

Efeito do tratamento termomecânico de reversão martensítica nas propriedades e na microestrutura de um aço inoxidável austenítico AISI 201LN submetido à deformação via ECAP

Effect of thermomechanical martensitic reversion treatment on the properties and microstructure of an AISI 201LN austenitic stainless steel processed by ECAP

Renato Batista Da Cruz¹, Bruna Madeira Araújo Da Cruz¹, Andrey de Moraes Barcelos Casanova¹, Talita Gama Sousa¹ , Andersan dos Santos Paula¹ , Vítor Luiz Sordi², Luiz Paulo Brandão¹

¹Instituto Militar de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Praça General Tibúrcio, 80, 22290-270, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

²Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais. Rodovia Washington Luís, s/n, 13565-905, São Carlos, SP, Brasil.

e-mail: renatomateriais9@gmail.com, bruna.materiais@gmail.com, Andreymbc@hotmail.com, talitagama@ime.eb.br, andersan@ime.eb.br, sordi@ufscar.br, brandao@ime.eb.br

RESUMO

O presente estudo desenvolveu uma nova metodologia de processamento termomecânico, que consiste na combinação de técnicas de deformação plástica severa e tratamento térmico de reversão martensítica. Com o propósito de refinar a microestrutura de um aço inoxidável AISI 201 LN e obter um material com propriedades avançadas. Para isso, o material foi solubilizado a 1050 °C por 1 hora. Em seguida o aço foi deformado via extrusão em canal angular (ECAP) a 300 °C por 3 passes utilizando a rota BC, com intuito de reduzir o tamanho de grão (TG) e ao mesmo tempo aumentar a dureza do material, sem que ocorra a transformação martensítica. Posteriormente, o mesmo foi submetido ao forjamento rotativo, com 35% de redução do diâmetro, com intenção induzir a transformação martensítica e conseqüentemente o aumento da dureza. Por fim, o material foi tratado termicamente para reversão da martensita, a 750 °C por 15 minutos. Os resultados evidenciaram que não ocorreu transformação de fases no material submetido ao processo de ECAP, entretanto ocorreu um aumento significativo na dureza (cerca de 80%) no terceiro passe e uma redução do tamanho de grão. O forjamento rotativo promoveu a transformação martensítica e por conseqüência elevou em cerca de 170% a dureza. Após o tratamento de reversão, foi observado, pelas imagens de EBSD (*Electron Backscatter Diffraction* – Difração de elétrons retroespalhados) redução e a maior homogeneização do tamanho de grão, além do aumento na dureza do material quando comparado à condição de como recebido. As curvas de tração evidenciaram o aumento significativo no limite de escoamento e na tensão de ruptura do material.

Palavras-chave: ECAP; deformação plástica severa; aço inoxidável austenítico; 201LN, EBSD.

ABSTRACT

The present study developed a new methodology for thermo-mechanical processing, combining severe plastic deformation techniques and martensitic reversion heat treatment. The aim was to refine the microstructure of an AISI 201 LN stainless steel and obtain a material with advanced properties. The material was annealed at 1050 °C for 1 hour to achieve this. Subsequently, the steel was deformed via Equal Channel Angular Pressing (ECAP) at 300 °C for three passes using the BC route to reduce the grain size (GS) and simultaneously increase the material's hardness without martensitic transformation occurring. Afterward, it underwent rotary forging, with a 35% reduction in diameter, aiming to induce martensitic transformation and increase hardness. Finally, the material underwent heat treatment to revert the martensite at 750 °C for 15 minutes. The results showed no phase transformation occurred in the material subjected to the ECAP process. However, there was a significant increase in hardness (about 80%) after the third pass and a reduction in grain size. Swaging (rotary forging)

promoted martensitic transformation, resulting in a 170% increase in hardness. After the reversion treatment, Electron Backscatter Diffraction (EBSD) images showed a reduction and greater homogenization of grain size, as well as an increase in material hardness compared to the as-received condition. Tensile curves showed a significant increase in yield strength and ultimate tensile strength of the material.

Keywords: ECAP; severe plastic deformation; austenitic stainless steel; AISI 201LN; EBSD.

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) são metaestáveis, logo a austenita (γ - CFC) pode se transformar em martensita (α' - CCC) quando submetidos à deformação plástica. A série 200 também conhecida como Cr-Mn-N é caracterizada por possuir alto teor de manganês e nitrogênio em substituição ao níquel, principal elemento utilizado para estabilizar a austenítica, isso também possibilita um menor custo de fabricação [1–6]. Ademais, possuem boas propriedades mecânicas e são menos suscetíveis ao efeito TRIP quando comparados com os aços inoxidáveis da série 300 [7, 8].

O tamanho do grão, em um metal policristalino, influencia de forma significativa o comportamento mecânico, físico ou químico. Logo uma forma eficaz de se aumentar a resistência e a tenacidade dos materiais é promover a redução do tamanho do grão. Técnicas de deformação plástica severa (DPS) são utilizadas para produzir grãos em escalas submicrométricas (100 nm – 1,0 μ m) e/ou nanométrica (<100 nm). A extrusão em canal angular (ECAP) impõem ao material uma deformação de natureza cisalhante quando ele cruza o canal de interseção da matriz. Ao fim do processamento a amostra não sofre alteração na sua seção transversal o que possibilita a realização de passes sucessivos. Como consequência, diferentes sistemas de deslizamentos podem ser acionados ao rotacionar a amostras antes de cada passe. Em virtude da natureza da deformação, do ângulo de interseção dos canais e do número de passes consecutivos, uma grande deformação acumulada é inserida no material, isso resulta na formação de uma estrutura de grãos refinados. A deformação acumulada que pode ser estimada pela equação 1: [9–12]

$$\varepsilon_{ECAP} = \frac{n}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right\} \quad (1)$$

Outra técnica envolvendo processos de deformação plástica severa, que permite a redução da seção transversal de sólidos, fios e cilindros é o forjamento rotativo. Essa técnica foi desenvolvida com intuito de produzir componentes de alto desempenho, sendo também economicamente viável para indústria. Além disso, promove a redução do tamanho de grão, o aumento do limite de resistência a tração e de escoamento, e produz um excelente acabamento superficial. A deformação acumulada referente ao forjamento pode ser estimada pela seguinte equação 2:[13–15]

$$\varepsilon_{FR} = -\ln(1 - R) \quad (2)$$

Alguns autores afirmam que a combinação de algumas técnicas de DPS aliadas a tratamentos termomecânicos podem produzir materiais com propriedades únicas e dimensões adequadas para várias aplicações tecnológicas [16–18]. SOUZA *et al.* [19] adotaram um tratamento térmico de 750 °C por 15 minutos para obter reversão completa da martensita.

Em vista disso, este estudo buscou investigar o desenvolvimento de uma estrutura de grãos refinados no aço inoxidável AISI 201 LN. A rota de processamento adotada para uma boa correlação entre a resistência mecânica e ductilidade passou pela deformação via ECAP seguida do forjamento rotativo, e por fim o tratamento térmico de reversão da martensita.

Pela primeira vez foi desenvolvida uma nova combinação de processos termomecânicos (ECAP a 300 °C + forjamento rotativo a temperatura ambiente + tratamento térmico de reversão martensítica) envolvendo o aço inoxidável austenítico AISI 201 LN. É muito importante ressaltar que os resultados obtidos neste estudo evidenciaram melhoras significativas nas propriedades mecânicas, como dureza, limite de escoamento e resistência à tração. Além disso, foi alcançado o refino da microestrutural, proporcionando também a homogeneização do tamanho de grão.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Material

O material estudado trata-se do aço inoxidável austenítico AISI 201 LN, fornecido pela Aperam South America na forma de esboço 28 mm de espessura. Os principais elementos da composição química do aço encontram-se

Tabela 1: Composição química do aço inoxidável austenítico AISI 201 LN.

C	MN	SI	CR	NI	MO	CU	NB	P	N
0,0223	6,8668	0,3957	17,0163	4,0119	0,0103	0,0227	0,0075	0,0307	0,1528
W	Sn	Pb	B	Ti	Al	Co	V	S	
0,0121	0,0008	0,0126	0,0018	0,0041	0,0032	0,0363	0,044	0,001	

na tabela 1. As amostras foram confeccionadas por meio do corte a jato de água com abrasivos. Em seguida foram usinadas com auxílio de tornos CNC com refrigeração, ao final foram confeccionados lingotes de 70 mm de comprimento por 10 mm de diâmetro.

As amostras foram nomeadas da seguinte forma: como recebida (CR); submetida ao tratamento de solubilização (0P); 1 passe (1P); 2 passes (2P) e; 3 passes (3P). Após o terceiro passe a deformação equivalente (ϵ) foi de 1,90. Com a adição do forjamento rotativo, ϵ atingiu cerca de 2,33 para o 3P-35%.

2.2. Tratamentos térmicos e conformação mecânica

As amostras foram solubilizadas a 1050 °C por 1 hora. Em seguida, as amostras foram submetidas ao processo de ECAP via rota BC (a amostra é rotacionada por 90° sempre no mesmo sentido a cada passe) por três passes. O processamento foi realizado a 300 °C, tendo como finalidade a redução do tamanho de grão e aumento da dureza do material, porém sem acarretar a transformação martensítica.

Após o DPS via ECAP as amostras foram submetidas ao forjamento rotativo objetivando 35% de redução do diâmetro, com intuito de proporcionar principalmente a transformação martensítica. Para isso, foi utilizado um equipamento FENN NEWINGTON CONN na configuração de 4 matrizes. Posteriormente, o material foi tratado termicamente na temperatura de 750 °C por 15 min utilizando um forno tipo Mufla Microprocessado do fabricante Quimis com a finalidade de obter reversão completa da martensita.

2.3. Caracterização microestrutural

Como caracterização foi realizado análise de difração de raios X (DRX), utilizando um difratômetro da marca PANalytical modelo X'PERT PRO MRD com radiação de Co K α (1,789 Å). Para quantificação da fase martensítica foi utilizado um ferritoscópio FISCHER - FMP30. A densidade de discordâncias foi calculada pelo software Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP), que é disponível de forma gratuita no site <http://www.renyi.hu/cmwp>. As microestruturas foram observadas utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca FEI, modelo Quanta FEG e para a análise de EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*) foi utilizado um detector da marca Bruker. Para o tratamento dos resultados foi utilizado o programa ESPRIT CrystAlign.

Para a preparação metalográfica, tanto para os ensaios de difração quanto para obtenção de micrografias de EBSD, os materiais foram lixados até 2000 mesh, polidos mecanicamente com suspensão de alumina de 1 μ m e 0,3 μ m e por fim polidos eletroliticamente com uma solução de ácido perclórico 80% em álcool. Posteriormente, as amostras foram submetidas ao ataque eletrolítico com a solução de ácido oxálico 90% em álcool.

3. RESULTADOS

Através das análises de MEV, notou-se que a microestrutura da amostra CR (Figura 1A) é muito semelhante à amostra 0P (Figura 1B), pois ambas são constituídas por grãos equiaxiais de austenita, com algumas maclas de recozimento, porém sem sinal do aparecimento de martensita. A diferença significativa observada entre elas é o crescimento do grão da amostra 0P, justificado pelo tratamento térmico que a amostra foi submetida. No primeiro passe ocorreu o aparecimento de maclas de deformação, o alongamento dos grãos na direção vertical da seção transversal e muitas bandas de deslizamentos. As maclas iniciam nos contornos e terminam no interior dos grãos, podendo chegar até o limite dos outros grãos. Com o incremento do segundo passe, torna-se difícil delimitar os grãos [20]. Isso ocorre em virtude da presença de subgrãos e maclas de deformação no seu interior [21]. Já no terceiro passe ficou mais evidente a intensificação das bandas de deformação, assim como o refinamento da microestrutura do material.

Os resultados da DRX são apresentados na Figura 2, nota-se que tanto para CR e 0P quanto para as amostras processadas (1P, 2P e 3P), apenas picos característicos da fase austenítica (CFC) estão presentes. Isso indica que o corte e usinagem das amostras, o tratamento térmico e o processamento por ECAP a 300 °C não promoveram a transformação martensítica [22-24]. Contudo, com o incremento da deformação observa-se um pequeno alargamento e uma variação nas intensidades dos picos.

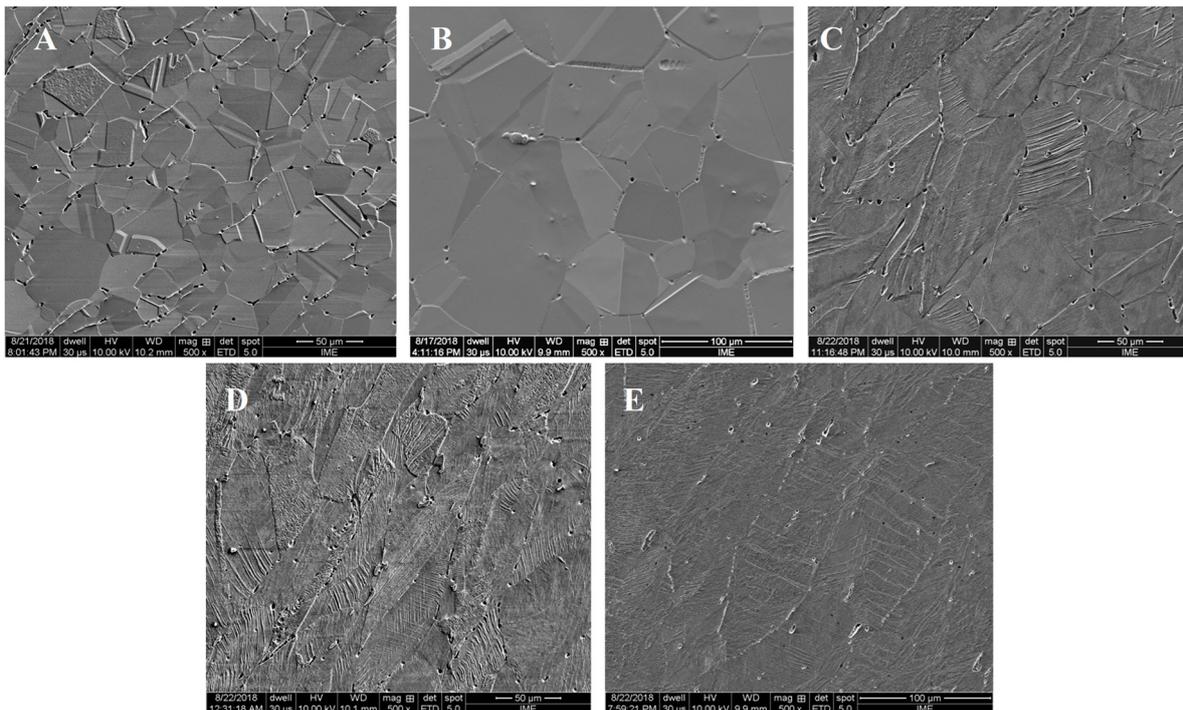


Figura 1: MEV (detector secundário) das amostras: A) CR, B) 0P, C) 1P, D) 2P e E) 3P.

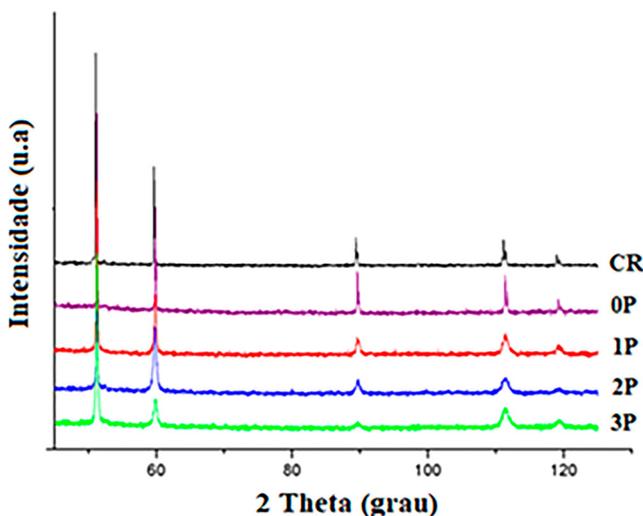


Figura 2: Perfis de DRX das amostras: CR, 0P, 1P, 2P e 3P.

Nas análises de EBSD assumiu-se como grão regiões com contornos com desorientação maior que 15°. Os tamanhos de grãos médios encontrados foram os seguintes: 23,6 µm (CR); 91,7 µm (0P); 29,9 µm (1P); 11,6 µm (2P) e; 2,55 µm (3P). Ao analisar a Figuras 3 é possível observar áreas que não foram indexadas, na cor preta, isso ocorre porque em microestruturas complexas, com alto grau de deformação, com elevada densidade de defeitos e microestrutura refinada, a captação inadequada de padrões pode proporcionar erros e diminuir a capacidade de indexação [25].

Os mapas de distribuição de grãos das amostras CR (Figura 3A) e 0P (Figura 3B) evidenciam uma microestrutura monofásica de grãos austeníticos bem definidos, somente distintas pelo tamanho do grão. Ao analisar as amostras 1P (Figura 3C), 2P (Figura 3D) e 3P (Figura 3E) ficou evidenciado que o aumento da deformação imposta no material provocou um significativo refinamento dos grãos. Nota-se na Figura 3C que os grãos assumem aspectos elípticos e se alongam na direção de cisalhamento. A partir do segundo passe (Figura 3D) observa-se uma acentuada fragmentação dos grãos e o início da formação de subestruturas e das bandas de deformação. Em um estudo realizado em 2006 [10], os autores afirmaram que as subestruturas são formadas devido à elevada densidade de discordâncias que é introduzida no interior dos grãos. Quando ocorre

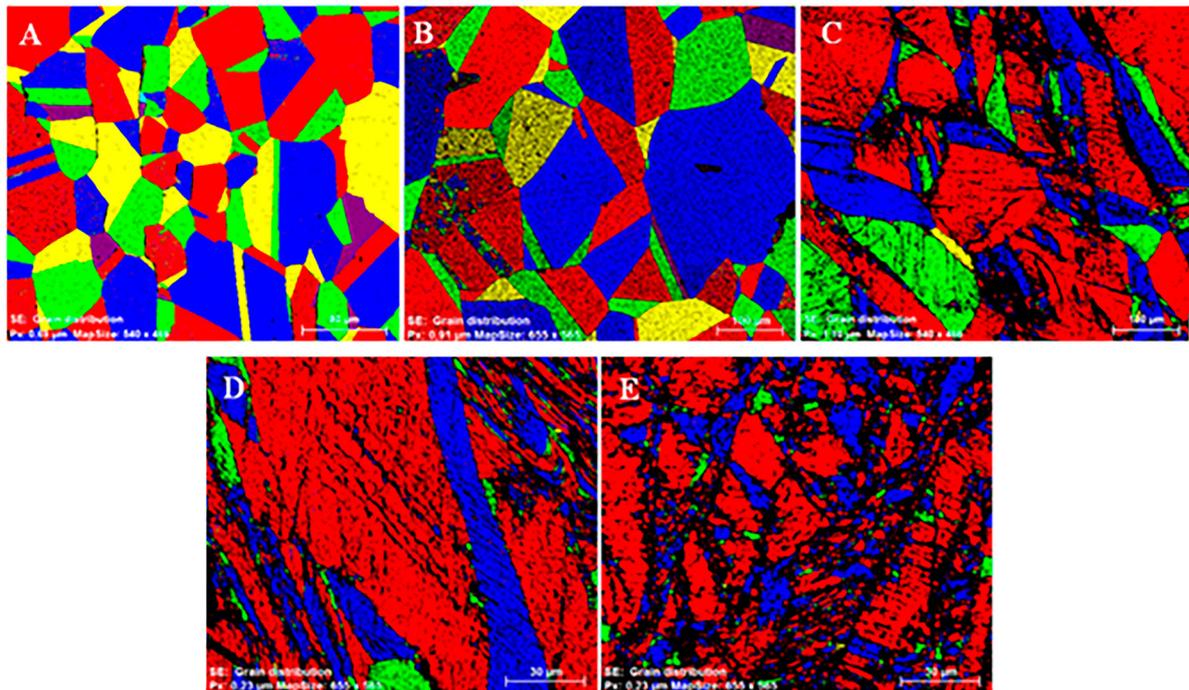


Figura 3: Mapas de distribuição de grãos obtidos por EBSD das amostras: A) CR, B) 0P, C) 1P, D) 2P e E) 3P.

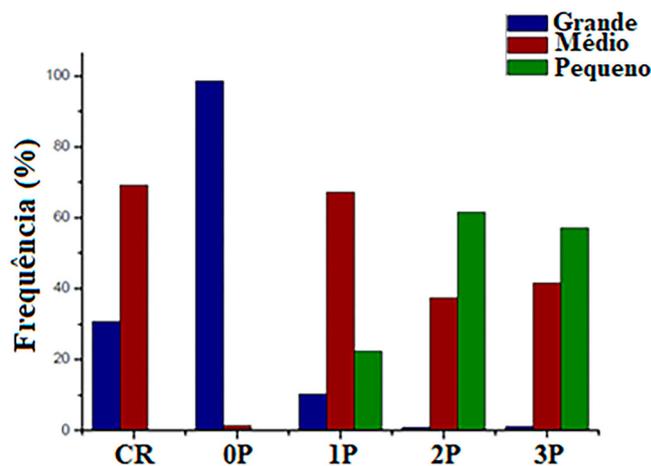


Figura 4: Gráfico de distribuição dos tamanhos de grão das amostras processadas via ECAP.

um incremento da deformação e por consequência da densidade de discordâncias, as células de discordâncias que originalmente possuem contornos de baixo ângulo transformam-se em contornos de alto ângulo [26]. Elevadas tensões de natureza cisalhantes são impostas no material pelo processo de deformação plástica severa, com isso promove a formação de bandas de deformação.

Nota-se também a presença de grãos grossos lamelares (GGL) na microestrutura processada e eles ficam comprimidos entre os grãos finos compostos por subgrãos alongados e as bandas de deformação. A literatura relata que a microestrutura refinada é provocada pelo cisalhamento dos GGL [27, 28]. Depois do terceiro passe (Figura 3E), ocorre à intensificação da formação dessas subestruturas, assim como das bandas de deformação, entretanto, observa-se ainda uma microestrutura bem heterogênea [29].

Na Figura 4, foi observado que a amostra CR apresentou uma microestrutura mista composta de grãos grandes ($TG > 10 \mu m$) e médios ($10 \mu m > TG > 1 \mu m$). Já para 0P a microestrutura foi formada por grãos grandes em sua maioria. Isso pode ser explicado em virtude do tratamento térmico de solubilização que amostra foi submetida. Para amostras 1P, 2P e 3P, houve uma tendência de redução do tamanho de grão. Observou-se na 1P o aparecimento de grãos considerados finos/pequenos ($TG < 1 \mu m$), mas com forte predominância dos grãos médios. Para o segundo e terceiro passe ocorre à inversão, ou seja, a maioria dos grãos foi composta de grãos finos e vale ressaltar ainda, uma redução significativa no percentual de grãos grandes.

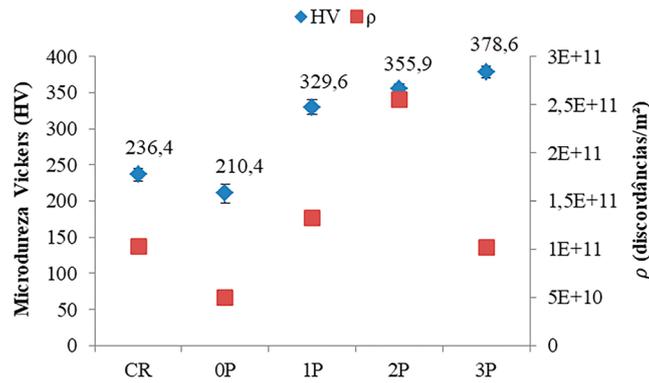


Figura 5: Correlação entre a microdureza Vickers por densidade de discordâncias.

A presença de granulometria de três tamanhos nas amostras evidenciou a heterogeneidade da microestrutura. Entretanto, segundo a literatura, somente a partir do sexto ou oitavo passe pode ser possível alcançar uma microestrutura homogênea [30, 31].

Pode se observar na Figura 5 um gráfico que correlaciona a dureza do material com o aumento de densidade de discordâncias proporcionado pelo ECAP. Observou-se um acréscimo de 1P (57%), 2P (69%) e 3P (80%), quando comparadas com a amostra 0P. Isso pode ser justificado pelo aumento na densidade de discordâncias e principalmente pelo refinamento de grãos obtido pelo processamento.

Notou-se que a densidade de discordâncias tende a acompanhar as variações da dureza. Entretanto, para a amostra 3P ocorreu um decréscimo, que pode ser justificado pela rota de processamento adotada, B_c , uma vez que ela tende a restaurar os deslizamentos ocorridos em passes anteriores. Assim como em elevados graus de deformação inicia-se uma competição entre a geração e aniquilação de discordâncias devido ao processo de recuperação dinâmica [31, 32]. Enquanto, que o aumento da dureza se justifica em virtude do grande refino do grão.

O forjamento rotativo a temperatura ambiente promoveu a transformação da austenita (γ) em martensita (α'), conforme mostrado na Figura 6. Verificou-se que para amostra 0P-35% (Figura 6A) é possível ver a delimitação dos grãos e que eles se alongaram na direção da deformação. Nota-se que no interior dos grãos austeníticos deformados houve surgimento de agulhas finas de martensita paralelas. Observa-se ainda a presença de bandas de deformação na forma de linhas onduladas na microestrutura. Na Figura 6B, as agulhas se tornam menos evidente, o que pode ser justificado pelo refinamento microestrutural provocado previamente pelo ECAP. Isso ocorre muito em virtude da formação da martensita no interior dos subgrãos. Verificou-se que a microestrutura se tornou mais homogênea e com granulometria refinada para as amostras 2P-35% (Figura 6C) e 3P-35% (Figura 6D), porém não foi possível fazer distinção dos limites dos grãos.

Entende-se que a deformação macro do material ocorre por dois mecanismos: encruamento clássico do material CFC e a transformação martensítica, o que proporcionou a formação de uma microestrutura mista, constituída de austenita encruada e martensita fruto do efeito TRIP (*Transformation-Induced Plasticity* – Plasticidade Induzida por Transformação).

Através dos difratogramas (Figura 7) nota-se a presença de picos de martensita α' . Verificou-se que a deformação proporcionou o consumo de alguns picos austeníticos (γ). Notou-se ainda um maior alargamento e um decréscimo na intensidade dos picos, o que pode ser atribuído ao alto grau de deformação imposta no material e consequente no aumento da densidade de discordâncias.

A Tabela 2 apresenta a fração volumétrica das fases presentes após o forjamento rotativo que foi medido pela técnica de ferritoscopia. Ao comparar a amostra 0P-35%, que não foi processada por ECAP, com as outras processadas (1P-35%, 2P-35% e 3P-35%), notou-se que o fato de ter efetuado o processo de deformação plástica severa via ECAP anteriormente, não teve influência na fração de martensita transformada, uma vez que os valores encontrados da fase martensítica estão similares e intervalo de confiança. Evidenciou-se que a fração de martensita é dependente do percentual de deformação.

Salienta-se que o aço inoxidável AISI 201LN possui energia de falha de empilhamento (EFE) em torno de 6 a 10 mJ/m^2 . Para materiais com baixa EFE o principal mecanismo de deformação é a transformação martensítica. Entretanto, o material foi processado a 300 °C, condição que facilita o deslizamento cruzado e, portanto, a recuperação dinâmica [33, 34]. Os mecanismos de deformação atuantes foram a transformação martensítica e o cisalhamento. Entende-se que a transformação ocorreu entre a temperatura de escoamento da

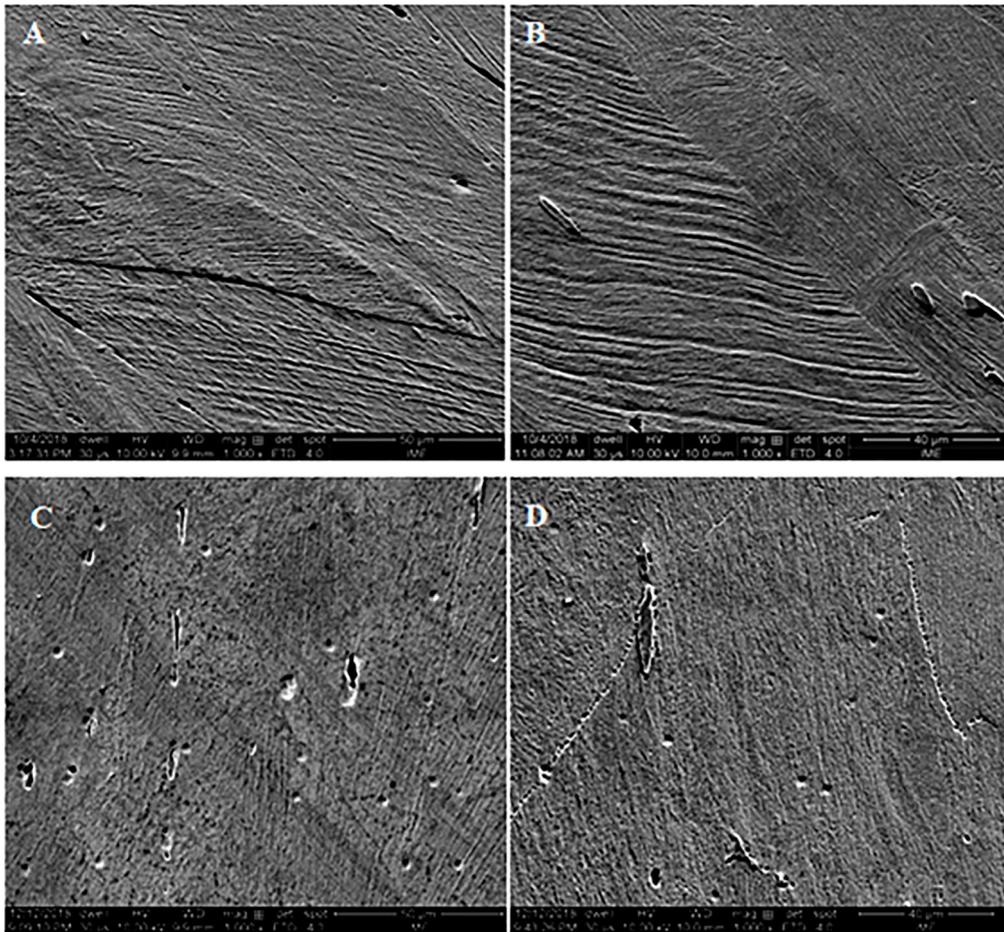


Figura 6: MEV (detector secundário) das amostras: A) 0P-35%, B) 1P-35%, C) 2P-35% e D) 3P-35%.

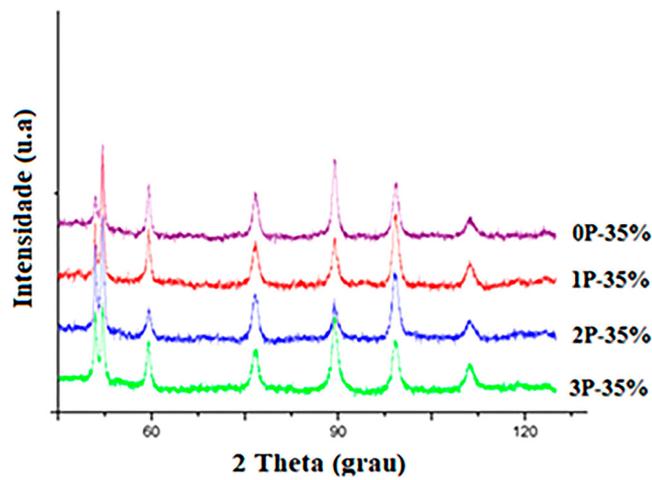


Figura 7: Perfis de difração das amostras 0P-35%, 1P-35%, 2P-35% e 3P-35%.

Tabela 2: Resultados de ferritoscopia das amostras com 35% de deformação.

AMOSTRA	MARTENSITA α' (V%)	AUSTENITA γ (V%)	INTERVALO DE CONFIANÇA DE 95%
0P-35%	28,19	71,81	0,90
1P-35%	30,66	69,54	1,04
2P-35%	27,80	72,20	0,29
3P-35%	31,37	68,63	1,23

austenita e a temperatura abaixo da qual ocorre transformação martensítica induzida por deformação. Para que ocorra a formação de martensita, se faz necessário a pré-deformação por encruamento de regiões austenítica e as regiões adjacentes deformadas, onde são geradas as bandas de deformação que ainda não se deformaram que se transformarão posteriormente em martensita.

Quando analisados os resultados de dureza (Tabela 3), percebeu-se que a amostras 0P-35% apresentou o menor valor de dureza, como era esperado. Entretanto, os resultados das amostras 1P-35%, 2P-35% e 3P-35% não evidenciaram diferenças significativas nos valores de microdureza, ou seja, os resultados dessas amostras estão dentro do intervalo de confiança. Pode-se afirmar que a variação da dureza está correlacionada a fração de martensita formada, uma vez que conforme visto na Tabela 3 os resultados de fração volumétrica para as 4 amostras também estão dentro do intervalo de confiança.

Após o tratamento térmico de reversão (750 °C por 15 minutos) constatou-se a total reversão da martensita e o evidente refino microestrutural dos grãos. Na Figura 8A percebe-se áreas de austenita não transformada (setas vermelhas) e zonas com grãos de austenita revertida (setas amarelas). Já para as Figuras 8B, 8C e 8D,

Tabela 3: Microdurezas Vickers das amostras com e 35% de deformação via FR.

AMOSTRA	MICRODUREZA VICKERS (HV)	INTERVALO DE CONFIANÇA (IC)
0P-35%	516	7,74
1P-35%	549	6,44
2P-35%	566	6,54
3P-35%	561	8,66

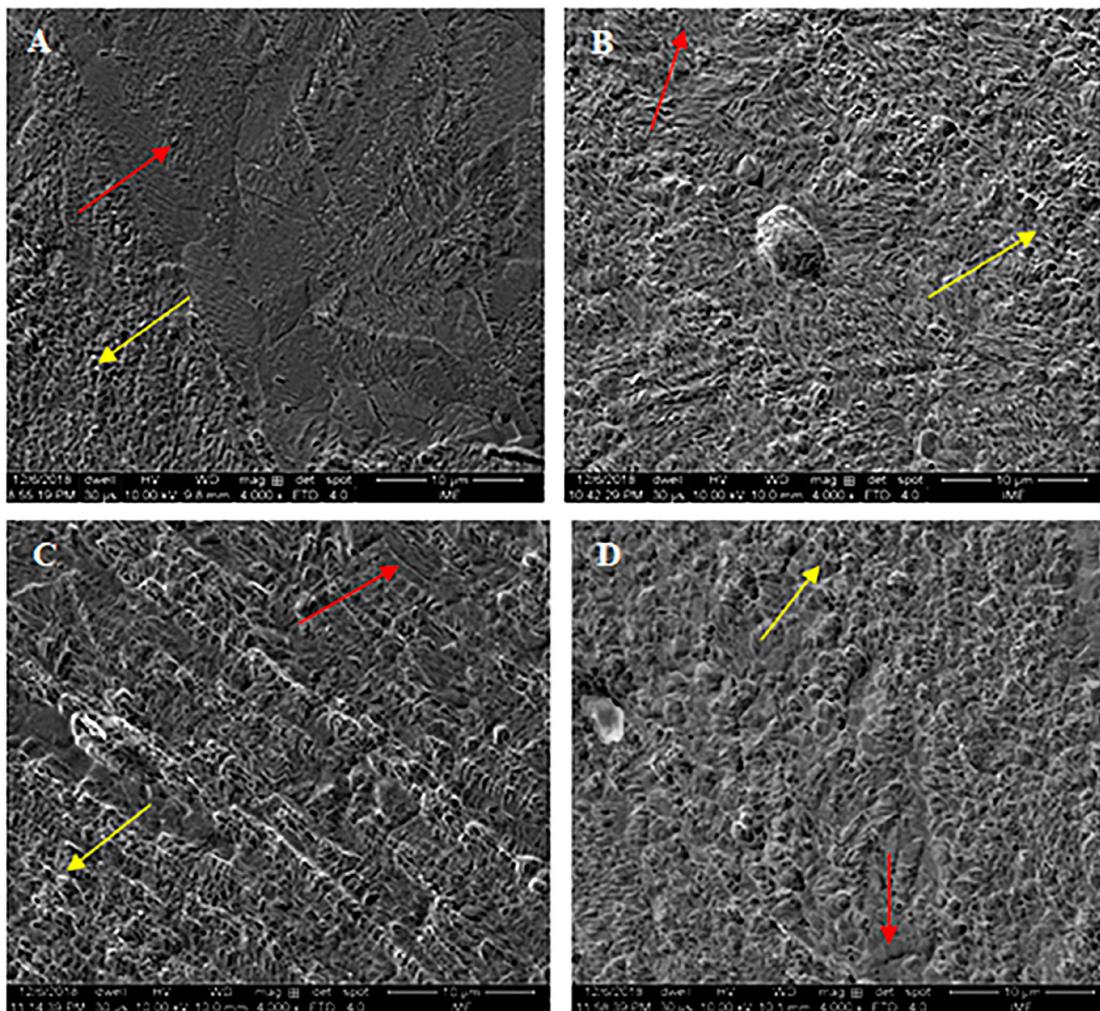


Figura 8: MEV (detector secundário) das amostras: A) 0P-FR-R, B) 1P-FR-R, C) 2P-FR-R e D) 3P-FR-R.

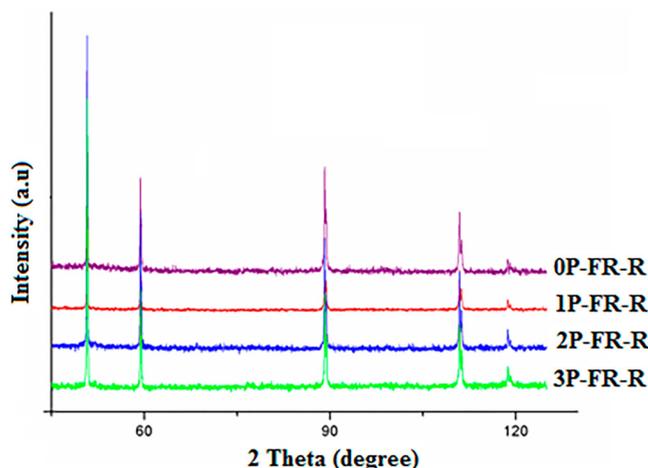


Figura 9: Perfis de difração das amostras 0P-FR-R, 1P-FR-R, 2P-FR-R e 3P-FR-R.

Tabela 4: Resultados de ferritoscopia das amostras submetidas ao tratamento reversão.

AMOSTRA	α' (V%)	γ (V%)	INTERVALO DE CONFIANÇA DE 95%
0P-FR-R	1,72	98,28	0,34
1P-FR-R	1,05	98,95	0,28
2P-FR-R	0,73	99,27	0,06
3P-FR-R	0,87	99,13	0,10

ocorre a diminuição das regiões com austenita não transformada, entretanto a áreas com grãos revertidos ficam mais presentes.

O ECAP a morno promoveu um processo de recuperação da microestrutura do material, isso propiciou a formação de uma estrutura de subgrãos que colaborou para redução do tamanho de grão do material. Uma componente mecânica foi inserida a partir do forjamento rotativo, consequentemente novas estruturas de grãos foram formadas. Isso possibilitou o encruamento, a formação e o desenvolvimento de uma nova fase, martensita α' . Entretanto, o tratamento térmico de reversão adicionou ao sistema uma componente térmica, isso proporcionou a reversão completa da martensita α' em austenita, a recuperação e recristalização parcial da austenita encruada.

Por meio dos resultados de DRX (Figura 9) e de novas medidas de ferritoscopia (Tabela 4) constatou-se a reversão completa, uma vez que não foi observado nenhum pico de martensita α' nos difratogramas. Notou-se o estreitamento dos picos e o aumento da intensidade relativa, condizentes para um material recozidos. Foram encontrados pequenos valores de martensita conforme registrado Tabela 4, porém, levando em consideração a geometria cilíndrica das amostras e a espessura final das amostras, concluiu-se que esses valores são irrelevantes e não evidenciam a presença de martensita na microestrutura do material.

Por meio dos mapas de distribuição de grãos das amostras 0P-FR-R (Figura 10A), 1P-FR-R (Figura 10B), 2P-FR-R (Figura 10C) e 3P-FR-R (Figura 10D), foi possível retratar com clareza o refinamento microestrutural conseguido pelo processamento adotado. Notou-se que o recozimento proporcionou a recristalização parcial dos grãos, a formação de maclas e, em algumas regiões, foram observadas também a austenita não transformada em martensita durante do forjamento rotativo.

Percebe-se também a presença de grãos grossos lamelares (GGL). Segundo a literatura, durante o processo de deformação os grãos grandes equiaxiais alongam-se na direção do fluxo [35]. Enquanto nos estágios iniciais ocorre a formação de subgrãos e micromaclas, logo com o incremento da deformação há o desenvolvimento de bandas de cisalhamento que provocam a separação da matriz por grandes contornos através dos GGL [35]. Portanto, o cisalhamento dos grãos grandes lamelares ajuda a proporcionar o refinamento dos grãos. Os tamanhos de grãos estão apresentados na Tabela 5.

O gráfico de frequência dos tamanhos de grãos das amostras obtidos pela análise de EBSD é mostrado na Figura 11. Notou-se que após o tratamento térmico de reversão não ficou evidenciado a presença de grãos

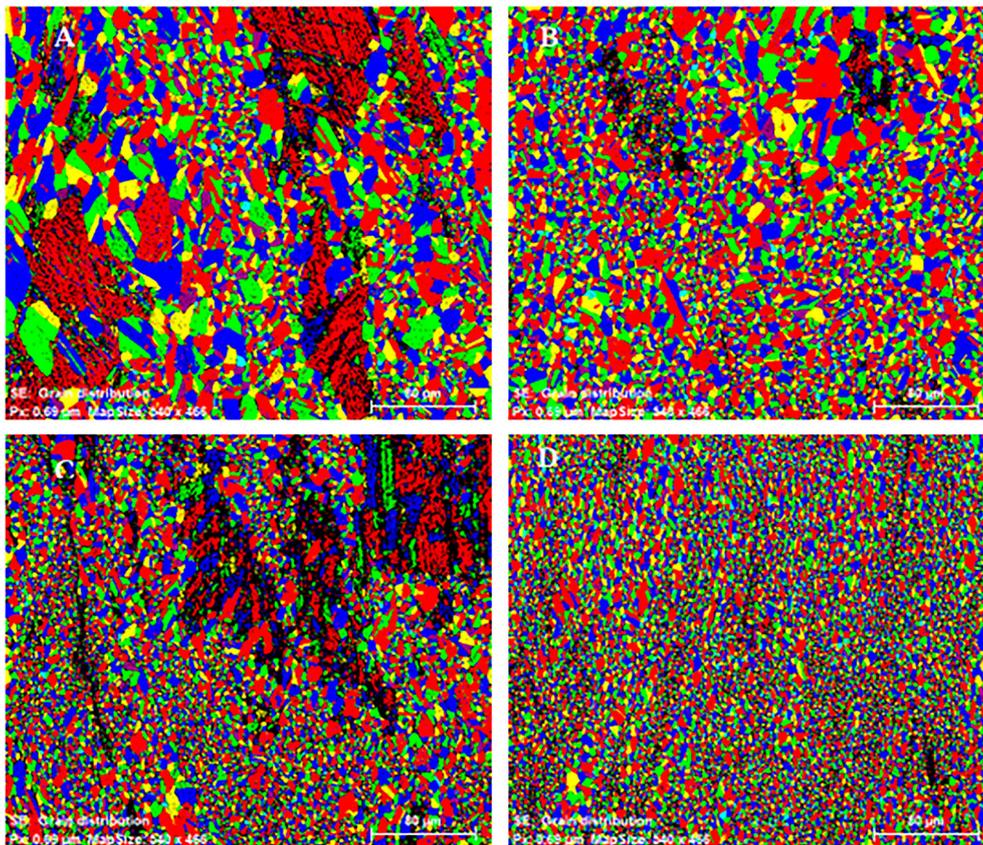


Figura 10: Mapas de grãos obtidos por análises de EBSD para as amostras a) 0P-FR-R, b) 1P-FR-R, c) 3P-FR-R e d) 3P-FR-R.

Tabela 5: Valores de limite de escoamento, tensão máxima, deformação total, microdureza Vickers e tamanho de grão.

AMOSTRAS	$\delta_{0,2\%}$ (MPa)	δ (MPa)	ϵ_T (%)	HV	TG (μm)
CR	470	905	74	236 ± 8,7	23,6
0P	329	846	78	210 ± 13,0	91,7
0P-FR-R	556	969	59	268 ± 9,8	19,7
1P-FR-R	603	971	58	277 ± 10,8	11,5
2P-FR-R	641	978	58	301 ± 10,2	9,3
3P-FR-R	731	1001	52	305 ± 4,9	5,8

$\delta_{0,2\%}$ – Limite de Escoamento; δ – Limite de resistência a tração; ϵ_T – Deformação total; HV – Microdureza Vickers; D – Diâmetro médio dos grãos; TG – Tamanho de Grão.

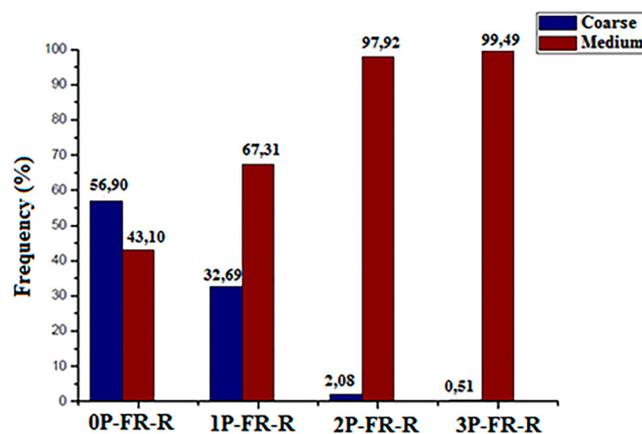


Figura 11: Gráfico de distribuição dos tamanhos de grão das amostras submetidas ao tratamento térmico de reversão.

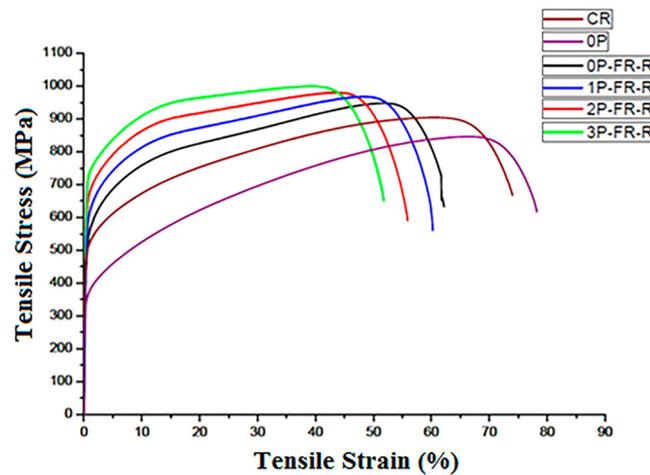


Figura 12: Curvas comparativas de tração x deformação.

finos em nenhuma das amostras, como definido anteriormente. A redução do tamanho de grão ocorreu de forma gradativa, ou seja, na amostra 0P-FR-R foram encontrados em sua maioria a presença de grãos grandes, já para a 1P-FR-R a maior fração dos grãos foi composta por grãos médios. Para amostra 2P-FR-R e 3P-FR-R a tendência de redução dos grãos foi mantida e quase na totalidade a microestrutura é formada por grãos médios.

Os ensaios tração do material recozido evidenciaram melhoras expressivas nas propriedades mecânicas. Observa-se na Tabela 5, que ocorreu um aumento significativo no limite de escoamento assim como no limite de resistência a tração. As curvas obtidas no ensaio de tração podem ser observadas na Figura 12.

Notou-se que o limite de escoamento e o limite de resistência a tração aumentaram com o número de passes. Entretanto, conforme observado na Tabela 5 e na Figura 12 ocorreu um decréscimo de 78% para 52% da ductilidade. Atribuem-se esses resultados a homogeneização e redução do tamanho de grão, além de obter uma microestrutura austenítica recuperada e por consequência mais resistente e dura. A nova metodologia de processamento termomecânico (ECAP + Forjamento Rotativo + Reversão martensítica) adotada neste estudo proporcionou uma excelente combinação de resistência e ductilidade.

4. CONCLUSÃO

- Foi desenvolvida uma nova combinação de processamento termomecânico que se mostrou bastante eficiente, pois produziu uma microestrutura de grãos menores e homogêneos, além de apresentar propriedades mecânicas superiores, quando comparado ao material recebido e/ou solubilizado.
- O processo de deformação plástica severa via ECAP evidenciou um acréscimo na dureza de 57% para 1P, de 69% para 2P e de 80% para 3P, quando comparadas com a amostra 0P. Além disso, o processamento proporcionou o refinamento microestrutural com grãos pequenos/finos (grãos < 1 μ m).
- O forjamento rotativo proporcionou a transformação martensítica e consequentemente o aumento da dureza. Novamente quando comparado com o material solubilizado o aumento de dureza alcançou 0P-35% (145,1%), 1P-35% (161,0%), 2P-35% (168,8%) e 3P-35% (166,6%).
- A temperatura e o tempo escolhidos para o tratamento térmico de reversão foram determinantes, uma vez que proporcionou reversão completa da martensita gerada no forjamento rotativo. Isso promoveu um aumento significativo no limite de escoamento, assim como no limite de resistência a tração. Apesar do decréscimo, o valor final da dureza é superior ao material inicial.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem às agências brasileiras CNPq, CAPES e FAPERJ pelo apoio financeiro e ao Instituto Militar da Engenharia pela assistência e apoio ao longo desta pesquisa. Os autores também reconhecem a Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) pelo apoio no processo de ECAP e a Universidade de São Paulo (USP) pela assistência no forjamento rotativo.

6. BIBLIOGRAFIA

- [1] PADILHA, A.F., PLAUT, R.L., RIOS, P.R., “Annealing of cold-worked austenitic stainless steels”, *ISIJ International*, v. 43, n. 2, pp. 135–143, 2003. doi: <http://doi.org/10.2355/isijinternational.43.135>.
- [2] SOUZA FILHO, I.R., ZILNYK, K.D., SANDIM, M.J.R., *et al.*, “Strain partitioning and texture evolution during cold rolling of AISI 201 austenitic stainless steel”, *Materials Science and Engineering A*, v. 702, pp. 161–172, 2017. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.010>.
- [3] HILKHUIJSEN, P., GEIJSELAERS, H.J.M., BOR, T.C., “The influence of austenite texture on the martensitic transformation of an austenitic stainless steel”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 577, pp. S609–S613, 2013. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.02.147>.
- [4] LO, K.H., SHEK, C.H., LAI, J.K.L., “Recent developments in stainless steels”, *Materials Science and Engineering R Reports*, v. 65, n. 4–6, pp. 39–104, 2009. doi: <http://doi.org/10.1016/j.mser.2009.03.001>.
- [5] GAVRILJUK, V.G., “Nitrogen in iron and steel”, *ISIJ International*, v. 36, n. 7, pp. 738–745, 1996. doi: <http://doi.org/10.2355/isijinternational.36.738>.
- [6] CUI, H.B., XIE, G.M., LUO, Z.A., *et al.*, “Microstructural evolution and mechanical properties of the stir zone in friction stir processed AISI201 stainless steel”, *Materials & Design*, v. 106, pp. 463–475, 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.106>.
- [7] HAMADA, A.S., KARJALAINEN, L.P., MISRA, R.D.K., *et al.*, “Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two Cr-Mn grade austenitic stainless steels”, *Materials Science and Engineering A*, v. 559, pp. 336–344, 2013. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.108>.
- [8] OSHIMA, T., HABARA, Y., KURODA, K., “Efforts to save nickel in austenitic stainless steels”, *ISIJ International*, v. 47, n. 3, pp. 359–364, 2007. doi: <http://doi.org/10.2355/isijinternational.47.359>.
- [9] VALIEV, R., “Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties”, *Nature Materials*, v. 3, n. 8, pp. 511–516, 2004. doi: <http://doi.org/10.1038/nmat1180>. PubMed PMID: 15286754.
- [10] VALIEV, R.Z., LANGDON, T.G., “Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement”, *Progress in Materials Science*, v. 51, pp. 881–981, 2006. doi: <http://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003>.
- [11] BAGHERPOUR, E., REIHANIAN, M., PARDIS, N., *et al.*, “Ten years of severe plastic deformation (SPD) in Iran, part I: equal channel angular pressing (ECAP)”, *Iranian Journal of Materials Forming*, v. 5, pp. 71–113, 2018.
- [12] KAPOOR, K., “Severe plastic deformation of materials”, In: Tyagi, A.K., Banerjee, S. (eds), *Materials under extreme conditions*, Amsterdam, Elsevier, pp. 717–754, 2017. doi: <http://doi.org/10.1016/B978-0-12-801300-7.00020-6>.
- [13] LIM, S.J., CHOI, H.J., LEE, C.H., “Forming characteristics of tubular product through the rotary swaging process”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 209, n. 1, pp. 283–288, 2009. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.08.086>.
- [14] KUHUFUSS, B., MOUMI, E., PIWEK, V., “Micro rotary swaging: process limitations and attempts to their extension”, *Microsystem Technologies*, v. 14, n. 12, pp. 1995–2000, 2008. doi: <http://doi.org/10.1007/s00542-008-0633-0>.
- [15] CHEN, S., JIN, X., RONG, L., “Improving the strength and ductility of reduced activation ferritic/martensitic steel by cold-swaging and post-annealing”, *Materials Science and Engineering A*, v. 631, pp. 139–143, 2015. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.044>.
- [16] SORDI, V.L., FERRANTE, M., KAWASAKI, M., *et al.*, “Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular 159 pressing and by rolling”, *Journal of Materials Science*, v. 47, n. 22, pp. 7870–7876, 2012. doi: <http://doi.org/10.1007/s10853-012-6593-x>.
- [17] AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., *et al.*, “Severe plastic deformation (SPD) processes for metals”, *CIRP Annals*, v. 57, n. 2, pp. 716–735, 2008. doi: <http://doi.org/10.1016/j.cirp.2008.09.005>.
- [18] JOZEF, Z., SERGEY, D.V., RAAB, G., *et al.*, “Ultrafine grained structure development in steel with different initial structure by severe plastic deformation”, *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 15, n. 2, pp. 240–246, 2010. doi: <http://doi.org/10.1590/S1517-70762010000200022>.
- [19] SOUZA, C.O., DA SILVA, C.S., ALVES, J.M., *et al.*, “Estudo comparativo para distintas condições de laminação a frio e recozimento para reversão de um aço inoxidável austenítico 201LN”, In: *73º Congresso Anual da ABM*, 1034–1045, São Paulo, Brasil, 2018.

- [20] QU, S., HUANG, C.X., GAO, Y.L., *et al.*, “Tensile and compressive properties of AISI 304L stainless steel subjected to equal channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering A*, v. 475, n. 1–2, pp. 207–216, 2008. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2007.04.111>.
- [21] HUANG, C.X., YANG, G., WANG, C., *et al.*, “Mechanical behaviors of ultrafine-grained 301 austenitic stainless steel produced by equal-channel angular pressing”, *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 42, n. 7, pp. 2061–2071, 2010. doi: <http://doi.org/10.1007/s11661-010-0575-x>.
- [22] REZAEI, A., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., *et al.*, “The influence of reversion annealing behavior on the formation of nanograined structure in AISI 201L austenitic stainless steel through martensite treatment”, *Materials & Design*, v. 32, n. 8–9, pp. 4437–4442, 2011. doi: <http://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.03.065>.
- [23] BAGHBADORANI, H.S., KERMANPUR, A., NAJAFIZADEH, A., *et al.*, “An investigation on microstructure and mechanical properties of a Nb-microalloyed nano/ultrafine grained 201 austenitic stainless steel”, *Materials Science and Engineering A*, v. 636, pp. 593–599, 2015. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.001>.
- [24] MOALLEMI, M., KERMANPUR, A., NAJAFIZADEH, A., *et al.*, “Deformation-induced martensitic transformation in a 201 austenitic steel: the synergy of stacking fault energy and chemical driving force”, *Materials Science and Engineering A*, v. 653, pp. 147–152, 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.006>.
- [25] VERBEKEN, K., VAN CAENEGEM, N., RAABE, D., “Identification of ϵ martensite in a Fe-based shape memory alloy by means of EBSD”, *Micron (Oxford, England)*, v. 40, n. 1, pp. 151–156, 2009. doi: <http://doi.org/10.1016/j.micron.2007.12.012>. PubMed PMID: 18280172.
- [26] SOUSA, T.G.D., PIRES, W.M., CRUZ, R.B.D., *et al.*, “Influence of microstructure on the hardness and electrical conductivity of CuCrZr alloy submitted to ECAP followed by aging and rotary swaging”, *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 29, n. 2, pp. e20230370, 2024. doi: <http://doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2023-0370>.
- [27] LI, J., CAO, Y., GAO, B., *et al.*, “Superior strength and ductility of 316L stainless steel with heterogeneous lamella structure”, *Journal of Materials Science*, v. 53, n. 14, pp. 10442–10456, 2018. doi: <http://doi.org/10.1007/s10853-018-2322-4>.
- [28] AN, X.H., LIN, Q.Y., SHA, G., *et al.*, “Microstructural evolution and phase transformation in twinning-induced plasticity steel induced by high-pressure torsion”, *Acta Materialia*, v. 109, pp. 300–313, 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.045>.
- [29] HAASE, C., KREMER, O., HU, W., *et al.*, “Equal-channel angular pressing and annealing of a twinning-induced plasticity steel: Microstructure, texture, and mechanical properties”, *Acta Materialia*, v. 107, pp. 239–253, 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.01.056>.
- [30] DE VINCENTIS, N.S., KLIAUGA, A., FERRANTE, M., *et al.*, “Evaluation of microstructure anisotropy on room and medium temperature ECAP deformed F138 steel.”, *Materials Characterization*, v. 107, pp. 98–111, 2015. doi: <http://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.06.035>.
- [31] SOUSA, T.G.D., SORDI, V.L., BRANDÃO, L.P., “Dislocation density and texture in copper deformed by cold rolling and ECAP.”, *Materials Research*, v. 21, n. 1, pp. e20170515, 2017. doi: <http://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2017-0515>.
- [32] EL-DANAF, E.A., “Texture evolution and fraction of favorably oriented fibers in commercially pure aluminum processed to 16 ECAP passes”, *Materials Science and Engineering A*, v. 492, n. 1–2, pp. 141–152, 2008. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.008>.
- [33] KLIAUGA, A.M., SORDI, V.L., DOBATKIN, S.V., “Microstructural evolution of a F138 austenitic stainless steel after deformation by ECAP and HPT”, *Materials Science Forum*, v. 775, pp. 482–486, 2014. doi: <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.775-776.482>.
- [34] SALOUT, S.A., SHIRAZI, H., NILI-AHMADABADI, M., “Fine grained 304 ASS processed by a severe plastic deformation and subsequent annealing, microstructure and mechanical properties evaluation”, *AIP Conference Proceedings*, v. 1920, pp. 020044, 2018. doi: <http://doi.org/10.1063/1.5018976>.
- [35] KUMAR, B.R., GHOSH, M., “Surface and mid-plane texture evolution in austenite phase of cold rolled austenitic stainless steels”, *Materials Science and Engineering A*, v. 457, n. 1–2, pp. 236–245, 2007. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2006.12.031>.