, K. T., VÉRON, M., BRÉCHET, Y. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels. **Materials Science Engineering**, v. A387-389, p. 873-881, 2004.
21. ALVES, J. M. **Análise da Transformação Martensítica e Tensão Residual em um Aço Inoxidável 304L**. Dissertação de Mestrado: Instituto Militar de Engenharia, 2014.
22. KIM, J. H., PARK, W. S., CHUN, M. S., KIM, J. J., BAE, J. H., KIM, M. LEE, J. M. Effect of Pre-Straining on Low-Temperature Mechanical Behavior of AISI 304L. **Materials Science Engineering**, p. 50-57, 2012.
23. RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. **Transformações de fase**. São Paulo: Artliber, 2007.
24. GHOSH, S. K., MALLICK, P., CHATTOPADHYAY, P. P. Effect of cold deformation on phase evolution and mechanical properties in austenitic stainless steel for structural and safety applications. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 19, n. 4, p. 63-68, 2012.
25. LACOMBE, P., BAROUX, B., BERANGER, G. **Stainless Steels**. Paris: Les Editions de Physique Les Ulis, 1993.
26. SHEWMON, P. G. **Transformations in metals**. 1^a. ed. Nova York: McGraw-Hill, 1969.
27. CASTRO, C. S. B. **Efeito da adição de cobre nas propriedades mecânicas de aços inoxidáveis austeníticos**. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2003.
28. IWAMOTO, I., TSUTA, T., TOMITA, Y. Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in trip steels and modeling of transformation kinetics. **Elsevier Science**, Pergamon, v. 40, p. 173-182, 1998.
29. BROOKS, J. W., LORETTO, M. H., SMALLMAN, R. E. Direct observation of martensite nuclei in stainless steel. **Acta Materialia**, v. 27, p. 1839-1847, 1979.
30. MANGONON, P. L., THOMAS, G. The martensite phases in 304 stainless steel. **Metallurgical Transactions**, v. 1, p. 1578-1586, Junho 1970.
31. GUNTNER, C. J., REED, R. P. The effect of experimental variables including the martensitic transformation on the low-temperature mechanical properties of austenitic stainless steels. **Transactions of the ASM**, v. 55, p. 399-419, 1962.

32. RINTAMAA, R., SULONEN, M. **Proceedings Associazione Italiana de Metallurgia**. Biennial Congress International Deep Drawing Research Group. 1982. p. 119-125.
33. FONSECA, G. S. et al. Study of Martensitic Transformation in 304L Stainless Steel after Tensile and Low Cycle Fatigue Tests. **Journal of Materials Science Research**, 17 Dezembro 2019. 22-31.
34. MAIER, H. J., SCHNEEWEISS, O., DONT, B. Kinetics of Fatigue-Induced Phase Transformation in a Metastable Austenitic 304L Type Steel at Low Temperatures. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 29, p. 521-526, 1993.
35. YUN-BYUN, J., MOTOMICHI, K., TAKAHIRO, S., KANEAKI, T., HIROSHI, N. In situ microscopic observations of low-cycle fatigue-crack propagation in high-Mn austenitic alloys with deformation-induced E-martensitic transformation. **Acta Materialia**, v. 112, p. 326-336, 2016.
36. HASSAN, A. F.; JAWAD, Q. A. Experimental study of the effect of austenitizing temperature and multiple tempering on the microstructure of AISI 410 martensitic stainless steel. **The Iraqi Journal for Mechanical and Material Engineering**, v. 1, Maio 2015.
37. KRAUSS, G. **Steels: processing, structure and performance**. 2ª. ed. [S.l.]: ASM International, 2015.
38. PINEDO, C. E. **Estudo morfológico e cinético da nitretação por plasma pulsado do aço inoxidável martensítico AISI 420**. Universidade de São Paulo - Tese de doutorado. São Paulo. 2000.
39. UNTERWEISER, P. M.; BOYER, H. E.; KUBBS, J. J. . **The Heat Treater's Guide**. American Society for Metals, 1982.
40. KITAHARA, H. et al. Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel. **Acta Materialia**, n. 54, p. 1279-1288, 2006.
41. MAGALHÃES, C. H. X. M. Efeito do processamento térmico nas transformações de fase ferrita-austenita em um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304.. **UFOP**, Ouro Preto, 2017.
42. GRACIOSO, J. F. F. **Efeito das condições de têmpera na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço inoxidável martensítico fundido CA6NM**.

- Universidade Federal de Santa Catarina - Dissertação de Mestrado. Florianópolis. 2003.
43. KRAUSS, G. Martensite in steel: strength and structure. **Materials Science and Engineering**, v. 273-275, p. 40-57, dez. 1999.
 44. GALINARI, C. M. **Estudo microestrutural de aço inoxidáveis martensíticos com aplicações em cutelaria profissional**. Belo Horizonte: UFMG, 2005.
 45. ALCÂNTARA, C. M. **Relação estrutura-propriedades-processamento de aços inoxidáveis martensíticos**. Belo Horizonte: UFMG, 2021.
 46. SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. Tempering fo Steel Speich. **Metalluirgical Transactions**, v. 3, p. 1043-1054, 1972.
 47. SCHEUER, C. J. et al. Effects of heat treatment conditions on microstructure and mechanical properties of AISI 420 steel. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Cuiabá, 2014.
 48. ASSUMPSÃO, R. L. **Resistência à corrosão da camada martensítica formada na superfície do aço inoxidável ferrítico 409 tratado por SHPTN. 2003. 74f**. Curitiba: Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná, 2013.
 49. MARCUCI, J. R. J. et al. Corrosion and microstructural characterization of martensitic stainless steels submitted to industrial thermal processes for use in surgical tools. **Revista Brasileira de Engenharia Biomédica**, v. 30, p. 257-264.
 50. BONAGANI, S. K.; BATHULA, V.; KAIN, V. Influence of tempering treatment on microstructure and pitting corrosion of 13 wt.% Cr martensitic stainless steel. **Corrosion Science**, Mumbai, 14 Dezembro 2017. 340-354.
 51. CANDELÁRIA, A. F.; PINEDO, C. E. Influence of heat treatment on the corrosion resistance of the martensitic stainless steel type AISI 420. **Journal of Materials Science Letters**, v. 22, p. 1151-1153, Agosto 2003.
 52. ROSEMAN, P. et al. Influence of solution annealing temperature and cooling medium on microstructure, hardness and corrosion resistance of martensitic stainless steel X46Cr13. **Material Corrosion**, 2015. 1068-1076.
 53. LU, S. Y. et al. Effects of austenitizing temperature on microstructure and electrochemical behavior of a martensitic stainless steel. **Journal of Applied Electrochemistry**, 2015. 375-383.

54. CHAVES, J. G. **Análise quantitativa da martensita induzida por deformação de um aço inoxidável austenítico 304L com concentradores de tensão submetido a carregamento cíclico.** Volta Redonda, 2017.
55. WOLYNEC, S. **Técnicas Eletroquímicas em Corrosão.** São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2003.
56. SILVA, E. M. F. S.; FONSECA, G. S.; FERREIRA, E. A. Microstructural and selective dissolution analysis of 316L austenitic stainless steel. **Journal of Materials Research and Technology**, 2021. 4317-4329.
57. DALLAGO, L. **Análise da resistência à corrosão em aços ferramenta.** Alegrete: Universidade Federal do Pampa, 2019.
58. ZHU, J.; ZHANG, Z.; XIE, J. Relationship between martensite microstructure and ductility of H13 steel from aspect of crystallography. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 28, p. 1268-1281, 2021.
59. RANDLE, V. Twinning-related grain boundary engineering. **Acta Materialia**, n. 52, p. 4067-4081, Maio 2004.
60. BRANDON, D. G. The structure of high-angle grain boundaries. **Acta Metallurgica**, v. 14, n. 11 p. 1479-1484, 1966.
61. SANGID, M. D. et al. Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries. **Acta Materialia**, v. 59, p. 283-296, 2011.
62. FRARY, M. **Crystallographically consistent percolation theory for grain boundary networks.** Tese de Doutorado - Instituto de Tecnologia de Massachusetts. Cambridge. 2005.
63. HUH, M. Y.; ENGLER, O.; BARRALES-MORA, L. A. Effects of texture on grain growth in an interstitial-free steel sheet. **International Journal of Materials Research**, v. 103, p. 1423-1433, Dezembro 2012.
64. KALLEND, J. S.; MORRIS, P. P.; DAVIES, G. J. **Texture transformations - the misorientation distribution function.** Oxford: [s.n.], v. 24, 1976. 361-370 p.
65. ZAEFFERER, S.; OHLERT, J.; BLECK, W. A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of low alloyed TRIP steel. **Acta Materialia**, n. 52, p. 2765-2778, 2004.

66. RADWANSKI, K.; WROZYNA, A.; KUZIAK, R. Role of the advanced microstructures characterization in modeling of mechanical properties of AHSS steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 639, p. 567-574, Julho 2015.
67. HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2^a. ed. Kidlington: Elsevier, 2004.
68. MITSUHIRO, O., HIRONOBU, F., HIROAKI, O., TETSURO, S. Strain-induced martensite formation in austenitic stainless steel. **J Mater Science**, v. 48, p. 6157-6166, Maio 2013.
69. TOPIC, M.; TAIT, R. B.; ALLEN, C. The fatigue behaviour of metastable (AISI-304) austenitic stainless steel wires. **International Journal of Fatigue**, Cape Town, n. 29, p. 656-665, Setembro 2006.
70. MARCUCCI, J. R. J. et al. Corrosion and microstructural characterization of martensitic stainless steels submitted to industrial thermal processes for use in surgical tools. **Brazilian Journal of Biomedical Engineering**, Setembro 2014. 257-264.
71. CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 7^a. ed., Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2008.
72. WOLYNEC, S. **Técnicas Eletroquímicas em Corrosão**. São Paulo: EDUSP, 2013.
73. KIM, J. et al. Effect of chromium content on intergranular corrosion and precipitation of Ti-stabilized ferritic stainless steels. **Corrosion Science**, 2010. 1847-1852.
74. ROSA, E. **Análise de resistência mecânica - Mecânica da fratura e fadiga**. Grupo de Análise e Projeto Mecânico, 2002.
75. CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5^a. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000.
76. DOWLING, N. E. **Mechanical Behavior of Materials**. 3^a. ed. Blakburg: Pearson Prentice Hall, 2007.
77. HECKER, S.S., STOUT, M. G., STAUDHAMMER, K. P., SMITH, J. L. Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation. **Metallurgical Transactions A**, v. 13A, p. 619-626, 1982.

78. FONSECA, G. S. **O Estudo do Crescimento de Grão em uma liga Al-1%Massa Mn**. Volta Redonda: Tese de Doutorado, 2007.
79. SCHWARZER, R. A. Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer Controlled SEM. **Microan**, v. 28:3, p. 249-267, 1997.
80. PINTO, A. L., LOPES, A. M. Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão. **IPEN**, São Paulo, n. 2^a, p. 441-459, 2003.
81. SCHWARTZ, A. J., KUMAR, M., ADAMS, B. L. **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**. Nova York: Kluwer Academic/Plenum Publishers , 2000.
82. VIANA, C. S. C. **Deformação, Recristalização e Textura**. Curso ABM. São Paulo. 2001.
83. RANDLE, V. Microtexture Determination and its applications. In: RANDLE, V. **Microtexture Determination and its applications**. 2^a. ed. Londres: Maney Publishing, 2003.
84. DAS, A. Grain boundary engineering: fatigue fracture. **Philosophical Magazine**, Jamshedpur, Fevereiro 2017.
85. APERAM. APERAM South America. **Aço Inox: Especificações Técnicas**. Disponível em: <<https://www.aperam.com/sites/default/files/documents/Aperam%20-%20A%C3%A7o%20Inox%20-%20Especifica%C3%A7%C3%B5es%20T%C3%A9cnicas.pdf>>. Acesso em: 09 Setembro 2022.
86. PRABHU GAUNKAR, G. V.; HUNTZ, A. M.; LACOMBE, P. Role of carbon embrittlement phenomena of tempered martensitic 12Cr-0.15% C steel. **Metal Science**, 1980. 241-252.