

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CENTRO TECNOLÓGICO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ARIANE NEVES DE MOURA

**INVESTIGAÇÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS CRISTALOGRÁFICAS E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS**

VITÓRIA  
2022

ARIANE NEVES DE MOURA

**INVESTIGAÇÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS CRISTALOGRÁFICAS E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica, na área de concentração Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando

VITÓRIA

2022

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

---

M929i Moura, Ariane Neves de, 1988-  
Investigação sobre as características cristalográficas e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos / Ariane Neves de Moura. - 2022.  
153 f. : il.

Orientador: Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.  
Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Aço inoxidável martensítico. 2. Recristalização. 3. Transformação martensítica. 4. EBSD. 5. Propriedades mecânicas.  
I. Orlando, Marcos Tadeu D'Azeredo. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. III. Título.

CDU: 621

---



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

**"INVESTIGAÇÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS  
CRISTALOGRÁFICAS E PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS  
INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS".**

**ARIANE NEVES DE MOURA**

Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando  
Orientador - PPGEM/UFES

Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo  
Examinador Interno – PPGEM/UFES

Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos  
Examinador Interno – PPGEM/UFES

Prof. Dr. Cristiano Stefano Mucsi  
Examinador Externo – PPTN/USP

Prof. Dr. Jesualdo Luiz Rossi  
Examinador Externo – PPTN/USP

Prof. Dr. Paulo Fernando Papaleo Fichtner  
Examinador Externo – PPGCIMAT/UFRGS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Vitória (ES), 30 de setembro de 2022



## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela saúde, força e oportunidade.

Ao Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando pela orientação.

Ao Programa de Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo pela oportunidade de realizar esta pesquisa. À FAPES pela bolsa de doutorado concedida no período deste trabalho (processo nº 42/2018, Diário Oficial 01.01.0001). À *Aperam South America* pelo material fornecido e pelos ensaios realizados.

Ao Dr. Tarcísio Reis de Oliveira pela motivação, confiança e oportunidade de realização deste projeto.

Ao Dr. Marco Antônio da Cunha pelas valiosas sugestões e discussões. Ao Dr. Wilian da Silva Labiapari pela oportunidade de realização desta pesquisa. Ao pesquisador Me. Claudio Moreira de Alcântara pelo empenho e apoio para a realização deste projeto.

À equipe de técnicos do Centro de Pesquisa da *Aperam South America* pelo apoio na realização dos ensaios. Em especial Luciana, Késsia, Hamlet, Paulo, Rodrigo, Michela, Ronildson, Anderson e Edna. Ao pesquisador Me. José Rogério pelo apoio na análise do Thermo-Calc®. À pesquisadora Dr. Daniella Rodrigues pelas discussões sobre recristalização. Ao Me. Murilo Carmelo Satolo Marques pelo apoio na realização da dilatométrica.

À minha família, que sempre me apoiou em todos esses anos. Ao Ramon, meu esposo, por estar ao meu lado sempre.

## RESUMO

Neste trabalho, investigou-se a microestrutura e a textura cristalográfica dos aços inoxidáveis martensíticos após laminação a frio e recozimento. Além disso, investigou-se também a microestrutura, os aspectos cristalográficos e as propriedades mecânicas após a têmpera. A deformação foi realizada com redução de 50% a partir da bobina laminada a quente dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,196%C e 0,335%C e EN 1.4116. Os parâmetros de recozimento adotados simulam o processo industrial. A partir das amostras após laminação a frio, recozimento com tempo de encharque de 30 s e 5 h do aço AISI 420 com 0,196%C, realizou-se a austenitização a 1050 °C seguida de têmpera. Amostras do aço AISI 420 com 0,335%C após laminação a frio foram austenitizadas a 950 °C, 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C, temperadas e revenidas a 250 °C por 2 h. A energia armazenada e o tamanho de grão final da microestrutura ferrítica foram influenciados principalmente pela fração dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$ . Os carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  promoveram a retenção da fibra  $\alpha$  no aço AISI 410. A redução do tamanho de grão inicial não afetou a textura após laminação a frio. Maior restrição foi imposta à deformação plástica pelos contornos de grão, enfraquecendo a componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  na textura de recristalização. A condição inicial da microestrutura ferrítica não promoveu mudanças na morfologia, na fração de contornos de pares de variantes, no tamanho do pacote, no tamanho dos grupos Bain e na largura do bloco. Portanto, o aço AISI 420 com 0,196%C apresentou o mesmo nível de resistência mecânica após diferentes rotas de processamento. O aumento da temperatura de austenitização causou o aumento da dissolução de carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$ , que, por sua vez, promoveu o aumento da fração de pares de variantes com alta diferença de orientação na microestrutura do aço AISI 420 com 0,335%C. A formação de blocos com menor largura e de grupos Bain mais irregulares refinou a microestrutura. O aumento do limite de escoamento, do limite de resistência mecânica e da dureza foram correlacionados ao refinamento da microestrutura martensítica e ao aumento do teor de carbono em solução sólida.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável martensítico, recristalização, transformação martensítica, EBSD, propriedades mecânicas.

## ABSTRACT

The present work investigates the microstructure and crystallographic texture of martensitic stainless steel after cold rolling and annealing. In addition, the microstructure, crystallographic characteristics and mechanical properties after quenching were investigated. The samples of AISI 410, AISI 420 with 0.196%C and 0.335%C and EN 1.4116 steels were cold rolled with 50% thickness reduction from the hot rolled band. The annealing parameters adopted simulate the industrial process. From the samples after cold rolling, annealing with soaking time of 30 s and 5 h of AISI 420 steel with 0.196%C, the austenitization was carried out at 1050 °C followed by quenching. Samples of AISI 420 steel with 0.335%C after cold rolling were austenitized at 950 °C, 1000 °C, 1050 °C and 1100 °C, quenched and tempered at 250 °C for 2 h. The stored energy and final grain size of ferritic microstructure was mainly influenced by the  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  carbide fraction. The  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  carbides promoted the retention of the  $\alpha$ -fiber for the AISI 410 steel. The initial grain size reduction did not affect the texture after cold rolling. Larger grain boundary constraints were imposed on the plastic deformation, weakening the  $\{110\}\langle 001\rangle$  Goss component in the recrystallized texture. The initial condition of ferritic microstructure did not promote changes in the morphology, the fraction of variant pair boundaries, the packet size, Bain group size and the block width. Thus, the AISI 420 steel with 0.196%C showed the same level of mechanical strength after different processing routes. The increase of austenitization temperature caused the increase of  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  carbide dissolution, which, in turn, promoted the increase in the fraction of high misorientated variant pairs in the microstructure of the AISI 420 steel with 0.335%C. The formation of blocks with smaller width and more irregular Bain groups refined the microstructure. The increase in the yield strength, ultimate tensile strength and hardness was correlated with the martensitic microstructure refinement and the increase of the carbon content in solid solution.

**Key-words:** martensitic stainless steel, recrystallization, martensitic transformation, EBSD, mechanical properties.

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

EBSD - *Electron backscatter diffraction*

CCC: Cúbica de corpo centrado

Fibra  $\gamma$ :  $\{111\}$  || ao plano da chapa

Fibra  $\alpha$ :  $\langle 011 \rangle$  || à direção de laminação

E: energia armazenada

DN: Direção normal

DL: Direção de laminação

DT: Direção transversal

PSN: *Particle stimulated nucleation*

CFC: Cúbica de face centrada

Mi: Início da transformação martensítica

K-S: Kurdjumov-Sachs

N-W: Nishiyama-Wasserman

G-T: Greninger-Troiano

MET: Microscopia eletrônica de transmissão

ARPGE - *Automated reconstruction of parents grains from EBSD*

CP: *Close-packed plane*

CP1:  $(111)_\gamma$  ||  $(011)_\alpha$

CP2:  $(1\bar{1}1)_\gamma$  ||  $(011)_\alpha$

CP3:  $(\bar{1}11)_\gamma$  ||  $(011)_\alpha$

CP4:  $(11\bar{1})_\gamma$  ||  $(011)_\alpha$

B1:  $[001]_\gamma$  //  $[001]_\alpha$

B2:  $[100]_\gamma$  //  $[110]_\alpha$

B3:  $[010]_\gamma$  //  $[\bar{1}10]_\alpha$

$d_b'$  = Largura aparente do bloco

$d_b$  = Largura do bloco

EDS: Espectroscopia de energia dispersiva

$M_F$ : Final da transformação martensítica

CI: Índice de confiança

KAM: *Kernel average misorientation.*

CSL: *Coincidence site lattice*

IPF: Figura de polo inversa

IQ: Índice de qualidade

$\sigma_e$ : Limite de escoamento

$\sigma_r$ : Limite de resistência

$e_u$ : Alongamento uniforme

$e_t$ : Alongamento total

$A_{c1}$ : Temperatura início da transformação da ferrita em austenita

$A_{c3}$ : Temperatura final da transformação da ferrita em austenita

## LISTA DE FIGURAS

Figura 4.1: Diagramas de equilíbrio Fe-C: (a) 12%Cr e (b) 17%Cr ( $C_1 = (Cr,Fe)_{23}C_6$ e $C_2 = (Cr,Fe)_7C_3$ ). Fonte: adaptado de [1].	26
Figura 4.2: (a) Bandas de deformação e (b) bandas de cisalhamento em metais policristalinos deformados por escorregamento. Fonte: adaptado de [3].	28
Figura 4.3: Nucleação de grãos com orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ em grãos com orientação $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ . Fonte: adaptado de [52].	31
Figura 4.4: (a) Representação esquemática do mecanismo proposto por Bain para a transformação martensítica $\gamma$ - $\alpha$ , (b) célula unitária tetragonal de corpo centrado e (c) CCC. Fonte: adaptado de [56].	34
Figura 4.5: Deformação invariante da rede cristalina: (a) escorregamento e (b) maclação. Fonte: adaptado de [56].	35
Figura 4.6: Acomodação plástica: (a) mapa de orientação e (b) mapa de diferença de orientação. Fonte: adaptado de [59].	36
Figura 4.7: Relação de orientação representada no espaço de Euler reduzido para o aço AISI 420 com 0,19%C. Fonte: adaptado de [65].	38
Figura 4.8: Hierarquia cristalográfica da martensita: (a) desenho esquemático e (b) mapa de orientação de um de um aço carbono com 0,2%C. Fonte: adaptado de [10].	40
Figura 4.9: Efeito do tamanho de grão austenítico prévio no (a) tamanho do pacote e (b) na largura do bloco em aços com Fe-0,2%C e Fe-0,2%C-2%Mn. Fonte: adaptado de [12].	42
Figura 4.10: Representação esquemática da morfologia das ripas de martensita em aços (a) baixo carbono (0-0,4%C) e (b) alto carbono (0,6%C). Fonte: adaptado de [9].	43
Figura 4.11: Efeito do teor de carbono (a) na fração de contornos dos pares de variantes e (b) na microestrutura da martensita. Fonte: adaptado de [14].	44
Figura 4.12: (a) Curvas força-deslocamento das amostras com contornos de bloco e sub-bloco. Mapas de orientação com a indicação da região de retirada da amostra	

para ensaio de microdobamento por meio da técnica de feixe de íons focalizados: (b) contorno de sub-bloco e (b) contorno de bloco. Fonte: adaptado de [75].	45
Figura 4.13: Relação Hall-Petch entre o limite de escoamento e (a) o tamanho do pacote e (b) a largura do bloco dos aços com 0,2%C-2%Mn e 0,2%C. Fonte: adaptado de [12].	47
Figura 4.14: Relação Hall-Petch entre o limite de escoamento e (a) tamanho do pacote e (b) largura do bloco de aços martensíticos com 0,25%C-1,83%(Cr+Mo+V) e 0,2%C-2%Mn. Fonte: adaptado de [91].	47
Figura 5.1: Subdivisão de um grão austenítico em (a) pacotes e (b) grupos Bain. (c) Figura de polo (001) com as variantes considerando a orientação da austenita $\{001\}\langle 100\rangle$ . Fonte: criada pela autora.	57
Figura 5.2: Representação da largura do bloco ( $d_b$ ), da largura aparente ( $d'_b$ ) e o do ângulo $\theta$ . $d_b$ – linha vermelha. $d'_b$ e normal ao plano de hábito – linha azul. Fonte: criada pela autora.	58
Figura 5.3: Largura aparente ( $d'_b$ ) do bloco: cinco linhas traçadas perpendicularmente ao plano de hábito. Fonte: criada pela autora.	59
Figura 6.1: AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após recozimento: (a) carboneto $(Cr,Fe)_{23}C_6$ (ataque Groesberck) e (b) difratogramas das partículas extraídas. AISI 420 com 0,335%C. Fonte: criada pela autora.	62
Figura 6.2: Microestruturas dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a quente e recozimento em caixa. Fonte: criada pela autora.	63
Figura 6.3: Microestruturas dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a frio. Fonte: criada pela autora.	64
Figura 6.4: Microestruturas dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após recozimento. Fonte: criada pela autora.	64
Figura 6.5: Mapa de orientação dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 na condição como recebido: (a) superfície e (b) centro. Fonte: criada pela autora.	67
Figura 6.6: Aço EN 1.1416 – Grãos finos e carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ alinhados na direção de laminação: (a) mapa de orientação e (b) mapa de IQ. Fonte: criada pela autora.	68

Figura 6.7: Macrotextura das amostras após laminação a quente e recozimento em caixa: (a) AISI 410, (b) AISI 420 e (c) EN 1.4116. Fonte: criada pela autora. ....	69
Figura 6.8: AISI 420 após laminação a frio – mapas de EDS: (a) carbono, (b) cromo e (c) ferro. (d) Mapa de fase após <i>Chi scan</i> . Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora. ....	70
Figura 6.9: EN 1.4116 após laminação a frio – mapas de EDS: (a) carbono, (b) cromo e (c) ferro. (d) Mapa de fase após <i>Chi scan</i> . Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora. ....	71
Figura 6.10: AISI 410 após laminação a frio: (a) mapa de orientação, (b) Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ em bandas de cisalhamento no interior do grão com orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ , (c) carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ no contorno de grãos da fibra $\alpha$ . (b) e (c) regiões indicadas em (a). Mapa de KAM – cinco vizinhos. Mapa com as componentes Goss e $\{111\}\langle 112\rangle$ – desvio máximo de $20^\circ$ . Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora. ....	72
Figura 6.11: (a) Mapas de orientação e (b) fases após laminação a frio dos aços AISI 420 e EN 1.4116. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora. ....	74
Figura 6.12: KAM: (a) distribuições e (b) mapas. Mapa de IQ do aço EN 1.4116 com KAM entre $4,9^\circ$ e $5,0^\circ$ em vermelho inserido em (a). Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. AISI 410 – dois vizinhos. AISI 420 e EN 1.4116 – três vizinhos. Fonte: criada pela autora. ....	75
Figura 6.13: Macrotexturas após laminação a frio: (a) AISI 410, (b) AISI 420 e (c) EN 1.4116. Fonte: criada pela autora. ....	76
Figura 6.14: Mapa de orientação dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após recozimento: (a) superfície, (b) centro. AISI 420 com 0,335%C. Fonte: criada pela autora. ....	78
Figura 6.15: Macrotexturas após recozimento: (a) AISI 410, (b) AISI 420 e (c) EN 1.4116. Fonte: criada pela autora. ....	79
Figura 6.16: AISI 420 com 0,196%C - Microestrutura e a distribuição de tamanho de grão das amostras LF, LF-R(30 s) e LF-R(5 h). Fonte: criada pela autora. ....	83



Figura 6.17: AISI 420 com 0,196%C – Amostra LF: (a) IPF-DN e (b) mapa com fator de Taylor. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora. ....	84
Figura 6.18: (a) Deformação no interior de um grão da fibra $\alpha$ e (b) bandas de deformação no interior de um grão Goss rodado $\{110\}\langle 110\rangle$ – IPF – DN e mapa com o fator de Taylor. Áreas 1 e 2 indicadas na Figura 6.17a. ....	86
Figura 6.19: AISI 420 com 0,196%C – Simulação termodinâmica usando Thermo-calc com base na composição química apresentada na Tabela 5.1. Fonte: criada pela autora. ....	87
Figura 6.20: AISI 420 com 0,196%C – Amostras após têmpera: (a) IPF-DN e (b) mapas de contorno de grão. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. As setas indicam carbonetos $(Fe,Cr)_{23}C_6$ . Fonte: criada pela autora. ....	89
Figura 6.21: AISI 420 com 0,196%C – Austenita reconstruída: IPF-DN. As regiões em preto são carbonetos $(Fe,Cr)_{23}C_6$ ou austenita não reconstruída. Fonte: criada pela autora. ....	92
Figura 6.22: AISI 420 com 0,196%C: (a) Fração de contornos de pares de variantes considerando V1 como referência e (b) figura de polo (001) com as 24 variantes para um grão austenítico (001)[100] e relação de orientação G-T. Desvio de 3°. Fonte: criada pela autora. ....	95
Figura 6.23: AISI 420 com 0,196%C – Mapas: (a) pacotes e (b) grupos Bain. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ da martensita. Fonte: criada pela autora. ....	96
Figura 6.24: AISI 420 com 0,196%C – Grão austenítico prévio indicado na Figura 6.20 e Figura 6.21: (a) IPF-DN da martensita, mapas das variantes, dos pacotes e grupos Bain sobrepostos ao mapa de IQ e (b) figuras de polo $\{100\}$ (experimental e calculada do bloco indicado por um retângulo amarelo na Figura 6.24a . Contornos de sub-blocos: $06.07^\circ \langle 0.51 \ 0.00 \ 0.86 \rangle$ - Contornos de bloco: $>7^\circ$ (Tabela 6.4). Fonte: criada pela autora. ....	99
Figura 6.25: AISI 420 com 0,196%C – Curvas tensão-deformação: (a) condição inicial e (b) após têmpera. Fonte: criada pela autora. ....	101

Figura 6.26: AISI 420 com 0,335%C – Dilatometria – Mudança relativa no comprimento das amostras: (a) curvas aquecimento até 1100 °C e (b) resfriamento para as temperaturas de austenitização investigadas. Fonte: criada pela autora. ...	103
Figura 6.27: AISI 420 com 0,335%C – Difractogramas das amostras austenitizadas a 950 °C, 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C. Fonte: criada pela autora.....	103
Figura 6.28: AISI 420 com 0,335%C: (a) Mapas de orientação e (b) mapas de contornos de grãos sobrepostos aos mapas de IQ. Setas indicam os carbonetos (Fe,Cr) <sub>23</sub> C <sub>6</sub> . Fonte: criada pela autora.....	105
Figura 6.29: AISI 420 com 0,335%C – Mapas de orientação da austenita reconstruídas sobrepostos ao mapa de IQ da martensita. As regiões não indexadas nos mapas de orientação são carbonetos (Fe,Cr) <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , austenita não reconstruída ou austenita retida. Fonte: criada pela autora. ....	107
Figura 6.30: AISI 420 com 0,335%C – Austenita retida após austenitização a 1100 °C e têmpera: (a) mapa de fase, (b) mapa de orientação e figura de polo {110} da austenita retida, (c) mapa de orientação e figura de polo {110} do grão austenítico indicado em (a). Fonte: criada pela autora. ....	108
Figura 6.31: AISI 420 com 0,335%C: (a) Fração de contornos de pares de variantes considerando V1 como referência e (b) figura de polo (001) com as 24 variantes para um grão austenítico (001)[100] e relação de orientação G-T. Desvio de 3°. Fonte: criada pela autora.....	112
Figura 6.32: AISI 420 com 0,335%C – Mapas: (a) pacotes e (b) grupo Bain. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ da martensita. Fonte: criada pela autora. ....	113
Figura 6.33: Divisão dos pacotes em grupos Bain. Mapas dos pacotes e dos grupos Bain sobrepostos aos mapas de IQ da martensita dos grãos indicados na Figura 6.32. Fonte: criada pela autora. ....	115
Figura 6.34: AISI 420 com 0,335%C – Grãos austeníticos prévios indicados na Figura 6.28 e Figura 6.29: (a) mapas de orientação da martensita, das variantes, dos pacotes e dos grupos Bain sobrepostos aos mapas de IQ e (b) figuras de polo {100} (experimental e calculada. As diferenças de orientação para os contornos de sub-blocos, pacotes e grupos Bain foram adotadas de acordo com a Tabela 6.9. Fonte: criada pela autora.....	119

Figura 6.35: AISI 420 com 0,0,335%C – (a) Curvas tensão-deformação e (b) taxa de encruamento. Fonte: criada pela autora..... 120

Figura 6.36: Influência da (a) largura bloco e do (b) contorno de bloco no  $\sigma_e$  e  $\sigma_r$ . Fonte: criada pela autora..... 122

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1: Fibras para os metais e ligas com estrutura cristalina CCC. DL – direção de laminação. DN – Direção normal. DT – Direção transversal. Fonte: adaptado de [4]. .....	27
Tabela 4.2: Principais relações de orientação entre as estruturas cristalinas CFC e CCC. Fonte: adaptado de [56,62].....	37
Tabela 4.3: Diferença de orientação entre pares de variantes considerando a variante 1 como referência: relação de orientação G-T. Fonte: adaptado de [65]. ....	39
Tabela 5.1: Composição química dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 (% em massa). Fonte: criada pela autora.....	48
Tabela 5.2: Identificação das amostras adotada. Fonte: criada pela autora. ....	50
Tabela 5.3: Técnicas de caracterização empregadas. Fonte: criada pela autora. ....	51
Tabela 5.4: Diferença de orientação de pares de variantes no interior do grupo CP1 e do grupo Bain 1 de acordo com a relação de orientação G-T. Fonte: criada pela autora. .....	57
Tabela 6.1: Fração de carboneto $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , tamanho de grão ferrítico e energia armazenada na laminação a frio. Fonte: criada pela autora. ....	66
Tabela 6.2: AISI 420 com 0,196%C – Fração de carboneto $(Fe,Cr)_{23}C_6$ . Fonte: criada pela autora. ....	88
Tabela 6.3: AISI 420 com 0,196%C – Relação de orientação experimental – MTEX. Fonte: criada pela autora. ....	90
Tabela 6.4: AISI 420 com 0,196%C – Diferença de orientação entre pares de variantes considerando a variante 1 como referência: relação de orientação experimental. Fonte: criada pela autora. ....	94
Tabela 6.5: AISI 420 com 0,196%C – Tamanho do pacote e dos grupos Bain e largura do bloco. Fonte: criada pela autora. ....	97
Tabela 6.6: AISI 420 com 0,196%C – Propriedades mecânicas. Fonte: criada pela autora. ....	101

Tabela 6.7: AISI 420 com 0,335%C – Frações de carbonetos $(Fe,Cr)_{23}C_6$ , temperaturas $M_i$ e $M_f$ . Fonte: criada pela autora. ....	104
Tabela 6.8: AISI 420 com 0,335%C – Relação de orientação experimental – MTEX. Fonte: criada pela autora. ....	106
Tabela 6.9: AISI 420 com 0,335%C – Diferença de orientação entre pares de variantes considerando a variante 1 como referência: relação de orientação experimental. Fonte: criada pela autora. ....	111
Tabela 6.10: AISI 420 com 0,335%C – Tamanho dos pacotes e grupos Bain e largura do bloco. Fonte: criada pela autora. ....	114
Tabela 6.11: AISI 420 com 0,0,335%C – Propriedades mecânicas. Fonte: criada pela autora. ....	121

## SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 : INTRODUÇÃO .....	20
CAPÍTULO 2 : OBJETIVOS .....	22
CAPÍTULO 3 : Estrutura da Tese e contribuições científicas e tecnológicas .....	23
CAPÍTULO 4 : REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	25
4.1 Aços inoxidáveis martensíticos .....	25
4.2 Textura e microestrutura ferrítica após deformação plástica a frio e recristalização .....	26
4.3 Transformação martensítica .....	32
4.3.1 Cristalografia da transformação .....	33
4.3.2 Morfologia e subestrutura da martensita .....	39
4.4 Influência da temperatura de austenitização e do teor de carbono na microestrutura martensítica .....	41
4.5 Influência da microestrutura martensítica nas propriedades mecânicas .....	44
4.5.1 Plasticidade da martensita .....	44
4.5.2 Tamanho do pacote e largura do bloco .....	46
CAPÍTULO 5 : METODOLOGIA .....	48
5.1 Materiais .....	48
5.2 Processamento termomecânico .....	48
5.3 Thermo-calc© .....	50
5.4 Caracterização .....	50
5.4.1 Análise por microscopia ótica .....	51
5.4.2 Dilatometria .....	51
5.4.3 Difração de raios-X: macrotextura e análise dos carbonetos por técnica de dissolução .....	52
5.4.4 Análise por EBSD .....	53

5.4.5 EBSD combinado com EDS.....	54
5.4.6 Reconstrução da austenita.....	55
5.4.7 Identificação das variantes, pacotes e grupos Bain .....	55
5.4.8 Diferença de orientação entre pares variantes.....	56
5.4.9 Largura do bloco .....	58
5.5 Determinação das propriedades mecânicas .....	59
CAPÍTULO 6 : RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	61
6.1 Microestrutura e textura cristalográfica dos aços inoxidáveis martensíticos após laminação a frio e recristalização .....	61
6.1.1 Microestrutura, análise dos carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ e dureza.....	61
6.1.2 Textura .....	66
6.2 Microestrutura, características cristalográficas e propriedades mecânicas do aço inoxidável martensítico AISI 420 com 0,196%C após diferentes rotas de processamento termomecânico .....	82
6.2.1 Microestrutura das amostras na condição ferrítica, fração de carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ e Thermo-Calc.....	82
6.2.2 Caracterização da microestrutura temperada .....	88
6.2.3 Propriedades mecânicas.....	100
6.3 Efeito da temperatura de austenitização na microestrutura, nas características cristalográficas e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável martensítico com 0,335%C.....	102
6.3.1 Fração dos carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , dilatometria e difração de raios-X ..	102
6.3.2 Martensita .....	104
6.3.3 Austenita reconstruída e austenita retida .....	106
6.3.4 Fração de contornos de pares de variantes e formação dos pacotes, grupos Bain e blocos.....	108
6.3.5 Propriedades mecânicas.....	120
CAPÍTULO 7 : CONCLUSÕES .....	124

CAPÍTULO 8 : SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	126
CAPÍTULO 9 : ARTIGOS PUBLICADOS .....	127
CAPÍTULO 10 : REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	129
ANEXO A: Sistema de escorregamento.....	141
ANEXO B: Reconstrução austenita .....	142
ANEXO C: Desvio angular médio – diferença de orientação entre as variantes do dado experimental e a relação de orientação cristalina teórica.....	143
ANEXO D: Diferença de orientação entre as variantes considerando a variante 1 como referência .....	144
ANEXO E: Identificação das variantes .....	145
ANEXO F: Identificação dos pacotes .....	146
ANEXO G: Identificação dos grupos Bain .....	147
ANEXO H: Determinação da largura aparente do bloco .....	150



## CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis martensíticos apresentam a combinação de resistência à corrosão, resistência ao desgaste e resistência mecânica que torna possível aplicar estas ligas em diversos segmentos. Esses aços apresentam menor custo e são usados em aplicações de menor severidade corrosiva em relação às outras classes de aços inoxidáveis [1,2].

Na rota de processamento, a microestrutura dos aços inoxidáveis martensíticos é composta por ferrita e carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  após laminação a quente e recozimento em caixa, laminação a frio e recozimento final. As características iniciais da bobina laminada a quente, tais como textura, microestrutura, tamanho de grão e carbonetos, afetam o desenvolvimento da microestrutura e da textura cristalográfica durante a laminação a frio e recozimento em aços inoxidáveis ferríticos [3–7]. Os detalhes relacionados à interação entre esses fatores na microestrutura e textura após laminação a frio e recozimento não estão claramente estabelecidos na literatura para os aços inoxidáveis martensíticos.

A transformação martensítica tem sido amplamente estudada devido à sua relevância tecnológica [8]. Nesse contexto, a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) tem sido utilizada para esclarecer a estrutura hierárquica martensita em ripas, reconstruir a austenita e estabelecer correlações entre as características cristalográficas da martensita e as propriedades mecânicas [9–15]. A transformação martensítica fragmenta o grão austenítico prévio em pacotes, blocos, sub-blocos e ripas [9–11]. O tamanho do grão do austenítico prévio, o tamanho do pacote e a largura do bloco influenciam o limite de escoamento [12,13,16,17].

O refinamento da microestrutura martensítica em aços carbono é influenciado pelo teor de C e pela temperatura de austenitização [9,12,14,18,19]. O aumento da temperatura de austenitização causa o aumento do tamanho de grão austenítico prévio, do tamanho do pacote e da largura do bloco [12,13,16,20,21]. Por outro lado, o aumento do teor de carbono em solução sólida refina a microestrutura martensítica [9,14,22,23].

O estudo da rota de produção e do efeito das variáveis envolvidas nesta é essencial para o desenvolvimento tecnológico dos aços inoxidáveis martensíticos. A aplicação desses aços em novos produtos exige pesquisas detalhadas sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas. O aumento da temperatura de austenitização promove a dissolução dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  que, por sua vez causa o aumento do teor de carbono e de cromo em solução sólida. Além disso, os carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  inibem o crescimento do grão austenítico [24–27]. As propriedades mecânicas e a dureza dos aços inoxidáveis martensíticos são afetadas pela temperatura de austenitização [26,28–30]. No entanto, a correlação entre os aspectos cristalográficos da martensita e as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos foi pouco explorada na literatura. Portanto, torna-se uma motivação para este trabalho o estudo da influência da rota de processamento e da temperatura de austenitização na microestrutura e nas características cristalográficas da martensita e seu efeito nas propriedades mecânicas.

## CAPÍTULO 2: OBJETIVOS

O objetivo geral deste estudo é avaliar a microestrutura e a textura cristalográfica dos aços inoxidáveis martensíticos após laminação a frio e recozimento. Além disso, também é objetivo dessa pesquisa analisar a microestrutura, as características cristalográficas e as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos após a têmpera.

Os objetivos específicos são:

- Analisar a influência do tamanho de grão inicial e da fração de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  na evolução da microestrutura e da textura após laminação a frio e recozimento dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116;
- Avaliar a microestrutura, as características cristalográficas e as propriedades mecânicas do aço AISI 420 com 0,196%C após diferentes rotas de processamento;
- Determinar o efeito da temperatura de austenitização na microestrutura, nas características cristalográficas e nas propriedades mecânicas do aço AISI 420 com 0,335%C após têmpera e revenimento.

### **CAPÍTULO 3: Estrutura da Tese e contribuições científicas e tecnológicas**

As principais características sobre a textura cristalográfica, as heterogeneidades microestruturais formadas no encruamento e a recristalização de aços com microestrutura ferrítica foram apresentadas no Capítulo 4. Além disso, o Capítulo 4 também apresenta os principais estudos encontrados na literatura sobre a cristalografia da transformação martensítica, as características cristalográficas da martensita e seu efeito nas propriedades mecânicas dos aços carbono. O Capítulo 5 descreve a metodologia utilizada nesta Tese, sendo o EBSD a principal técnica de caracterização experimental utilizada.

O Capítulo 6 apresenta os resultados e a discussão da Tese e foi dividido em três estudos, sendo que cada um deles aborda um objetivo específico. A descrição e as contribuições científicas e tecnológicas são expostas a seguir.

Investigou-se a microestrutura e a textura cristalográfica dos aços inoxidáveis martensíticos AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 durante a rota de produção metalúrgica simulada em laboratório antes do processo de têmpera. Além disso, realizou-se a caracterização do carboneto  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  após o recozimento. A principal contribuição científica deste estudo é a análise da microestrutura e da macrotutura no estado encruado de aços com microestrutura ferrítica e com diferentes frações de partículas de segunda fase. Além disso, as texturas de deformação e de recristalização desenvolvidas também foram observadas. Do ponto de vista tecnológico, faz-se necessário o desenvolvimento de pesquisas iniciais que proporcionem um maior entendimento sobre a microestrutura e a textura dos aços martensíticos na condição ferrítica para realização de futuras otimizações do processo de produção desses aços até o produto final.

Realizou-se um estudo da microestrutura após laminação a frio, recozimento com tempo de encharque de 30 s e 5 h para avaliar o efeito da condição inicial da microestrutura ferrítica nas características cristalográficas da martensita após a têmpera. Os resultados foram correlacionados com as propriedades mecânicas. Neste estudo, foi proposto a utilização do tamanho do grupo Bain para avaliar o refinamento da microestrutura da martensita com a mesma morfologia. A análise e a discussão dos resultados permitiram demonstrar que as diferentes rotas de produção não influenciaram a microestrutura e propriedades mecânicas do aço AISI 420 com 0,196%C temperado.

Investigou-se o efeito da temperatura de austenitização nos contornos de pares de variantes, na formação dos pacotes, dos blocos e dos sub-blocos para o aço inoxidável martensítico AISI 420 com 0,335%C. Os resultados também foram correlacionados com as propriedades mecânicas. Os resultados deste estudo permitiram observar as mudanças na microestrutura martensítica com o aumento da dissolução dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ . Do ponto de vista tecnológico, visto que essas mudanças afetaram as propriedades mecânicas do aço AISI 420 com 0,335%C, os resultados encontrados podem contribuir na determinação da melhor temperatura de austenitização no intervalo entre 950 °C a 1100 °C para obter o nível de resistência exigida pela aplicação. Além disso, os resultados encontrados indicam o efeito de um desvio da temperatura de austenitização adotada na microestrutura e propriedades mecânicas.

No Capítulo 7, as conclusões da Tese são apresentadas. As sugestões para trabalhos futuros e as publicações foram apresentadas no Capítulo 8 e Capítulo 9, respectivamente. O Capítulo 10 apresenta as referências bibliográficas. Os códigos utilizados no MTEX *toolbox* inserido no programa MATLAB para as análises realizadas nesta Tese são apresentados nos ANEXOS.

## CAPÍTULO 4: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 4.1 Aços inoxidáveis martensíticos

Os aços inoxidáveis martensíticos são ligas formadas por ferro, cromo e carbono com percentual de cromo entre 10,5% a 18% e o teor de carbono de 0,1 a 1,2%. Esses aços apresentam menor custo e são usados em aplicações de menor severidade corrosiva em relação às outras classes de aços inoxidáveis. O limite de escoamento varia de 275 MPa na condição recozida a 1900 MPa na condição temperada e revenida. Os aços inoxidáveis martensíticos são aplicados em turbinas a vapor e a gás, motores a jato, cutelaria, moldes e matrizes, válvulas e engrenagens [1,2].

O cromo nos aços inoxidáveis proporciona resistência à corrosão por meio da formação de uma camada fina e estável de óxido de cromo na superfície que protege contra os subsequentes ataques dos meios agressivos. O aumento da resistência mecânica e a redução da tenacidade, da soldabilidade e da resistência à corrosão são observados com o aumento do teor de carbono em aços inoxidáveis martensíticos [31].

A Figura 4.1 apresenta os diagramas de equilíbrio para 12%Cr e 17%Cr com formação dos carbonetos  $M_7C_3$  e  $M_{23}C_6$ , nos quais M representa uma mistura de átomos de ferro e cromo [1]. Os carbonetos primários  $M_7C_3$  apresentam maior diâmetro e são formados a partir do líquido por segregação química durante a solidificação [32]. A fragmentação dos carbonetos primários, a precipitação de carbonetos secundários  $M_{23}C_6$  com menor diâmetro e o alinhamento de ambos os carbonetos no sentido de laminação ocorrem na deformação a quente. Os carbonetos primários são observados na região do centro da espessura da bobina e não são totalmente dissolvidos no processo de austenitização [33]. A fração volumétrica de carbonetos é crescente em função do teor de carbono [30,33].

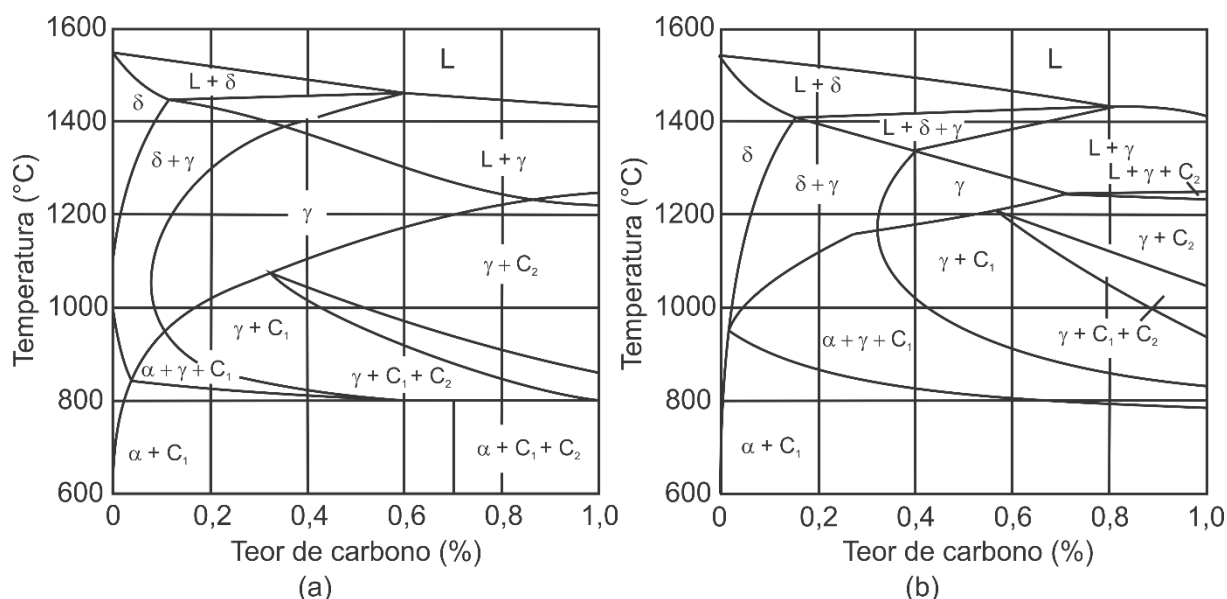


Figura 4.1: Diagramas de equilíbrio Fe-C: (a) 12%Cr e (b) 17%Cr ( $C_1 = (\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  e  $C_2 = (\text{Cr,Fe})_7\text{C}_3$ ). Fonte: adaptado de [1].

O processo de revenimento é realizado com o objetivo de aumentar a ductilidade e a tenacidade dos aços inoxidáveis martensíticos após a têmpera [34]. O revenimento provoca alívio de tensões e rearranjo ou diminuição da densidade de discordâncias. A composição química, a temperatura e o tempo afetam significativamente o tipo de carboneto formado no revenimento [35–39]. O tratamento subzero é realizado para minimizar a quantidade de austenita retida em aços inoxidáveis martensíticos com maior teor de carbono e elementos de liga [40].

## 4.2 Textura e microestrutura ferrítica após deformação plástica a frio e recristalização

Os mecanismos físicos envolvidos na formação da microestrutura durante os processos termomecânicos são relacionados à evolução da textura cristalográfica. Os aços inoxidáveis desenvolvem textura de fibra durante os processos de laminação e de recozimento [4]. A Tabela 4.1 mostra os tipos de fibras e as componentes relevantes para os metais e ligas com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC).

Tabela 4.1: Fibras para os metais e ligas com estrutura cristalina CCC. DL – direção de laminação. DN – Direção normal. DT – Direção transversal. Fonte: adaptado de [4].

Fibra	Eixo da fibra	Componentes
$\alpha$	$\langle 110 \rangle \parallel$ DL	$\{001\}\langle 110 \rangle$ , $\{112\}\langle 110 \rangle$ , $\{111\}\langle 110 \rangle$
$\gamma$	$\langle 111 \rangle \parallel$ DN	$\{111\}\langle 110 \rangle$ , $\{111\}\langle 112 \rangle$
$\theta$	$\langle 001 \rangle \parallel$ DN	$\{001\}\langle 110 \rangle$ , $\{001\}\langle 100 \rangle$
$\eta$	$\langle 001 \rangle \parallel$ DL	$\{001\}\langle 100 \rangle$ , $\{011\}\langle 100 \rangle$
$\zeta$	$\langle 110 \rangle \parallel$ DN	$\{110\}\langle 112 \rangle$ , $\{110\}\langle 110 \rangle$
$\epsilon$	$\langle 110 \rangle \parallel$ DT	$\{001\}\langle 110 \rangle$ , $\{112\}\langle 111 \rangle$ , $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$ , $\{111\}\langle 112 \rangle$ , $\{11\ 11\ 8\}\langle 4\ 4\ 11 \rangle$ , $\{011\}\langle 100 \rangle$

Os aços com menor teor de elementos de liga apresentam transformação austenita  $\rightarrow$  ferrita durante o resfriamento no processo de laminação a quente. A randomização da textura promovida pela transformação austenita  $\rightarrow$  ferrita leva à formação de uma textura de baixa intensidade [5,41,42]. Por outro lado, a componente Goss é predominante na textura da região próxima à superfície em aços com 16%Cr laminados a quente no campo ferrítico. A textura da região central possui alta intensidade da fibra  $\alpha$  ( $\langle 110 \rangle \parallel$  direção de laminação) entre as componentes  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e  $\{112\}\langle 110 \rangle$  e baixa intensidade da fibra  $\gamma$  ( $\langle 111 \rangle \parallel$  direção normal). A alta intensidade da componente cubo rodado  $\{001\}\langle 110 \rangle$  é proveniente da orientação  $\langle 001 \rangle \parallel$  direção normal (DN) dos grãos colunares da placa após solidificação [43,44].

A deformação plástica causa modificações na microestrutura dos metais, tais como formato dos grãos, aumento da área dos contornos de grão e formação de uma subestrutura dentro dos grãos. A nova área de contornos de grãos é formada pela incorporação de discordâncias criadas continuamente durante a deformação. A soma da energia das discordâncias e da nova interface representa a energia armazenada na deformação a frio. Além disso, a mudança da orientação dos grãos e o desenvolvimento da orientação preferencial estão diretamente relacionados à cristalografia da deformação [3].



Os metais de alta ou moderada energia de falha de empilhamento, como o ferro- $\alpha$ , deformam por escorregamento. A deformação é heterogênea e diferentes orientações são desenvolvidas no interior do grão original. A hierarquia da microestrutura de um metal após deformação por escorregamento é composta por discordâncias, subgrãos, bandas de deformação, bandas de transição e bandas de cisalhamento. As bandas de deformação são regiões de um mesmo grão que apresentaram rotações distintas para acomodar a deformação por meio diferentes sistemas de escorregamento, Figura 4.2a. As bandas de deformação ocorrem com lados aproximadamente paralelos e envolvem uma dupla mudança de orientação, como da orientação A para a orientação C e depois da orientação C para a orientação A, indicada na Figura 4.2a. A região da banda de deformação em que a orientação muda de B para A pode ter uma largura finita, denominada como banda de transição. Contornos induzidos por deformação são formados quando a mudança de orientação é acentuada. As bandas de cisalhamento são formadas por tensão de cisalhamento em planos de pequena resistência à deformação, Figura 4.2b. Essas regiões são observadas em um ângulo de  $30^\circ$  a  $60^\circ$  em relação à direção de laminação (DL). As bandas de deformação são observadas no interior dos grãos e as bandas de cisalhamento podem atravessar vários grãos [3].

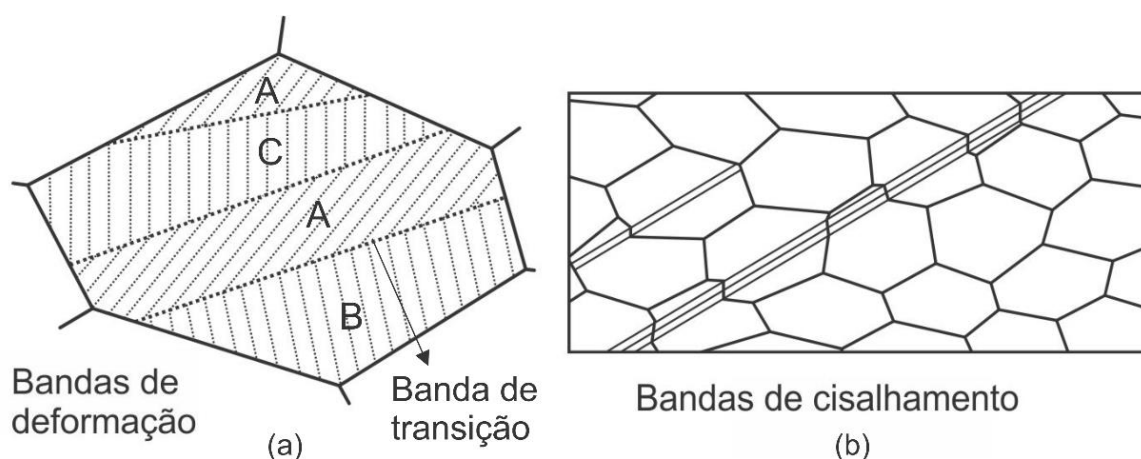


Figura 4.2: (a) Bandas de deformação e (b) bandas de cisalhamento em metais policristalinos deformados por escorregamento. Fonte: adaptado de [3].

O aumento da densidade de discordâncias por partículas finas de segunda fase incoerentes e não deformáveis durante a deformação plástica acontece por meio da formação de anéis de discordâncias em torno das partículas e é conhecido como mecanismo de Orowan. A incompatibilidade da deformação localizada entre a matriz e as partículas pode ser acomodada pela geração de discordâncias geometricamente necessárias ou formação de vazios. Partículas com diâmetro maior que 1  $\mu\text{m}$  contribuem para a formação de uma distribuição heterogênea das discordâncias durante a deformação. A região de deformação em torno da partícula apresenta alta densidade de discordância e alto gradiente de orientação [3,45].

De acordo com Hölscher *et al.* [5], a intensidade da fibra  $\alpha$  aumenta continuamente e a fibra  $\gamma$  apresenta maior intensidade na componente  $\{111\}\langle 112\rangle$  para reduções a frio de até 70% em aço carbono com textura inicial fraca originada da transformação austenita  $\rightarrow$  ferrita. Para aços que apresentam textura heterogênea inicial, a eliminação da componente de cisalhamento próximo à superfície é observada após laminação a frio. A textura na região central apresenta baixa intensidade da fibra  $\gamma$  e alta intensidade da fibra  $\alpha$ , com significativo desenvolvimento da componente cubo rodado  $\{001\}\langle 110\rangle$  [4]. A componente  $\{112\}\langle 110\rangle$  se torna mais intensa em amostras com partículas estáveis [46,47].

Inagaki *et al.* [48] reportaram a formação das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  pela rotação dos grãos ao longo dos seguintes caminhos: A –  $\{001\}\langle 110\rangle \rightarrow \{001\}\langle 110\rangle \rightarrow \{112\}\langle 110\rangle \rightarrow \{223\}\langle 110\rangle$  e B –  $\{110\}\langle 001\rangle \rightarrow \{554\}\langle 225\rangle \rightarrow \{111\}\langle 112\rangle \rightarrow \{111\}\langle 110\rangle \rightarrow \{223\}\langle 110\rangle$ . A identificação desses caminhos de rotação foi realizada por meio da laminação a frio, com variação na redução de amostras de ferro puro de grão fino com texturas iniciais fortemente definidas. Os caminhos A e B levam à formação da componente  $\{223\}\langle 110\rangle$ . Portanto, as mudanças na orientação contribuem para o aumento da fibra  $\alpha$ .

A distribuição espacial da energia armazenada em vários grãos deformados de chapas laminadas a frio representa parte da força motriz para a recristalização no recozimento [3,49]. Dillamore e colaboradores [50] observaram finas células e alta diferença de orientação em grãos com orientação  $\{111\}\langle 110\rangle$  para uma amostra de ferro com redução de 70% por laminação a frio. Por outro lado, células maiores e com menor diferença de orientação foram formadas em grãos com orientação próxima da componente  $\{001\}\langle 110\rangle$ . De acordo com os autores, a energia armazenada (E) para diferentes orientações é dada pela sequência:

$$E_{\{110\}\langle 110\rangle} > E_{\{111\}\langle 110\rangle} > E_{\{112\}\langle 110\rangle} > E_{\{001\}\langle 110\rangle}.$$

Os processos de recuperação e de recristalização promovem a formação de uma microestrutura composta de grãos equiaxiais com baixa densidade de discordâncias a partir do estado encruado durante o recozimento. A recuperação consiste nos processos de aniquilação e de rearranjo de discordâncias em uma configuração de baixa energia. A nucleação de grãos recristalizados acontece em regiões com alto gradiente de orientação local, ou seja, heterogeneidades de deformação, contornos de grão de alto ângulo e partículas de segunda fase. O crescimento das regiões recristalizadas por meio da migração de contornos de alto ângulo continua até que toda a região deformada ou recuperada seja consumida [3,45].

A textura de recristalização é fortemente dependente da textura de laminação a quente e da textura desenvolvida após laminação a frio [4,46]. A intensidade da fibra  $\alpha$  diminui com o fortalecimento da fibra  $\gamma$  para os aços inoxidáveis ferríticos durante a recristalização [4]. De acordo com Gao e colaboradores [51,52], os grãos com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$  nucleiam preferencialmente em grãos com orientação  $\{111\}\langle 110\rangle$  e  $\{112\}\langle 110\rangle$ , indicando a ocorrência do mecanismo de nucleação orientada (Figura 4.3). Nos estágios finais da recristalização, os núcleos recristalizados  $\{111\}\langle 112\rangle$  consomem os grãos  $\{112\}\langle 110\rangle$  por meio do mecanismo de crescimento orientado. Além disso, a nucleação preferencial de grãos com orientação  $\{111\}\langle 110\rangle$  acontece em grãos com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$ . Nesse caso, os grãos recristalizados com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$  podem nuclear em grãos

$\{112\}\langle 110\rangle$  e crescem preferencialmente com base na relação de orientação  $35^\circ\langle 110\rangle$ , desenvolvendo fibra  $\gamma$  mais homogênea.

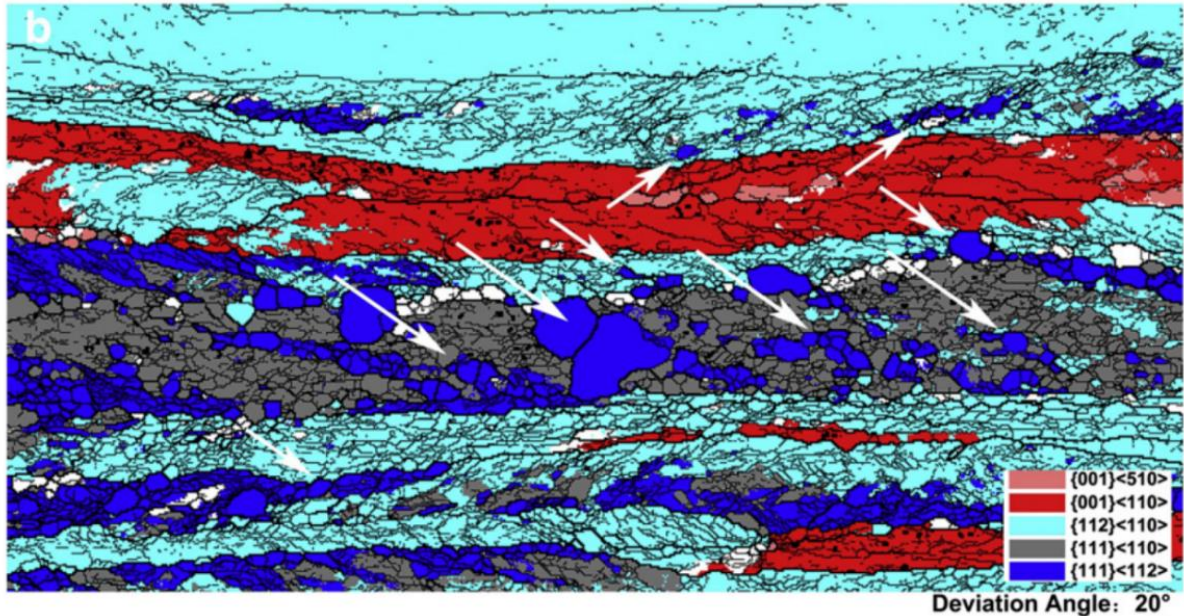


Figura 4.3: Nucleação de grãos com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$  em grãos com orientação  $\{111\}\langle 110\rangle$  e  $\{112\}\langle 110\rangle$ . Fonte: adaptado de [52].

As partículas de segunda fase modificam a microestrutura e a textura após a recristalização. Durante o estágio de aniquilação e de rearranjo das discordâncias para a formação dos contornos de baixo ângulo, as partículas finas e homogêneas distribuídas podem bloquear as discordâncias, portanto podem inibir esse estágio da recuperação. As partículas finas exercem uma força que reduz a velocidade de migração de contornos de alto ângulo durante a recristalização. Além disso, as partículas restringem o crescimento dos grãos com orientação da fibra  $\gamma$  e levam ao enfraquecimento dessa fibra na textura de recristalização [47,53].

As partículas com diâmetro maior que  $1\ \mu\text{m}$  e alto espaçamento entre as partículas causam aumento da cinética de recristalização. Esse mecanismo é conhecido como nucleação assistida por partículas (PSN – *Particle Stimulated Nucleation*). O maior número de sítios para a recristalização aumenta a cinética de recristalização. A nucleação no interior da zona de deformação ocorre por meio da poligonização ou migração de contornos de alto ângulo pré-existent. O diâmetro da partícula

necessário para que ocorra PSN aumenta com a diminuição da deformação aplicada [3]. O mecanismo PSN refina os grãos e diminui a intensidade da textura de recristalização (próxima da aleatória) [3,45]. A nucleação no interior dos grãos da fibra  $\gamma$  pode contribuir para o aumento da randomização da textura e o enfraquecimento da fibra  $\gamma$  [6].

O tamanho de grão após a laminação a quente afeta a energia armazenada e a formação de heterogeneidade de deformação durante a laminação a frio. Sendo assim, a textura e microestrutura após recristalização também é influenciada [3]. Aços com granulação grosseira apresentam baixa energia armazenada e alta tendência à formação de bandas de cisalhamento e deformação [3,49]. A nucleação de grãos com orientação Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  em bandas de cisalhamento no interior de grão deformados com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$  é observada durante a recristalização [4,5,46]. A atuação dos contornos de grão na interrupção do escorregamento é mais forte em aços com granulação fina, conseqüentemente a deformação no interior do grão ocorre de forma mais homogênea [48]. A fração da fibra  $\gamma$  aumenta com a redução do tamanho de grão inicial [7,48,54]. A redução do tamanho de grão de  $110\pm 21\ \mu\text{m}$  para  $50\pm 7\ \mu\text{m}$  resultou no fortalecimento da fibra  $\gamma$  na textura de laminação a frio. Portanto, a fibra  $\gamma$  foi mais intensa na textura de recristalização de um aço inoxidável ferrítico [7].

### **4.3 Transformação martensítica**

A transformação martensítica é displaciva, atérmica e acontece por meio de cisalhamento e expansão de volume durante a têmpera dos aços. Os contornos dos grãos austeníticos prévios, os contornos de maclas de recozimento e as interfaces de partículas de segunda fase são sítios para a nucleação da martensita [55]. A transformação martensítica ocorre por meio do movimento coordenado menor que uma distância interatômica dos átomos, portanto o crescimento das ripas é restringido pelos contornos dos grãos austeníticos ou pelo encontro das ripas já transformadas [56].

Do ponto de vista termodinâmico, a diferença da energia livre entre a austenita e a martensita,  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$  na temperatura de início da transformação ( $M_i$ ), é a força motriz crítica para o início da formação da martensita. Em geral, a mudança de energia livre associada à transformação martensítica acontece de acordo com a Equação (1):

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} = \Delta G_Q^{\gamma \rightarrow \alpha} + \Delta G_{NQ}^{\gamma \rightarrow \alpha} \quad (1),$$

em que  $\Delta G_Q^{\gamma \rightarrow \alpha}$  é a mudança na energia livre química (por volume transformado) associada à transformação e  $\Delta G_{NQ}^{\gamma \rightarrow \alpha}$  é mudança na energia livre não química oposta à transformação. A energia livre não química consiste na energia de deformação elástica (mudança de forma e volume), na energia de interface e na energia armazenada na deformação plástica da austenita e da martensita. A transformação martensítica acontece se a  $\Delta G_Q^{\gamma \rightarrow \alpha}$  negativa apresentar magnitude maior em relação à  $\Delta G_{NQ}^{\gamma \rightarrow \alpha}$  positiva [57].

A transformação martensítica apresenta importantes características cristalográficas, tais como natureza da interface, deformação de forma, relação de orientação, morfologia e subestrutura, conforme descrito a seguir [56].

#### 4.3.1 Cristalografia da transformação

A interface entre a austenita e a martensita (plano de hábito ou plano invariante) apresenta alto grau de continuidade e de mobilidade. O escorregamento das discordâncias na interface semicoerente acontece durante o crescimento da martensita em aços. Além disso, a interface deve apresentar caráter glíssil, ou seja, o vetor de linha das discordâncias da interface precisa se situar ao longo de uma linha invariável. A interface pode tornar-se sésil por meio da acomodação do desajuste criado por uma distorção ao longo da linha da discordância [56].

A teoria fenomenológica da transformação martensítica envolve três conceitos: correspondência entre as redes da austenita e da martensita, deformação de plano invariante e morfologia final. Além disso, não fornece uma descrição precisa das etapas da transformação. A deformação de forma (*shape strain*) descrita pela teoria fenomenológica da transformação martensítica pertence a uma classe conhecida como deformação de plano invariante. A deformação por cisalhamento ocorre paralela ao plano de hábito e expansão na DN ao plano de hábito. O plano de hábito é formado por duas linhas invariantes não paralelas e não apresenta distorção e rotação [56,58]. A deformação de forma (S) é a combinação da deformação de Bain (B), rotação de corpo rígido (R) e deformação invariante da rede (L), conforme Equação (2) [58]:

$$S = BRL \quad (2).$$

A deformação de Bain consiste na deformação cisalhante necessária para transformar a estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) da austenita nas estruturas cristalinas CCC ou tetragonal de corpo centrado da martensita (Figura 4.4). A deformação de Bain é uma deformação homogênea e implica na seguinte relação de orientação:  $[001]_{\text{CFC}} \parallel [001]_{\text{CCC}}$ ,  $[1\bar{1}0]_{\text{CFC}} \parallel [100]_{\text{CCC}}$  e  $[110]_{\text{CFC}} \parallel [010]_{\text{CCC}}$ . Entretanto, a deformação de Bain não é completa devido à necessidade de ocorrência de alto grau de coerência na interface [56,58]. A conversão da deformação de Bain em deformação de linha variante ocorre por meio da rotação de corpo rígido [56].

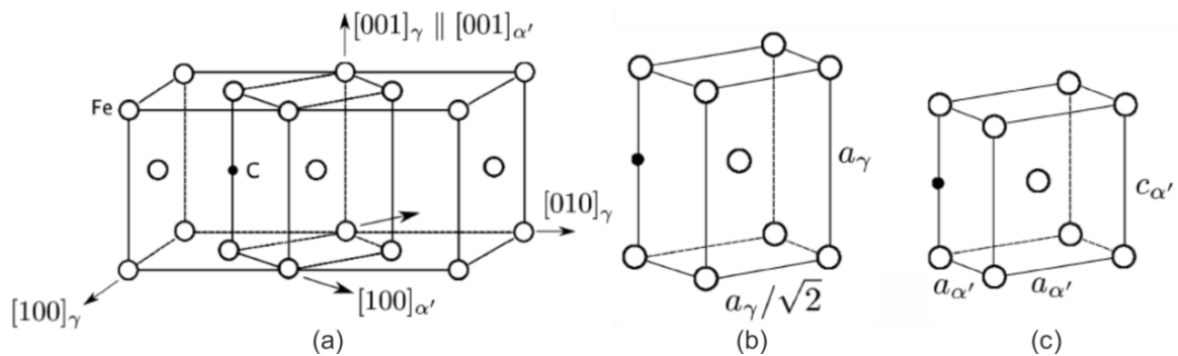


Figura 4.4: (a) Representação esquemática do mecanismo proposto por Bain para a transformação martensítica  $\gamma$ - $\alpha$ , (b) célula unitária tetragonal de corpo centrado e (c) CCC. Fonte: adaptado de [56].



A deformação invariável da rede (L) é heterogênea e invisível em escala macroscópica e consiste em escorregamento ou maclação (Figura 4.5). Sendo assim, a deformação invariável da rede não modifica a estrutura cristalina e explica a alta densidade de discordâncias e/ou maclas observadas na subestrutura da martensita após têmpera. A deformação invariável da rede possibilita a existência de um plano de hábito invariante entre a austenita e a martensita [56,58].

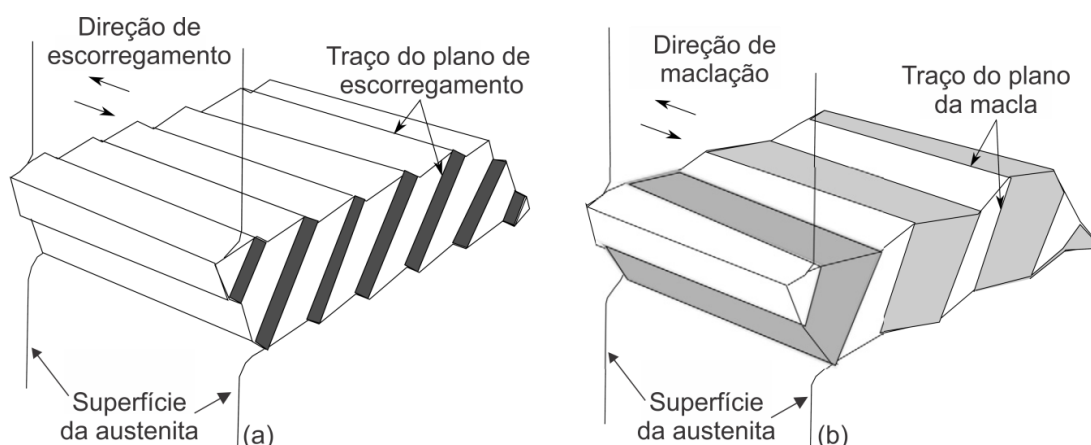


Figura 4.5: Deformação invariante da rede cristalina: (a) escorregamento e (b) maclação. Fonte: adaptado de [56].

A deformação de forma da transformação martensítica é aliviada por meio da acomodação elástica, plástica e autoacomodação. A acomodação plástica acontece quando a austenita apresenta baixa resistência, alta temperatura  $M_i$  ou baixo teor de elementos em solução sólida. No crescimento das ripas, as discordâncias criadas na austenita são herdadas pela martensita. A Figura 4.6 apresenta o mapa de orientação e o mapa de diferença de orientação da martensita em ripas formada no contorno de grão austenítico prévio. A matriz austenítica é girada em torno das ripas de martensita. Além disso, maior diferença de orientação em um lado da martensita ocorreu com frequência significativa, indicando que a acomodação plástica é heterogênea [59]. A martensita em ripas apresenta alta densidade de discordâncias devido à ocorrência da deformação invariante da rede e da acomodação plástica [8,10,56,60].



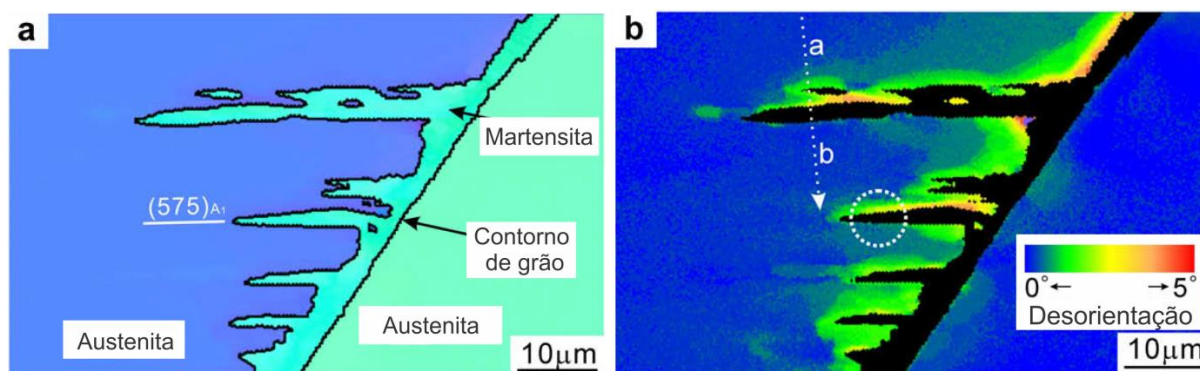


Figura 4.6: Acomodação plástica: (a) mapa de orientação e (b) mapa de diferença de orientação. Fonte: adaptado de [59].

A autoacomodação acontece por meio da formação de diferentes variantes para aliviar a deformação elástica das primeiras variantes transformadas. Esse mecanismo de alívio da deformação de forma se torna mais pronunciado à medida que aparece resistência à acomodação plástica [61].

As redes cristalinas da austenita e da martensita apresentam relação de orientação cristalina devido ao movimento coordenado inerente da transformação. O plano de hábito retém uma orientação fixa na martensita e na austenita. Assim, a rotação do plano de hábito do cristal da martensita para um plano cristalográfico particular no cristal da austenita apresenta relação de orientação cristalográfica específica [56,58]. As principais relações de orientação entre a austenita e a martensita observadas em aços são Bain, Kurdjumov-Sachs (K-S), Nishiyama-Wasserman (N-W) e Greninger-Troiano (G-T). As relações de orientação N-W e G-T são próximas de K-S, com desvios de  $5,3^\circ$  e  $2,7^\circ$ , respectivamente [58]. A relação de orientação próxima de K-S e o plano de hábito  $\{557\}_\gamma$  próximo à  $\{111\}_\gamma$  são observados em aços baixo carbono [9,10,58,60]. Além disso, as relações de orientação possuem uma lista de possíveis variantes (orientações cristalográficas) que podem ser formadas a partir de uma única orientação da austenita [10]. A Tabela 4.2 apresenta o número de variantes e os ângulos de Euler para as principais relações de orientação.

Tabela 4.2: Principais relações de orientação entre as estruturas cristalinas CFC e CCC. Fonte: adaptado de [56,62].

	Número de variantes	Ângulos de Euler		
		$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
Bain	3	0°	45°	0°
K-S	24	5,77°	48,19°	5,77°
G-T	24	2,7°	46,6°	7,5°
N-W	12	0°	45°	9,73°

O estudo da relação de orientação em aços com microestrutura completamente transformada tem sido realizado usando a técnica de EBSD. Essa técnica permite a análise de áreas maiores em relação à microscopia eletrônica de transmissão (MET). Sendo assim, a técnica de EBSD apresenta maior representatividade do ponto de vista estatístico [63,64]. A determinação da relação de orientação pode ser feita por meio da diferença de orientação entre as variantes [11] ou da desorientação entre a martensita e a austenita [63,64].

Alcântara *et al.* [65] investigaram a relação de orientação em um aço AISI 420 com 0,19%C por meio da desorientação entre a martensita e a austenita. A reconstrução da austenita foi realizada por meio do programa ARPGE – *Automated reconstruction of parent grains from EBSD data*. Os resultados desse trabalho mostraram que a relação de orientação foi próxima à relação de orientação G-T com desvio de 2,66°. A deformação de forma da transformação martensítica induz a dispersão da relação de orientação observada [64]. A Figura 4.7 mostra a relação de orientação representada no espaço de Euler reduzido para o aço AISI 420 com 0,19%.

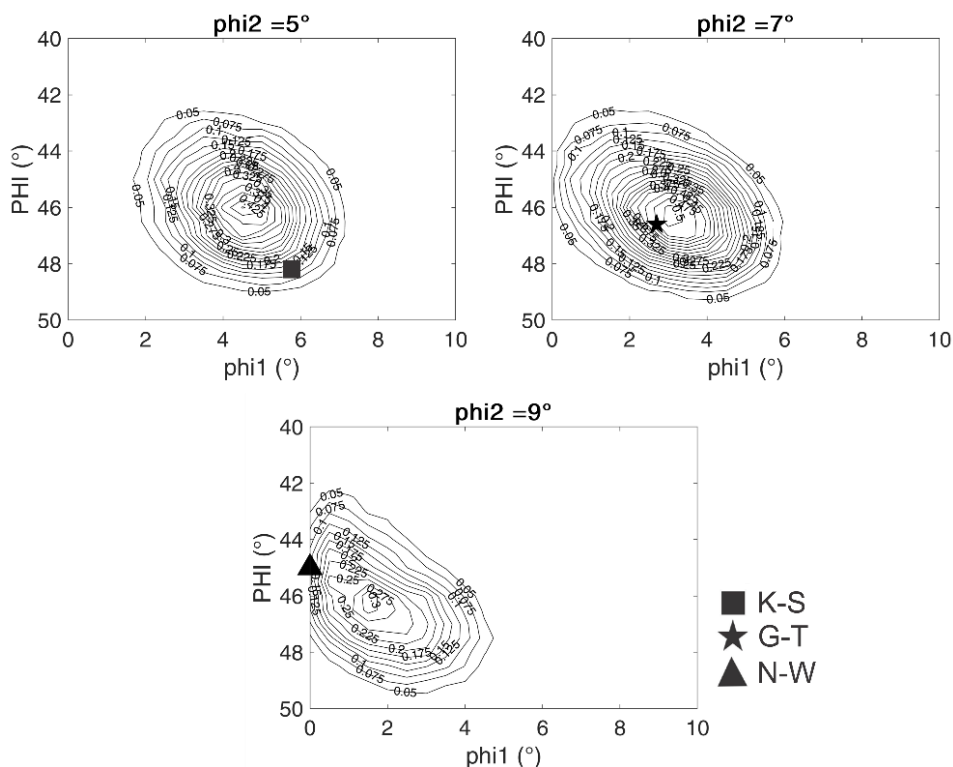


Figura 4.7: Relação de orientação representada no espaço de Euler reduzido para o aço AISI 420 com 0,19%C. Fonte: adaptado de [65].

A Tabela 4.3 apresenta a diferença de orientação de pares de variantes considerando a variante 1 como referência da relação de orientação G-T, assumindo o paralelismo entre os planos  $\{111\}$  e  $\{110\}$ . A ordem das variantes na Tabela 4.3 é a mesma adotada por Morito *et al.* [9]. As 24 variantes podem ser divididas em quatro grupos de planos mais compactos (*close-packed plane group* – grupo CP) e três grupos Bain. Os grupos CP são formados por seis variantes que apresentam o mesmo plano mais compacto com a austenita – CP1:  $(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$ , CP2:  $(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma \parallel (011)_\alpha$ , CP3:  $(\bar{1}11)_\gamma \parallel (011)_\alpha$  e CP4:  $(11\bar{1})_\gamma \parallel (011)_\alpha$ . Os grupos de Bain podem ser definidos como B1:  $[001]_\gamma \parallel [001]_\alpha$ , B2:  $[100]_\gamma \parallel [110]_\alpha$  e B3:  $[010]_\gamma \parallel [\bar{1}10]_\alpha$ , com base na direção de compressão da austenita na deformação de Bain [66].

Tabela 4.3: Diferença de orientação entre pares de variantes considerando a variante 1 como referência: relação de orientação G-T. Fonte: adaptado de [65].

Variante	Plano mais compacto	Grupo de Bain	Diferença de orientação em relação à V1	Eixo de rotação
1		B1	-	-
2		B2	60,23°	[-0,54 0,53 0,65]
3	(111)	B3	60,00°	[-0,70 0,01 0,71]
4		B1	05,02°	[-0,67 0,00 0,74]
5		B2	60,00°	[-0,01 0,70 0,71]
6		B3	54,99°	[-0,71 0,01 0,71]
7		B2	49,82°	[-0,61 0,51 0,61]
8		B1	11,21°	[-0,69 0,24 0,69]
9	(1 $\bar{1}$ 1)	B3	52,53°	[-0,21 0,65 0,73]
10		B2	50,60°	[-0,56 0,46 0,68]
11		B1	13,51°	[-0,06 0,55 0,84]
12		B3	57,42°	[-0,20 0,66 0,72]
13		B1	13,51°	[-0,55 0,06 0,84]
14		B3	50,60°	[-0,46 0,56 0,68]
15	( $\bar{1}$ 11)	B2	55,57°	[-0,66 0,24 0,71]
16		B1	16,22°	[-0,68 0,26 0,68]
17		B3	51,38°	[-0,64 0,41 0,64]
18		B2	50,71°	[-0,67 0,26 0,70]
19		B3	52,53°	[-0,65 0,21 0,73]
20		B2	57,42°	[-0,66 0,20 0,72]
21	(11 $\bar{1}$ )	B1	19,11°	[-0,21 0,00 0,98]
22		B3	50,71°	[-0,26 0,67 0,70]
23		B2	55,57°	[-0,24 0,66 0,71]
24		B1	19,08°	[-0,17 0,00 0,99]

#### 4.3.2 Morfologia e subestrutura da martensita

Em aços com baixo teor de carbono, a martensita apresenta morfologia em ripas [56]. Morito e colaboradores [9,11] e Kitahara e colaboradores [10] introduziram a hierarquia cristalográfica da martensita em ripas com base na relação de orientação K-S. O grão austenítico é dividido em vários pacotes e cada pacote é subdividido em blocos. Os pacotes são grupos de ripas com o mesmo plano de hábito e os blocos são de grupos de ripas com a mesma variante. Os blocos ainda podem apresentar ripas com combinações específicas de duas variantes, formando regiões locais denominadas de sub-blocos. Os contornos de sub-blocos apresentam regra específica que consiste em eixo de rotação de  $\langle 011 \rangle$  e ângulo de  $10,53^\circ$ . No interior

de um bloco, as ripas apresentam diferença de orientação de baixo ângulo [9–11]. A Figura 4.8 apresenta hierarquia cristalográfica da martensita por meio de um desenho esquemático e do mapa de orientação [9,10].

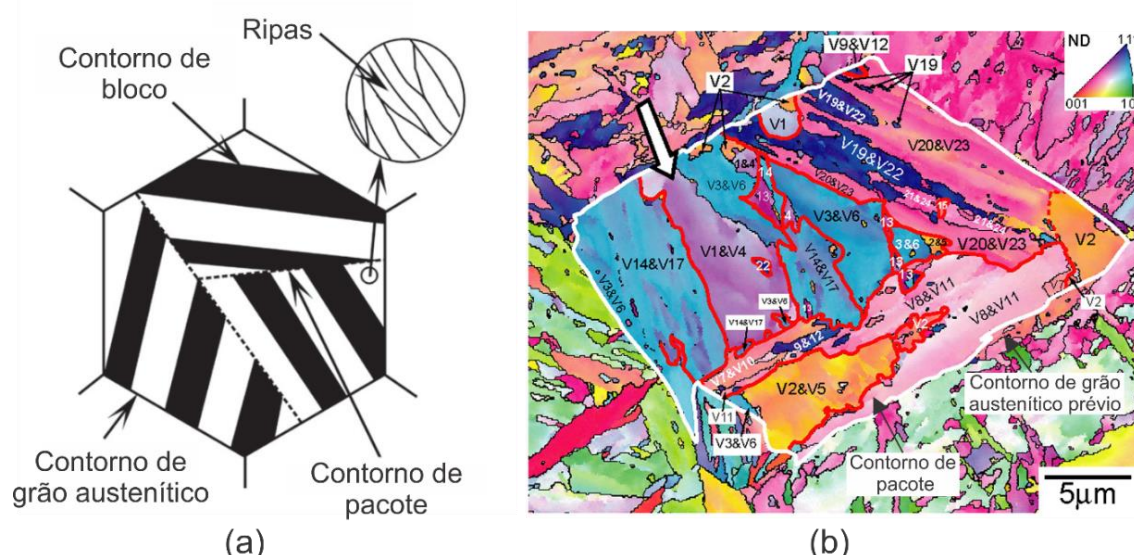


Figura 4.8: Hierarquia cristalográfica da martensita: (a) desenho esquemático e (b) mapa de orientação de um de um aço carbono com 0,2%C. Fonte: adaptado de [10].

A formação das seis variantes com fração volumétrica igual no interior do pacote reduz a deformação de forma da transformação martensítica. Além disso, a formação de sub-blocos também pode ser relacionada à minimização da deformação de forma e pode apresentar origem em mecanismos específicos de nucleação e em crescimento das ripas [11].

A formação das variantes tem sido caracterizada com base nos grupos CP, nos grupos Bain e na fração do comprimento de contorno da variante V1 e as demais variantes. A formação de contornos do par de variante V1/V4 associada à formação de sub-blocos afeta o refinamento da microestrutura e as propriedades mecânicas [15,23,67]. Portanto, a fração dos contornos dos pares de variantes e a configuração dos pares de variantes são importantes para o entendimento da microestrutura martensítica e das propriedades mecânicas [23].

A determinação da relação de orientação que descreve a transformação martensítica em aços é essencial para a caracterização da diferença de orientação dos contornos de sub-blocos e blocos e das propriedades mecânicas [22,23,67]. Por meio das orientações obtidas em mapeamento de EBSD e da reconstrução da austenita, a orientação dos grãos austeníticos e as características da morfologia da martensita são obtidas com maior precisão para a relação de orientação de cada mapeamento [64,68].

#### **4.4 Influência da temperatura de austenitização e do teor de carbono na microestrutura martensítica**

A temperatura de austenitização e a composição química dos aços inoxidáveis martensíticos afetam a dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$ , a temperatura  $M_i$ , o tamanho de grão austenítico prévio e a fração de austenita retida [24–28]. De acordo com Tsai *et al.* [25], a redução da temperatura  $M_i$  ocorre com o aumento da temperatura de austenitização para a mesma taxa de resfriamento devido à maior ou completa dissolução dos carbonetos (enriquecimento em carbono da matriz austenítica) em aços inoxidáveis martensíticos. Além disso, os carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  inibem o crescimento dos grãos austeníticos durante o processo de austenitização [26,27].

Wu *et al.* [15] relataram um aumento dos contornos dos pares de variantes V1/V2 e V1/V6 com a diminuição no tamanho de grão austenítico prévio de 8,4  $\mu m$  como resultado da redução de 40 °C na temperatura de austenitização em um aço de alta resistência e baixa liga. Os autores sugeriram que a transição da formação de pares de variantes com baixa diferença de orientação para pares de variantes com alta diferença de orientação está relacionada com o aumento da força motriz da transformação. Portanto, o refinamento de grão da microestrutura composta por bainita e martensita foi observado para menores temperaturas de austenitização. O aumento da resistência da austenita à deformação plástica por meio do refinamento de grão austenítico causa diminuição da temperatura  $M_i$  [69–71]. Além disso, a acomodação plástica da deformação de forma é dificultada [15,71].

A influência do refinamento de grão austenítico prévio na microestrutura martensítica tem sido observada em várias pesquisas com aços carbono. Esses estudos relatam a redução do tamanho do pacote e da largura do bloco com o refinamento de grão austenítico prévio, enquanto que a largura da ripa permanece constante [12,13,16,20,21]. Morito e colaboradores [12] investigaram o efeito do tamanho de grão austenítico prévio no tamanho do pacote e na largura do bloco em aços com Fe-0,2%C e Fe-0,2%C-2%Mn (Figura 4.9). O manganês não influenciou na redução do tamanho do pacote com o aumento do tamanho de grão austenítico prévio. A largura do bloco apresentou aumento linear no aço Fe-0,2%C-2%Mn. Já no aço com Fe-0,2%C, a largura do bloco foi constante para valores de tamanho de grão austenítico prévio maiores que 200  $\mu\text{m}$ . De acordo com os autores, a menor inclinação da reta observada para o aço Fe-0,2%C-2%Mn aconteceu devido à maior resistência da austenita (manganês em solução sólida), à menor temperatura  $M_i$  e ao alívio da deformação de forma por meio da autoacomodação.

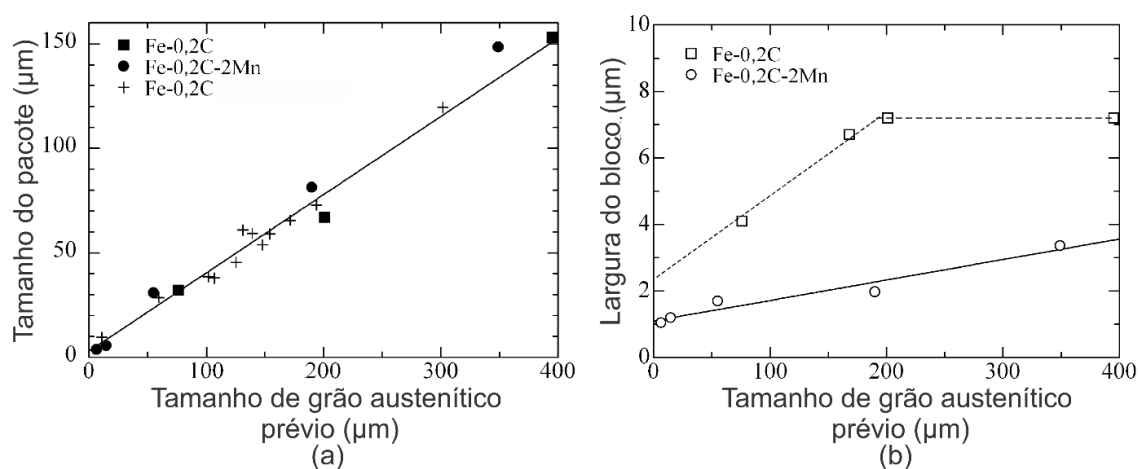


Figura 4.9: Efeito do tamanho de grão austenítico prévio no (a) tamanho do pacote e (b) na largura do bloco em aços com Fe-0,2%C e Fe-0,2%C-2%Mn. Fonte: adaptado de [12].

O aumento do teor de carbono em solução sólida apresenta efeito contrário na microestrutura martensítica em relação à temperatura de austenitização. A influência do teor de carbono na formação de contornos dos pares de variantes também tem sido analisada com base no mecanismo de acomodação da deformação de forma durante a transformação martensítica [9,14,22,72].



Morito e colaboradores [9] analisaram a influência da porcentagem de carbono na morfologia e nos aspectos cristalográficos das ripas de martensita em aços com 0,0026%C a 0,61%C após a têmpera (Figura 4.10). Conforme os autores, houve a diminuição do tamanho dos pacotes e da largura dos blocos com o aumento do teor de carbono. Os resultados apresentados mostraram a presença de três blocos com combinações específicas de duas variantes (sub-blocos) no interior dos pacotes nos aços com 0,0026%C a 0,38%C. Já o aço com 0,61%C apresentou blocos com as seis variantes distribuídos no interior dos pacotes. Os autores sugeriram que as ripas são formadas por autocatálise em blocos de maior largura e significativa acomodação plástica acontece na matriz austenítica em aços com baixo teor de carbono. A autocatálise é a nucleação repetida das ripas na interface martensita/austenita para reduzir as deformações elástica e plástica em torno da austenita geradas no primeiro evento de nucleação. Por outro lado, a deformação de forma não pode ser aliviada por meio da acomodação plástica em aços com alto teor de carbono e a autoacomodação ocorre mais extensivamente [9].

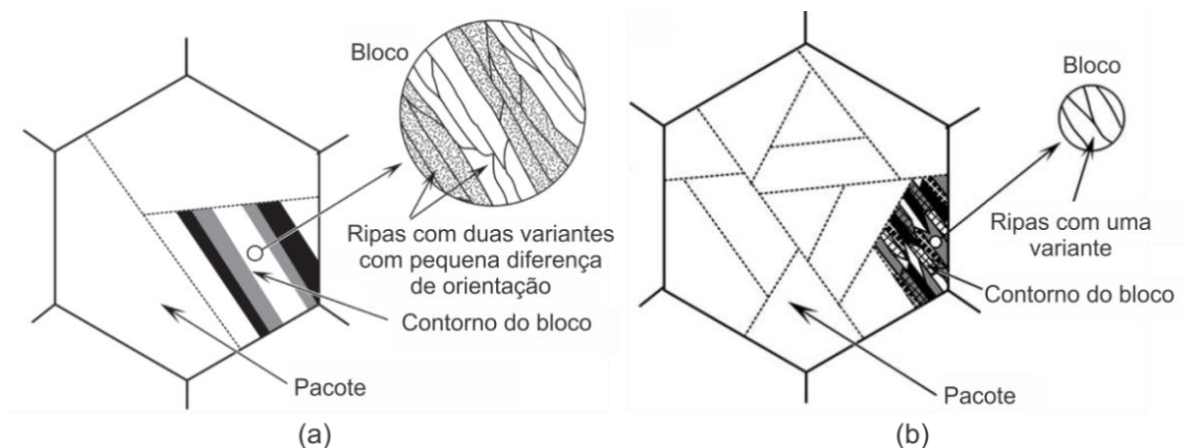


Figura 4.10: Representação esquemática da morfologia das ripas de martensita em aços (a) baixo carbono (0-0,4%C) e (b) alto carbono (0,6%C). Fonte: adaptado de [9].

Stormvinter e colaboradores [14] avaliaram o efeito do teor de carbono na formação de contornos dos pares de variantes em aços carbono com 0,0023%C (livre de intersticiais) a 1,80%C por meio da técnica de EBSD (Figura 4.11). De acordo com os autores, o aumento do teor de carbono teve pronunciado impacto na microestrutura, na morfologia da martensita e na fração de contornos dos pares de variantes. O aço com 0,0023%C apresentou três blocos, cada um contendo dois sub-blocos e maior



fração de comprimento de contornos V1/V4. A alta fração de contornos do par de variantes V1/V8 ocorreu devido ao pequeno desvio dos contornos dos pares de variantes V1/V4 e V1/V8, levando à identificação dos contornos V1/V4 como V1/V8. A formação de seis variantes lado a lado no interior do pacote e o aumento da fração de comprimento de contornos V1/V2 (CSL  $\Sigma 3$ ) ocorreram com o acréscimo do teor de carbono até 0,75%. Os autores reportaram que existe uma tendência da redução da formação de pares de variantes com baixa diferença de orientação (formação de sub-blocos) com o incremento do teor de carbono. Takayama *et al.* [72] relataram que as mudanças microestruturais observadas por Stormvinter *et al.* [14] ocorrem devido ao aumento da força motriz da transformação (redução da temperatura  $M_i$ ).

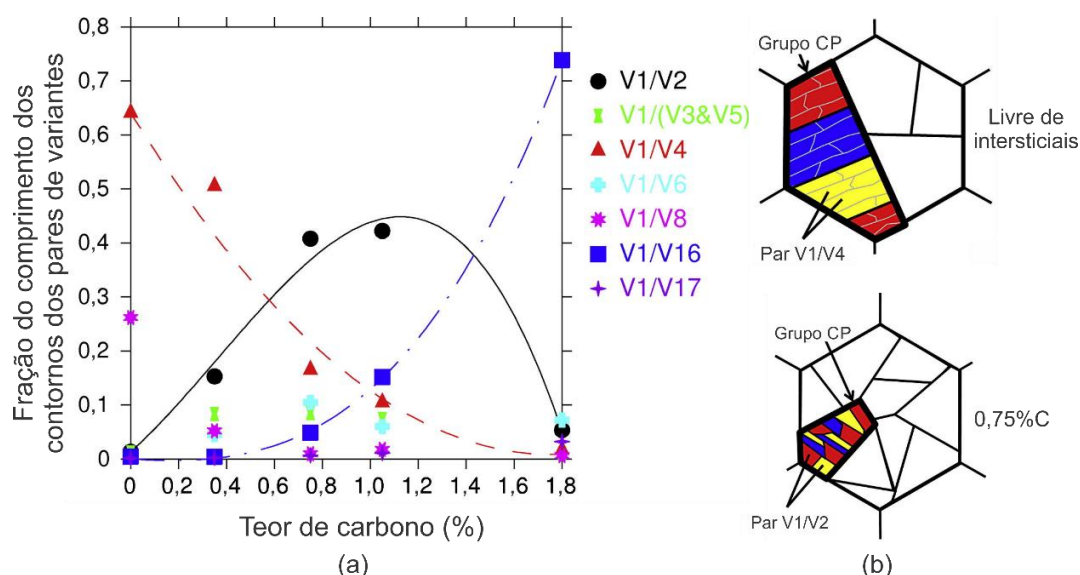


Figura 4.11: Efeito do teor de carbono (a) na fração de contornos dos pares de variantes e (b) na microestrutura da martensita. Fonte: adaptado de [14].

## 4.5 Influência da microestrutura martensítica nas propriedades mecânicas

### 4.5.1 Plasticidade da martensita

O escorregamento cristalográfico no interior da ripa acontece devido à ativação de sistemas de escorregamento no plano de hábito (*in-lath-habit-plane slip systems*), considerando os sistemas de escorregamento  $\{110\}\langle 111\rangle$  e  $\{112\}\langle 111\rangle$  da estrutura cristalina CCC e as restrições geométricas da ripa. O escorregamento no plano de hábito  $\{110\}$  com duas possíveis direções de escorregamento  $\langle 111\rangle$  ocorre paralelo

à interface da ripa. A tensão de cisalhamento resolvida crítica dos sistemas de escorregamento no plano de hábito da ripa é significativamente menor em relação aos sistemas de escorregamento fora do plano de hábito da ripa (*out-lath-habit-plane slip systems*) [73,74].

Os contornos dos pacotes e dos blocos atuam como barreira para a movimentação de discordâncias quando o sistema de escorregamento ativado é fora do plano de hábito da ripa, cruzado com os contornos dos blocos [74]. Portanto, os contornos dos pacotes e dos blocos promovem o aumento da resistência mecânica da martensita [74–76]. Shibata *et al.* [75] e Du *et al.* [76] reportaram o maior efeito dos contornos de blocos no aumento da resistência em relação aos contornos de sub-blocos. Os estudos analisaram a plasticidade da martensita por meio de testes de microtração e de microdobramento [73–76]. A Figura 4.12 apresenta os resultados de microdobramento de amostras com contornos de bloco e de sub-bloco obtidos por Shibata *et al.* [75].

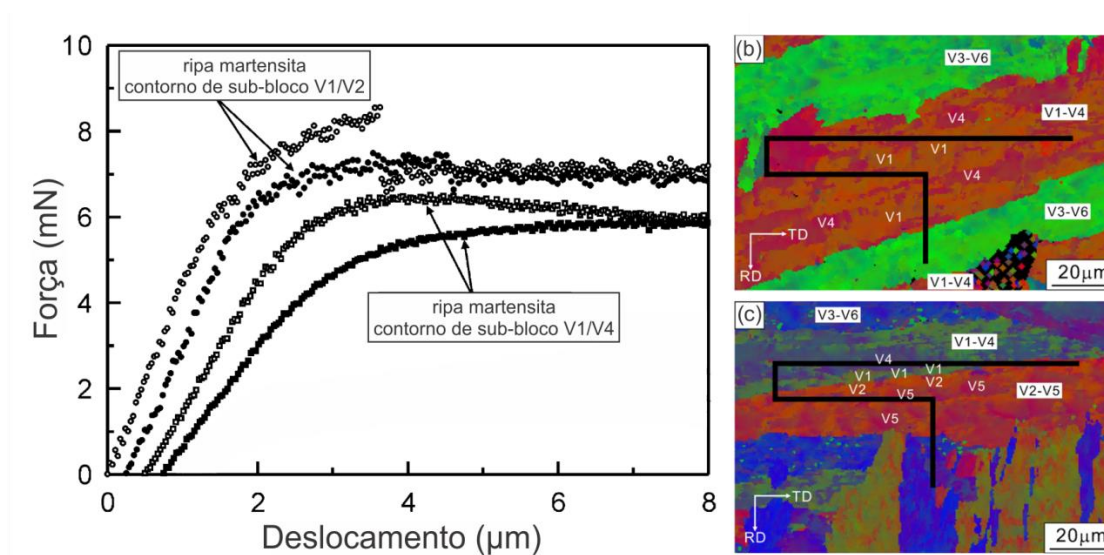


Figura 4.12: (a) Curvas força-deslocamento das amostras com contornos de bloco e sub-bloco. Mapas de orientação com a indicação da região de retirada da amostra para ensaio de microdobramento por meio da técnica de feixe de íons focalizados: (b) contorno de sub-bloco e (b) contorno de bloco. Fonte: adaptado de [75].

#### 4.5.2 Tamanho do pacote e largura do bloco

Relatos na literatura afirmam que o tamanho de grão austenítico prévio, o tamanho do pacote e a largura do bloco influenciam o limite de escoamento convencional 0,2% dos aços martensíticos usando ensaio de tração de amostras padrão [8,12,13,16,77,78]. Os primeiros estudos reportaram essa correlação em função do tamanho de grão austenítico prévio e tamanho do pacote devido à impossibilidade de determinação da largura do bloco por meio de microscopia ótica [13,77,78]. A Equação Hall-Petch mostra o efeito do tamanho de grão no limite de escoamento de acordo com:

$$\sigma_e = \sigma_0 + K_{HP}d^{-1/2} \quad (3),$$

em que  $\sigma_e$  é o limite de escoamento,  $\sigma_0$  e  $K_{HP}$  são constantes e  $d$  é o tamanho de grão [79].

De acordo com Morito e colaboradores [12] e Zhang e colaboradores [13], o limite de escoamento aumenta com a redução do tamanho do pacote e da largura do bloco de acordo com Equação Hall-Petch. Os autores ainda ressaltaram que a largura do bloco é o parâmetro principal na relação entre microestrutura e resistência dos aços baixo carbono. A Figura 4.13 apresenta os resultados do efeito do tamanho do pacote e da largura do bloco no limite de escoamento para os aços com 0,2%C-2%Mn e 0,2%C obtidos por Morito e colaboradores [12] e Swarr e colaboradores [78], respectivamente. As inclinações da equação Hall-Petch da largura do bloco obtida para ambos os aços com 0,2%C foram próximas, 0,85 MPa m<sup>1/2</sup> e 0,72 MPa m<sup>1/2</sup> para as ligas Fe-0,2%C e Fe-0,2%C-2%Mn, respectivamente.

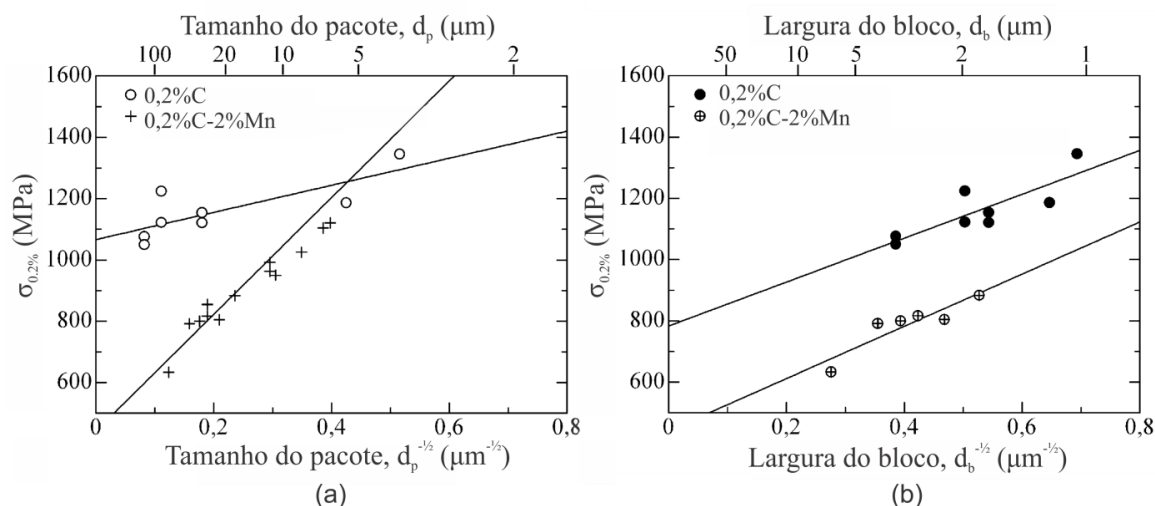


Figura 4.13: Relação Hall-Petch entre o limite de escoamento e (a) o tamanho do pacote e (b) a largura do bloco dos aços com 0,2%C-2%Mn e 0,2%C. Fonte: adaptado de [12].

A Figura 4.14 apresenta o efeito do tamanho do pacote e da largura do bloco no limite de escoamento de um aço martensítico com 0,25%-1,83%(Cr+Mo+V) após têmpera obtido por Zhang e colaboradores [13] e também inclui os resultados obtidos por Morito e colaboradores [12]. A inclinação da reta observada para o aço com 0,25%C e 1,83%(Cr+Mo+V) foi menor em relação ao aço com 0,2%C e 2%Mn. De acordo com os autores, a influência do refinamento da microestrutura martensítica no limite de escoamento é menor no aço com 0,25%C-1,83%(Cr+Mo+V) devido ao maior efeito do endurecimento intersticial e substitucional.

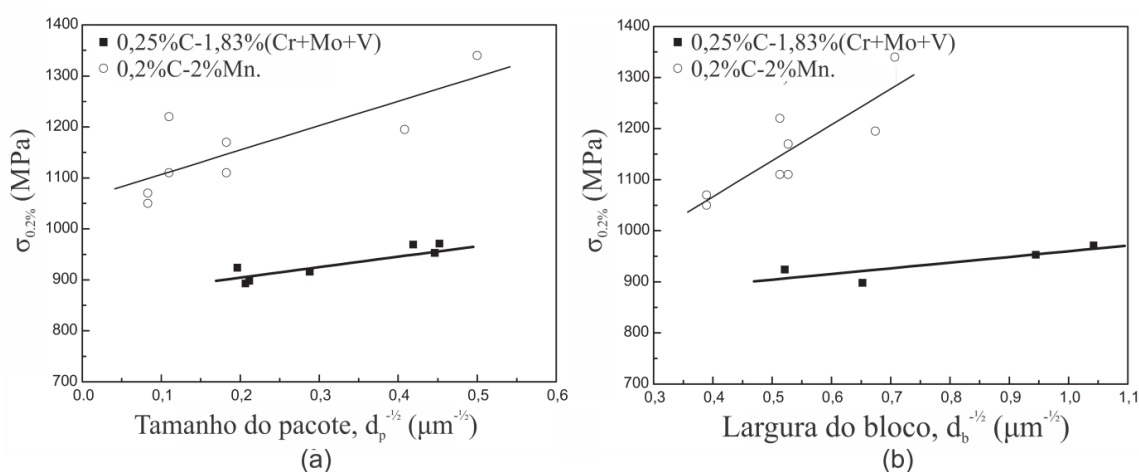


Figura 4.14: Relação Hall-Petch entre o limite de escoamento e (a) tamanho do pacote e (b) largura do bloco de aços martensíticos com 0,25%C-1,83%(Cr+Mo+V) e 0,2%C-2%Mn. Fonte: adaptado de [91].

## CAPÍTULO 5: METODOLOGIA

### 5.1 Materiais

Os materiais utilizados para a pesquisa foram os aços inoxidáveis martensíticos AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 produzidos pela empresa Aperam South America (Timóteo, Brasil). Para o aço AISI 420, foram utilizadas amostras com teores de carbono de 0,196% e 0,335%. A Tabela 5.1 apresenta a composição química dos aços fornecida pela referida indústria.

Tabela 5.1: Composição química dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 (% em massa). Fonte: criada pela autora.

	C	N	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	P	S
AISI 410	0,014	0,015	0,552	0,505	11,06	0,310	0,008	0,030	0,024	0,0007
AISI 420	0,196	0,010	0,179	0,201	12,18	0,112	0,014	0,026	0,029	0,0005
	0,335	0,011	0,351	0,347	12,26	0,131	0,005	0,030	0,027	0,001
EN 1.4116	0,421	0,059	0,341	0,425	14,36	0,124	0,521	0,104	0,017	0,0004

### 5.2 Processamento termomecânico

A amostragem foi realizada após os processos industriais de laminação a quente e de recozimento em caixa. As espessuras das amostras dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,196%C, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 foram 5,00 mm, 5,00 mm, 4,55 mm e 4,00 mm, respectivamente. Os processos de laminação a frio, de recozimento e de têmpera das amostras foram realizados em escala laboratorial. O recozimento e a austenitização foram realizados em fornos resistivos estacionários sem atmosfera controlada, a partir de amostras com dimensões de 280x100 mm. A temperatura e o tempo de aquecimento no tratamento térmico foram monitorados por meio de um termopar do tipo K fixado na região central das amostras. No recozimento, as amostras foram resfriadas ao ar. No processo de têmpera, o resfriamento das

amostras foi realizado sob jato de ar forçado. O tratamento termomecânico será apresentado na sequência dos resultados.

A partir das amostras da bobina laminada a quente, realizou-se a laminação a frio com 50% de redução dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116. Em seguida, as amostras do aço AISI 410 foram recozidas com temperatura de encharque de 795 °C e tempo de encharque de 30 s e 5 h. O recozimento dos aços AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 foi realizado com temperatura de encharque de 770 °C e tempo de encharque de 30 s e 5 h. As temperaturas de recozimento e tempo de encharque de 30 s simulam o processo industrial dos respectivos aços.

As amostras da bobina laminada a quente do aço AISI 420 com 0,196%C foram laminadas a frio com 50% de redução. Em seguida, as amostras foram recozidas com temperatura de encharque de 795 °C e tempo de encharque de 30 s e 5 h. Portanto, foram produzidas três condições anteriores à têmpera: amostras após laminação a frio, amostras após laminação a frio e recozimento com tempo de encharque de 30 s e amostras após laminação a frio e recozimento com tempo de encharque de 5 h. Os tempos de encharque de 30 s e 5 h simulam os respectivos processos industriais de recozimento contínuo e de recozimento em caixa. Amostras das três condições iniciais foram austenitizadas a 950 °C, 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C com tempo de encharque de 5 min e temperadas. A identificação das amostras é apresentada na Tabela 5.2.

Tabela 5.2: Identificação das amostras adotada. Fonte: criada pela autora.

Amostra	Processamento termomecânico
LF	Laminação a frio
LF-A-T	Laminação a frio, austenitização a 1050 °C e têmpera
LF-R(30 s)	Laminação a frio e recozimento com tempo de encharque de 30 s
LF-R(30 s)-A-T	Laminação a frio, recozimento com tempo de encharque de 30 s, austenitização a 1050 °C e têmpera
LF-R(5 h)	Laminação a frio e recozimento com tempo de encharque de 5 h
LF-R(5 h)-A-T	Laminação a frio, recozimento com tempo de encharque de 5 h, austenitização a 1050 °C e têmpera

As amostras da bobina laminada a quente dos aços AISI 420 com 0,335%C foram laminadas a frio com 50% de redução. As amostras foram austenitizadas a 950 °C, 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C com tempo de encharque de 5 min. Em seguida, as amostras foram temperadas e revenidas a 250 °C por 2 h.

### 5.3 Thermo-calc©

O programa Thermo-calc© acoplado com a base de dados TCFE-11 foi utilizado para realização da previsão de formação de possíveis fases em função da temperatura e da composição química da amostra do aço AISI 420 com 0,196%C deste trabalho, conforme Tabela 5.1.

### 5.4 Caracterização

A caracterização das amostras foi realizada por meio das técnicas de microscopia ótica, difração de raios-X, difração de elétrons retroespalhados (EBSD), difração de elétrons retroespalhados (EBSD) combinada com espectroscopia de energia dispersiva (EDS), dilatométrica, ensaio de tração e dureza. A Tabela 5.3 apresenta a relação das técnicas que foram utilizadas.

Tabela 5.3: Técnicas de caracterização empregadas. Fonte: criada pela autora.

Capítulo	Técnicas de análise
6.1	Microscopia ótica, difração de raios-X (análise de fase e textura), EBSD, EBSD combinado com EDS
6.2	Microscopia ótica, EBSD, ensaios de dureza e tração
6.3	Microscopia ótica, dilatométrica, difração de raios-X (análise de fase), EBSD, ensaios de dureza e tração

#### 5.4.1 Análise por microscopia ótica

As amostras para caracterização microestrutural foram preparadas seguindo os procedimentos padrões de preparação metalográfica de corte, embutimento, lixamento com lixas de grana de 120, 220, 320, 500 e 600 e polimento com suspensão de diamante nos panos de 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ . O ataque químico por imersão em reativo Villela durante 50 s foi realizado para revelar a microestrutura ferrítica. O ataque químico por imersão em reativo Groesberck durante 40 s foi realizado para revelar apenas os carbonetos. As amostras foram analisadas na seção longitudinal à DL, ao longo da espessura em um microscópio ótico da marca LEICA equipado com uma câmera digital com resolução de 640 x 480 pixels e programa analisador de imagens Leica MW versão 3.1.

A fração de carbonetos foi determinada com o auxílio do programa Bueeler OmmiMet a partir de medidas realizadas ao longo da espessura na seção longitudinal.

#### 5.4.2 Dilatometria

Amostras de 4 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento do aço inoxidável AISI 420 com 0,335%C foram testadas em um dilatômetro DIL 805 A/D (TA Instruments) sob vácuo de  $5 \times 10^{-4}$  mbar. O aquecimento foi realizado por indução e o resfriamento foi controlado com injeção de gás hélio 5.0 analítico. A taxa de aquecimento foi de 3 °C/s e as taxas de resfriamento foram de 20 °C/s, 10 °C/s e 5 °C/s a partir da temperatura



de austenitização até 800 °C, de 800 °C até 500 °C e de 500 °C até -100 °C, respectivamente. As taxas de resfriamento visaram reproduzir o tratamento térmico realizado em laboratório. A temperatura  $M_i$  e a temperatura final ( $M_f$ ) da transformação martensítica foram determinadas a partir das mudanças na inclinação da variação relativa do comprimento dos corpos de prova em função da temperatura. A regra da alavanca foi utilizada para a determinação da fração de austenita retida [80].

#### *5.4.3 Difração de raios-X: macrotextura e análise dos carbonetos por técnica de dissolução*

A técnica de difração de raios-X foi utilizada para determinar a macrotextura da superfície e o centro da espessura das amostras. As amostras foram cortadas com dimensão de 50 x 50 mm, lixadas e atacadas com uma solução de HNO<sub>3</sub> (12%) e HF (3%) na temperatura de aproximadamente 55 °C. As análises foram realizadas em um difratômetro X'Pert PRO MPD da marca *Philips*, equipado com um goniômetro Theta-Theta de alta performance e berço de textura ATC-3 Prefix. A função de distribuição de orientação cristalina foi calculada a partir das figuras de polo incompletas dos planos (110), (200) e (211).

A solução química Berzelius (320 g de cloreto cúprico dihidratado, 280 g de cloreto de potássio, 20 g de ácido tartárico, 1,85 litros de água destilada e 150 mL de ácido clorídrico) foi utilizada na técnica de dissolução química dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 para extração dos carbonetos a partir das amostras após recozimento. A dissolução química de aproximadamente 2 g das amostras foi feita à temperatura ambiente em um béquer com 300 mL da solução sob agitação magnética por 6 h. A filtração foi realizada utilizando uma membrana amorfa. Em seguida, a membrana foi lavada com água destilada e secada em estufa aquecida a 100 °C.

A análise de difração de raios-X dos carbonetos extraídos pela técnica de dissolução e a quantificação da austenita retida foram feitas utilizando o equipamento da marca *Rigaku* com anodo de molibdênio passo de 0,02°. A coleta foi realizada entre os ângulos  $2\theta$  de 10° a 40° para análise dos carbonetos. A identificação das fases foi

feita por comparação com padrões pré-determinados usando o método de Hanawalt [81–83] e banco de dados PDF-2 (*Powder Diffraction File*) editado e publicado pelo ICDD (*International Center for Diffraction Data*). A quantificação da austenita retida foi realizada com base na área integrada utilizando a função Pseudvoid. Nesse caso, a coleta foi realizada entre os ângulos  $2\theta$  de  $15^\circ$  a  $80^\circ$ .

#### 5.4.4 Análise por EBSD

A preparação das amostras para a análise de EBSD seguiu o mesmo procedimento para microscopia ótica até a etapa de polimento. Em seguida, as amostras foram polidas em solução contendo 10 mL de DP *Lubrificant Blue* e 30 mL de sílica coloidal. As análises foram realizadas na seção longitudinal em um MEV de alta resolução (*Field Emission Gun* – FEG) da marca FEI e modelo Quanta 250 equipado com sistema EDAX. O passo (*step*) usado nas análises das amostras na condição ferrítica variou entre  $0,07\ \mu\text{m}$  a  $2\ \mu\text{m}$ . As amostras temperadas foram mapeadas com o passo de  $0,1\ \mu\text{m}$ .

Os dados obtidos foram analisados usando o programa OIM Analysis™ -TSL-EDAX. Os pontos nos mapeamentos com índice de confiança (CI) abaixo de 0,095 foram desconsiderados na análise.

O procedimento de *clean up* não foi utilizado nos mapeamentos na condição ferrítica. As indexações obtidas nos mapeamentos foram superiores a 86,6%. Nos mapeamentos das amostras na condição martensítica, foram utilizados *neighbor CI correlation* e *grain dilatation* (tolerância de grão de  $5^\circ$  e tamanho de grão mínimo de 3 pontos) no procedimento de *clean up*. As indexações dos mapas das amostras na condição martensítica foram superiores a 83,3%.

O tamanho de grão das amostras na condição ferrítica foi medido por meio da divisão da área total mapeada em 10 campos. Os grãos das bordas dos mapas não foram incluídos na determinação do tamanho de grão médio. O número mínimo de grãos analisados foi de 1206.

A diferença local de orientação foi avaliada por meio dos mapas de *kernel average misorientation* (KAM). O KAM é definido como a diferença de orientação média de um dado ponto em relação a um número definido de vizinhos [84]. A diferença de orientação máxima e o tamanho do *kernel* foram indicados em cada mapa.

Os sistemas de escorregamento das bandas de deformação foram determinados por meio do MTEX 5.7.0 *toolbox* e do programa MATLAB. A orientação média foi determinada no programa OIM Analysis™. Foram considerados os sistemas de escorregamento  $\{110\}\langle 111\rangle$ ,  $\{112\}\langle 111\rangle$  e  $\{123\}\langle 111\rangle$  para a deformação por laminação, conforme o código apresentado no Anexo A. Os mapas com fator de Taylor foram determinados no software OIM Analysis™ considerando os mesmos sistemas de escorregamento para deformação por laminação.

#### 5.4.5 EBSD combinado com EDS

Os mapas de microtextura e dos elementos C, Cr e Fe das amostras dos aços AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a frio foram coletados simultaneamente por meio de EBSD e EDS. Os mapeamentos foram realizados para as fases ferrita e  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , com passo de 70 nm na região central.

A combinação dos dados cristalográficos e da composição química foi feita por meio da ferramenta *Chi Scan (chemical assisted indexing)* do programa TEAM da EDAX. A identificação da composição química da ferrita e do carboneto  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  foi realizada por meio do método *ROI PCA –“region of interested e principal component analysis*. Nesse método, os picos individuais do espectro são utilizados na análise. A

identificação da composição química das fases foi feita por meio da média dos espectros de 4 x 4 pontos e tolerância de 65%.

#### 5.4.6 *Reconstrução da austenita*

A determinação da relação de orientação e a reconstrução da austenita foram realizadas por meio do MTEX 5.7.0 *toolbox* inserido no programa MATLAB, conforme código apresentado no Anexo B. O desvio angular médio da diferença de orientação entre as variantes do dado experimental e a relação de orientação cristalina teórica (K-S, G-T e N-W) foi calculado de acordo com o código apresentado no ANEXO C. A diferença de orientação entre os pares variantes considerando a variante 1 como referência foi calculada conforme código apresentado no ANEXO D. A determinação das frações de contornos dos pares de variantes foi realizada no programa OIM Analysis™ -TSL-EDAX.

#### 5.4.7 *Identificação das variantes, pacotes e grupos Bain*

As variantes, pacotes e grupos Bain foram identificados com base nas orientações da austenita reconstruída e da martensita. O procedimento foi realizado para cada ponto dos mapeamentos da austenita reconstruída e da martensita utilizando a função “*variant*” do MTEX. A diferença de orientação crítica adotada para a austenita foi de 2°. O código para identificação das variantes é apresentado no ANEXO E. Após a identificação das variantes, os pacotes e grupos Bain também foram identificados. Neste caso, a diferença de orientação crítica adotada para austenita foi de 10°. O código para a determinação dos pacotes e grupos Bain são apresentados no ANEXO F e ANEXO G, respectivamente.

#### 5.4.8 Diferença de orientação entre pares variantes

A ordem das variantes adotada nesta Tese foi realizada de acordo com o estudo de Morito *et al.* [9]. A Figura 5.1 apresenta a divisão de um grão austenítico em pacotes e nos grupos Bain. A figura de polo (001) com as variantes também é mostrada na Figura 5.1 considerando a orientação da austenita  $\{001\}\langle 100\rangle$ . A Tabela 5.4 mostra a diferença de orientação de pares de variantes no interior do grupo CP1 e do grupo Bain 1, de acordo com a relação de orientação G-T, Tabela 4.3 [65].

No interior de um bloco, a diferença de orientação entre o par de variantes V1/V4 é  $5,02^\circ$ , ou seja, um contorno de sub-bloco. Conforme observado nas figuras de polo (Figura 5.1), a diferença de orientação entre o par de variantes V1/V4 representa a diferença de orientação entre todos os pares de variantes com a menor diferença de orientação, como por exemplo V2/V5, V3/V6, V7/V10 e V9/V12, devido à simetria. Por outro lado, os contornos formados entre os blocos são de alto ângulo, por exemplo, V1/V2, V1/V4 e V1/V6. As variantes dos grupos CP2, CP3 e CP4 apresentam diferenças de orientação iguais ao grupo CP1 devido à simetria cristalina (Figura 5.1). A mesma conclusão pode ser realizada para contornos entre variantes que pertencentes ao mesmo grupo Bain. Os sub-blocos e pares de variantes exibem diferença de orientação inferior a  $20^\circ$  no interior de um grupo Bain. Além disso, um pacote pode apresentar os três grupos Bain. Os demais pares de variantes (V1/V7 até V1/24) representam contornos de pacotes distintos (Tabela 4.3). A menor diferença de orientação observada entre pares de variantes de pacotes distintos é de  $11,02^\circ$  (contorno de baixo ângulo).

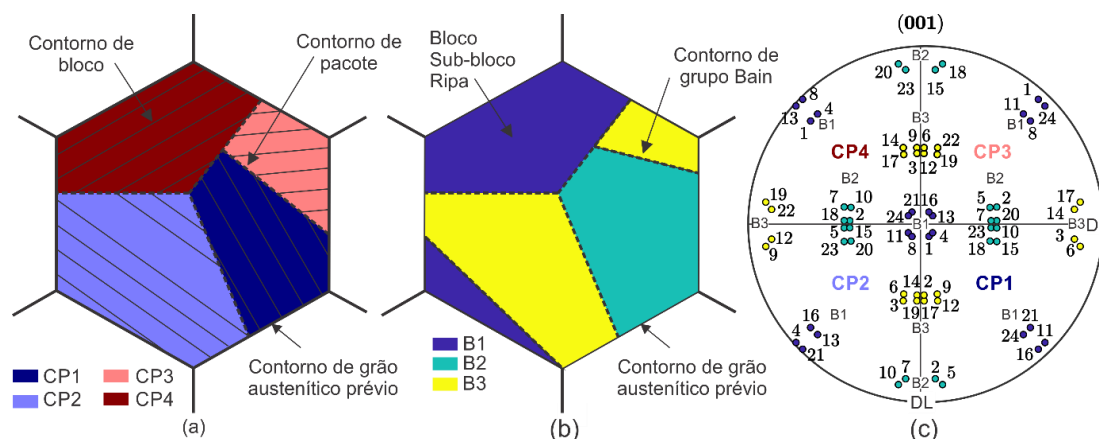


Figura 5.1: Subdivisão de um grão austenítico em (a) pacotes e (b) grupos Bain. (c) Figura de polo (001) com as variantes considerando a orientação da austenita  $\{001\}\langle 100 \rangle$ . Fonte: criada pela autora.

Tabela 5.4: Diferença de orientação de pares de variantes no interior do grupo CP1 e do grupo Bain 1 de acordo com a relação de orientação G-T. Fonte: criada pela autora.

	Pares de Variantes	Eixo ângulo de rotação	Tipo de contorno
CP1	V1/V4, V2/V5, V3/V6	$5,02^\circ \langle 0,67 \ 0 \ 0,74 \rangle$	Sub-bloco
	V1/V3, V3/V5, V5/V1, V2/V4, V4/V6, V6/V2	$60,00^\circ \langle 0,01 \ 0,71 \ 0,71 \rangle$	
	V1/V6, V3/V2, V5/V4	$54,98^\circ \langle 0,71 \ 0,01 \ 0,71 \rangle$	Bloco
	V1/V2, V3/V4, V5/V6	$60,23^\circ \langle 0,53 \ 0,55 \ 0,65 \rangle$	
Bain 1	V1/V4, V8/V11, V13/V16, V21/V24	$5,02^\circ \langle 0,67 \ 0 \ 0,74 \rangle$	
	V1/V8, V4/V13, V11/V24, V16/V21	$11,21^\circ \langle 0,69 \ 0,24 \ 0,68 \rangle$	
	V1/V11, V1/V13, V4/V16, V4/V18, V21/V11, V21/V13, V24/V16, V24/V8	$13,51^\circ \langle 0,06 \ 0,54 \ 0,84 \rangle$	
	V1/V16, V4/V11, V8/V21, V13/V24	$16,21^\circ \langle 0,69 \ 0,26 \ 0,68 \rangle$	Grupo Bain
	V1/V24, V4/V21, V8/V13, V11/V16	$19,07^\circ \langle 0,16 \ 0 \ 0,98 \rangle$	
	V1/V21, V4/V24, V8/V26, V11/V13	$19,11^\circ \langle 0,21 \ 0 \ 0,90 \rangle$	

#### 5.4.9 Largura do bloco

A largura do bloco ( $d_b$ ) foi medida com base na largura aparente do bloco ( $d'_b$ ) observada nos mapeamentos de EBSD e na inclinação do plano de hábito das ripas, de acordo com a Equação 4 reportada por Morito *et al.* [12]:

$$d_b = d'_b \cos \theta'$$

$$d_b = d'_b \sin(90^\circ - \theta')$$

$$d_b = d'_b \sin \theta \quad (4),$$

em que  $\theta$  é o ângulo entre a direção normal ao plano de hábito e a direção normal do cristal em relação à superfície da amostra, conforme Figura 5.2. Portanto, o ângulo  $\theta$  é calculado por meio do produto escalar dessas duas direções dividido pela soma do módulo das duas direções.

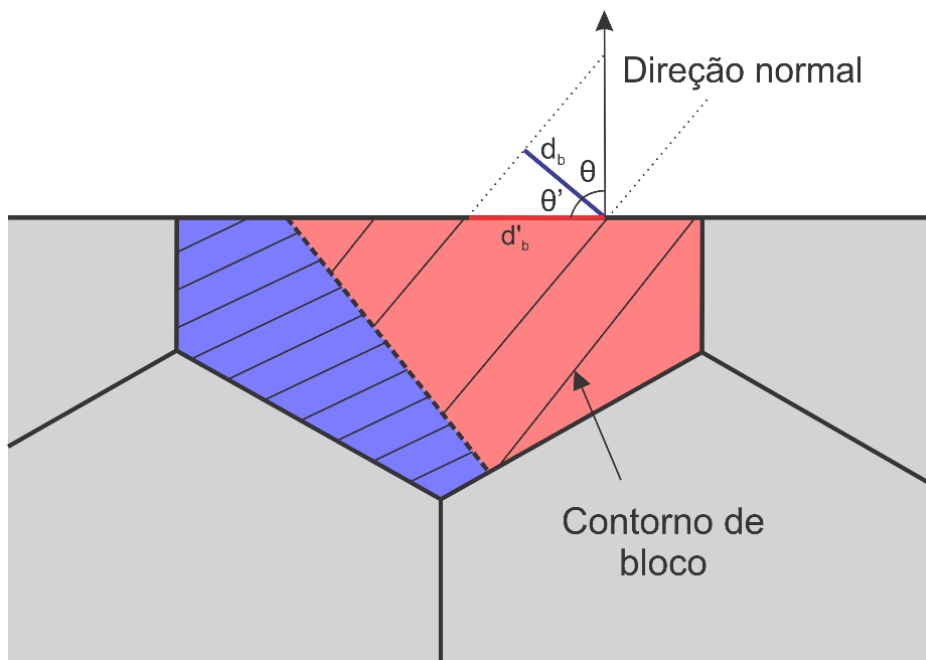


Figura 5.2: Representação da largura do bloco ( $d_b$ ), da largura aparente ( $d'_b$ ) e o do ângulo  $\theta$ .  $d_b$  – linha vermelha.  $d'_b$  e normal ao plano de hábito – linha azul. Fonte: criada pela autora.

A largura aparente ( $d'_b$ ) foi medida por meio de cinco linhas traçadas perpendicularmente ao plano de hábito em 60 blocos de martensita na área de  $16.000 \mu\text{m}^2$  usando o código apresentado no ANEXO H (Figura 5.3). Esse código foi desenvolvido com base no código de determinação da largura do bloco do *orientation relationship tools (ORTools)* – MTEX. Essa metodologia foi adotada devido à morfologia irregular dos blocos.

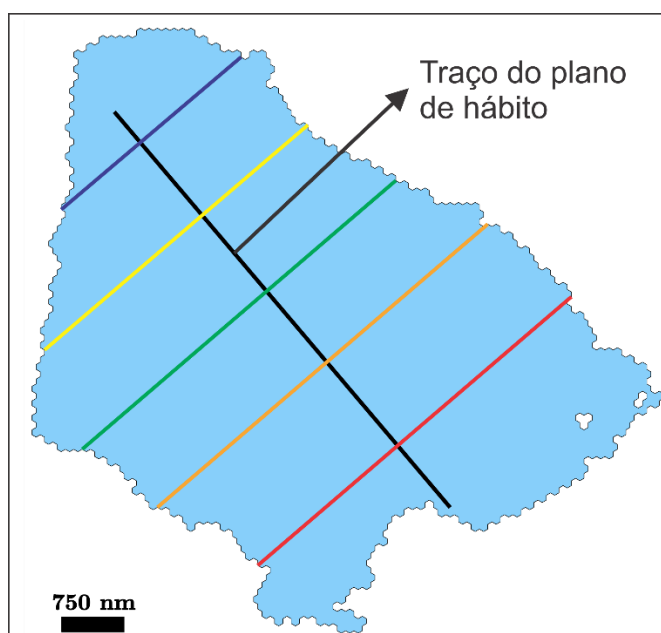


Figura 5.3: Largura aparente ( $d'_b$ ) do bloco: cinco linhas traçadas perpendicularmente ao plano de hábito. Fonte: criada pela autora.

## 5.5 Determinação das propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas, como limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), limite de resistência ( $\sigma_r$ ), alongamento total ( $e_t$ ) e uniforme ( $e_u$ ), foram determinadas por meio de ensaios de tração. Os corpos de prova de secção retangular foram confeccionados conforme a norma ASTM 370 – 19 e os ensaios de tração foram realizados conforme a norma ASTM E8M – 16 [85,86].



A dureza foi determinada conforme ASTM E384 – 17 [87]. Em cada amostra, foram realizadas dez medidas ao longo da espessura na seção longitudinal, utilizando-se a escala Vickers. Os ensaios foram realizados com carga de 500 kgf e tempo de penetração de 12 s em um durômetro da marca *Shimadzu*. Adotou-se a correlação entre deformação plástica, dureza e densidade de discordâncias para determinar a energia armazenada na laminação a frio de acordo com as Equações 1 e 2 [3,88,89]:

$$\frac{1}{3} (H_T - H_i) = \sigma - \sigma_i = AGb\sqrt{\rho} \quad (1),$$

$$E = \frac{Gb^2}{2} \cdot \rho \quad (2),$$

nas quais,  $E$  (J/m<sup>3</sup>) é a energia armazenada,  $H_T$  (MPa) é a dureza da amostra após laminação a frio,  $H_i$  (MPa) é a dureza do material recristalizado,  $A = 0,3$  é uma constante,  $G = 83,9$  GPa é o módulo de cisalhamento [90],  $b = 2,48 \times 10^{-10}$  m é módulo do vetor de Burgers das discordâncias no ferro [91,92] e  $\rho$  é a densidade de discordâncias (m<sup>-2</sup>). A relação obtida entre energia armazenada e dureza foi:

$$E = 7.35 \left( \frac{H_T - H_i}{MPa} \right)^2 \quad (3).$$

O ensaio de dureza foi realizado de acordo com a norma ASTM E92-17 [93]. Em cada amostra, foram realizadas 5 medidas em durômetro da marca *Instron*, modelo *Wolpert 930*.

## CAPÍTULO 6: RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados desta seção foram apresentados na sequência dos objetivos específicos descritos no Capítulo 2.

### 6.1 Microestrutura e textura cristalográfica dos aços inoxidáveis martensíticos após laminação a frio e recristalização

Ressalta-se que serão apresentados os resultados da microestrutura e da textura do aço AISI 420 com 0,335%C na condição ferrítica. O AISI 420 com 0,335%C será referenciado como AISI 420.

#### 6.1.1 Microestrutura, análise dos carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ e dureza

A Figura 6.1 apresenta as imagens dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  e os difratogramas das partículas extraídas das amostras após recozimento. A análise dos difratogramas mostrou que o tipo de carboneto rico em cromo e em ferro formado em todos os aços investigados foi  $Cr_{15.58}Fe_{7.42}C_6$  (ICSD 062671). Qualitativamente, a fração de carboneto primário  $(Cr,Fe)_7C_3$  formado nos aços AISI 420 e EN 1.4116 foi significativamente pequena, portanto não foi possível identificá-los por meio da técnica de difração de raios-X. Sendo assim, os carbonetos primários  $(Cr,Fe)_7C_3$  não serão analisados nesta Tese. Os carbonetos secundários  $Cr_{15.58}Fe_{7.42}C_6$  serão referidos neste texto como  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ .

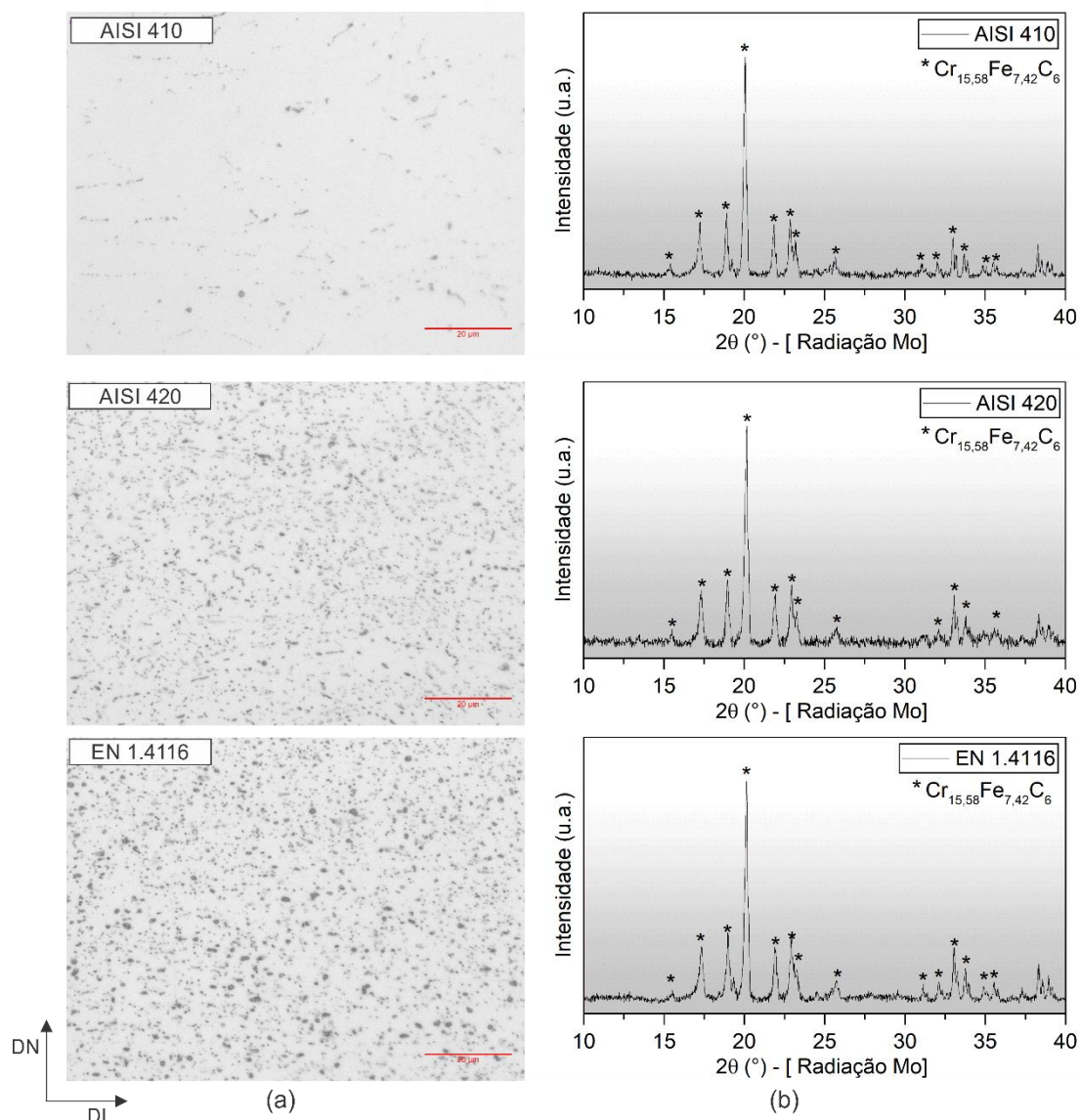


Figura 6.1: AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após recozimento: (a) carboneto  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  (ataque Groesberck) e (b) difratogramas das partículas extraídas. AISI 420 com 0,335%C. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.2 mostra as microestruturas observadas por microscopia ótica das amostras após laminação a quente e recozimento em caixa. Observa-se que os carbonetos secundários  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  estão localizados nos contornos de grãos e no interior dos grãos ferríticos (indicados por setas vermelhas na Figura 6.2). Os carbonetos secundários  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  foram formados e alinhados na DL durante a deformação a quente [33]. O aço AISI 420, após laminação a quente, exibiu bandas de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  na região próxima ao centro, como indicado por setas amarelas na Figura 6.2.

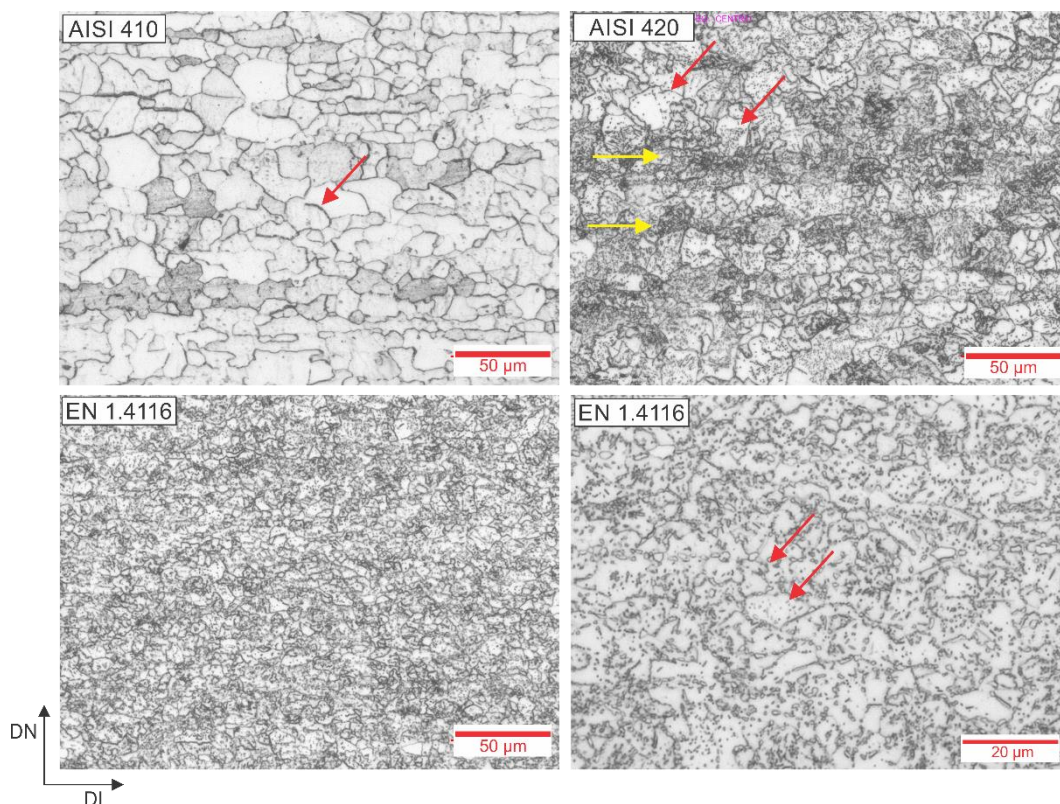


Figura 6.2: Microestruturas dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a quente e recozimento em caixa. Fonte: criada pela autora.

As microestruturas após laminação a frio e recozimento são apresentadas na Figura 6.3 e Figura 6.4, respectivamente. Observa-se que as microestruturas são formadas por grãos achatados e alongados na DL após laminação a frio (Figura 6.3). O aço AISI 410 apresentou bandas de cisalhamento com inclinação de aproximadamente  $28^\circ$  em relação à DL. A maior fração de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  dificultou a análise da existência de bandas de cisalhamento nas microestruturas dos aços AISI 420 e EN 1.4116. Os carbonetos primários  $(Cr,Fe)_7C_3$  observados no centro da espessura (indicados na Figura 6.3 por setas) foram formados durante a solidificação dos aços AISI 420 e EN 1.4116 [32]. A diferença observada no tamanho de grão das amostras após laminação a quente permaneceu após recristalização (Figura 6.4). Regiões com maior concentração de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  também foram observadas após recozimento do aço AISI 420.



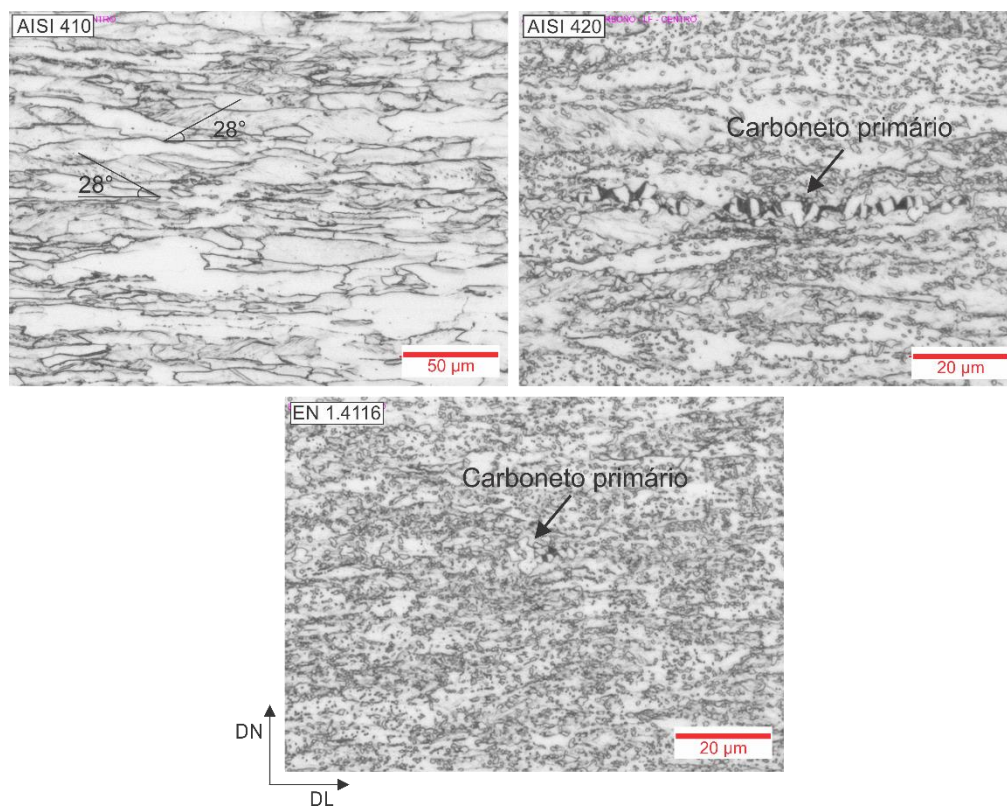


Figura 6.3: Microestruturas dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a frio. Fonte: criada pela autora.

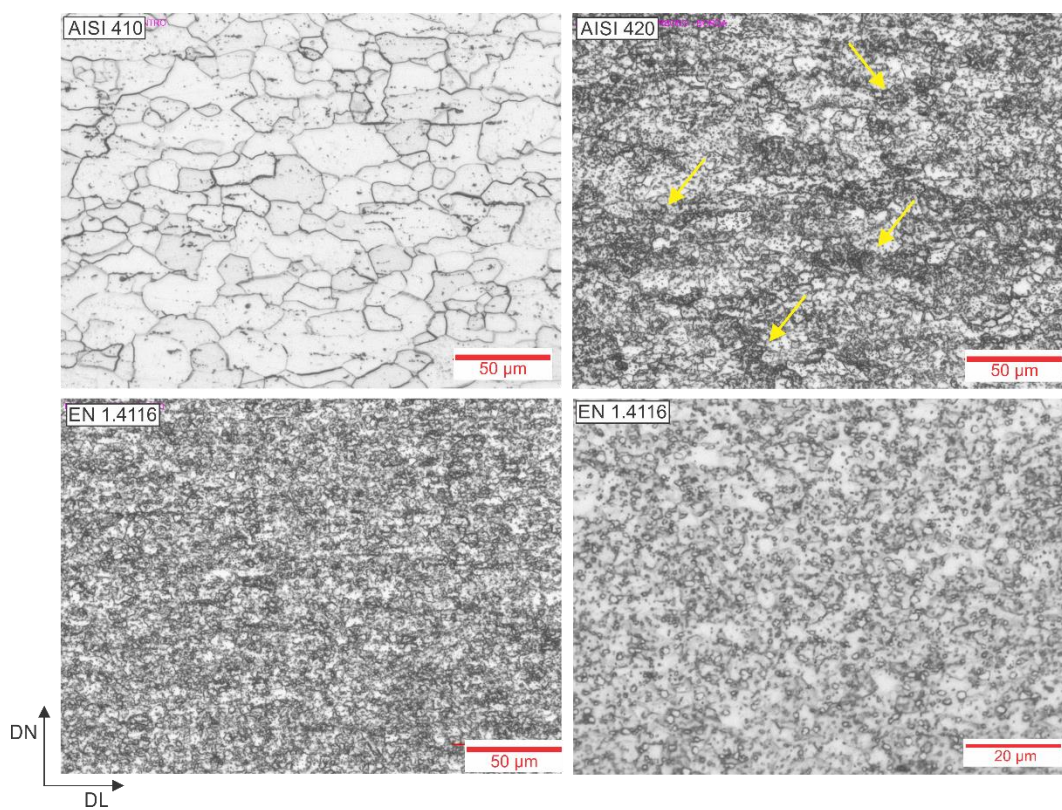


Figura 6.4: Microestruturas dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após recozimento. Fonte: criada pela autora.

A Tabela 6.1 apresenta a fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ , o tamanho de grão e a energia armazenada na laminação a frio. A fração de carboneto  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  aumentou com o incremento da %C nas amostras como recebida e após recozimento como esperado [30,33]. A dureza das amostras como recebida e recozida e a energia armazenada na laminação a frio exibiram a mesma tendência. Além disso, houve aumento da fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  após o recozimento com encharque de 30 s, indicando que a microestrutura de deformação afetou a precipitação durante o recozimento [3]. A energia armazenada do aço AISI 420 apresentou acentuado aumento em relação ao aço AISI 410, sugerindo que a fração de carboneto de  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  foi o principal efeito sobre a energia armazenada, uma vez que os tamanhos de grão iniciais foram próximos. De acordo com Humphreys *et al.* [3], a energia armazenada aumenta com a redução do tamanho de grão inicial para baixas e médias deformações e com o incremento da fração de partículas de segunda fase. A incompatibilidade entre a matriz e as partículas de segunda fase na deformação é acomodada por discordâncias criadas na interface.

O tamanho de grão recristalizado dos aços AISI 410 e EN 1.4116 foi próximo em relação à condição como recebida considerando a incerteza (Tabela 6.1). Por outro lado, o aço AISI 420 apresentou refinamento de grão após recozimento. Após o recozimento com o tempo de encharque de 5 h, não houve crescimento de grão significativo apesar da dissolução dos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  para os aços investigados. Esses resultados indicam que os grãos recristalizaram e cresceram até o início da restrição da movimentação dos contornos pelos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ . Portanto, o tamanho de grão final foi afetado pela fração dos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  na microestrutura durante o recozimento. Essa conclusão também pode ser confirmada pelos resultados do aço AISI 420. Os carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  causaram um aumento acentuado na energia armazenada e inibiram o crescimento de grãos da amostra do aço AISI 420, refinando a microestrutura [3].

Tabela 6.1: Fração de carboneto  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , tamanho de grão ferrítico e energia armazenada na laminação a frio. Fonte: criada pela autora.

		AISI 410	AISI 420	EN 1.4116
Como recebido	Fração de carboneto	0,005±0,001	0,13±0,01	0,16±0,01
	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	22±2	18±2	6±1
	Dureza (HV)	166±1	190±1	220±1
Laminado a frio	Dureza (HV)	242±2	304±2	335±2
	Energia armazenada ( $\text{MJ}/\text{m}^3$ )	7,02	10,60	11,80
Recozido	Fração de carboneto	0,009±0,001	0,14±0,01	0,20±0,01
Encharque 30 s	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	22±2	9±1	4,7±0,4
	Dureza (HV)	142±1	177±3	205±3
Recozido	Fração de carboneto	0,005±0,001	0,08±0,01	0,12±0,02
Encharque 5 h	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	23±3	9,2±0,5	5,7±0,8

### 6.1.2 Textura

A Figura 6.5 ilustra as microestruturas das amostras após laminação a quente e recozimento em caixa (condição como recebida) observadas por EBSD. A textura do aço AISI 410 foi heterogênea ao longo da espessura. A predominância dos grãos com orientação  $\langle 101 \rangle || \text{DN}$  e  $\langle 001 \rangle || \text{DN}$  foi observada na superfície e na região próxima ao centro dos grãos recuperados com orientação  $\langle 001 \rangle || \text{DN}$  e  $\langle 112 \rangle || \text{DN}$ . Os grãos com orientação  $\langle 111 \rangle || \text{DN}$  foram observados com menor frequência. A região próxima ao centro dos aços AISI 420 e EN 1.4116 foi constituída por grãos finos alinhados na direção de laminação, indicados por setas na Figura 6.5b.



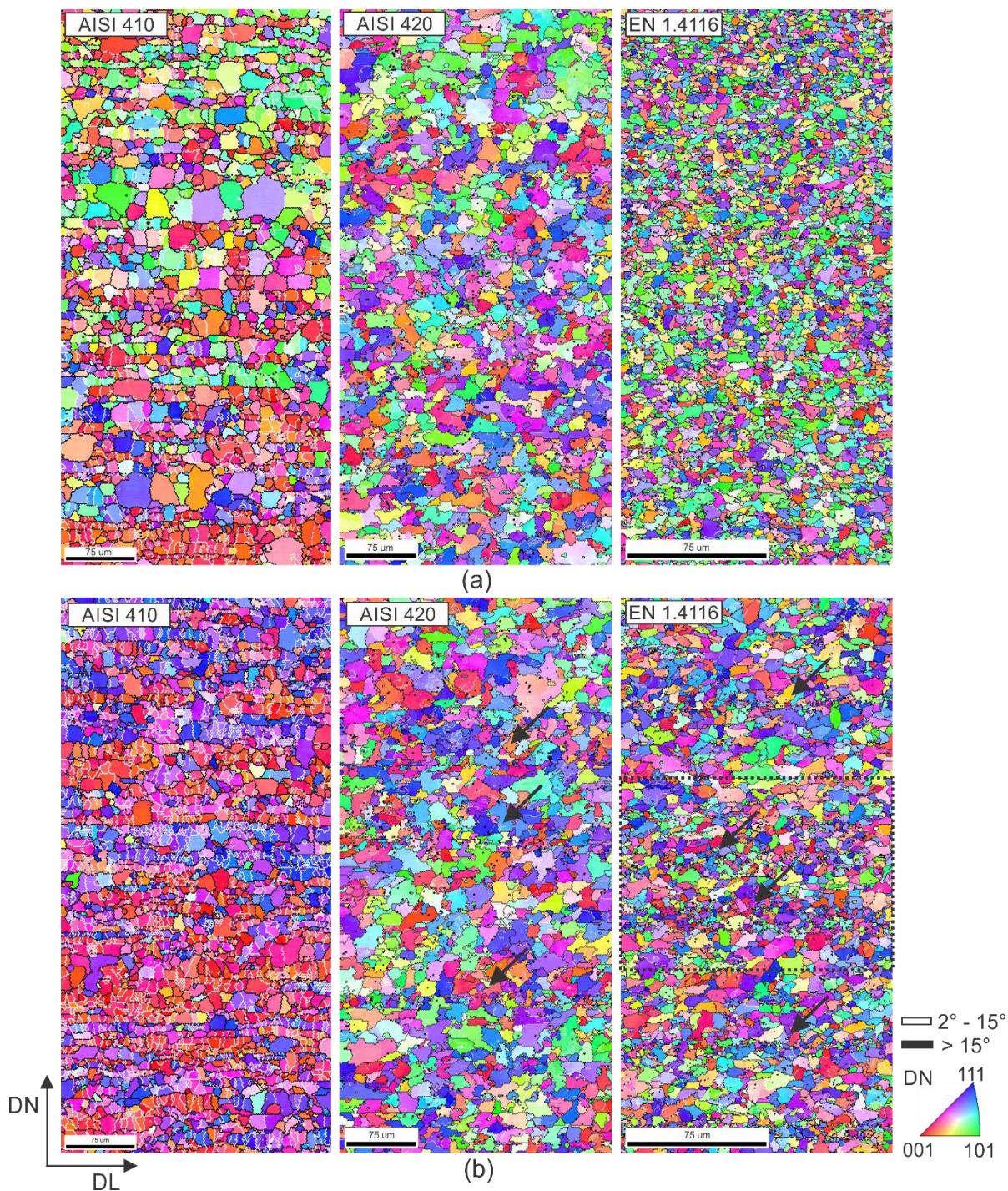


Figura 6.5: Mapa de orientação dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 na condição como recebido: (a) superfície e (b) centro. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.6 apresenta a área indicada por um retângulo preto no mapa de orientação do aço EN 1.4116 (Figura 6.5b). Observa-se grãos finos e carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  alinhados na direção de laminação. O carboneto  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  e a ferrita compartilham alguns planos difratores, portanto o carboneto  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  foi indexado como ferrita. Além disso, a fase  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  não foi selecionada na coleta dos dados. A identificação dos



carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  foi realizada por meio do índice de qualidade (IQ), sendo o valor IQ do carboneto  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  menor em relação à ferrita na condição como recebida.

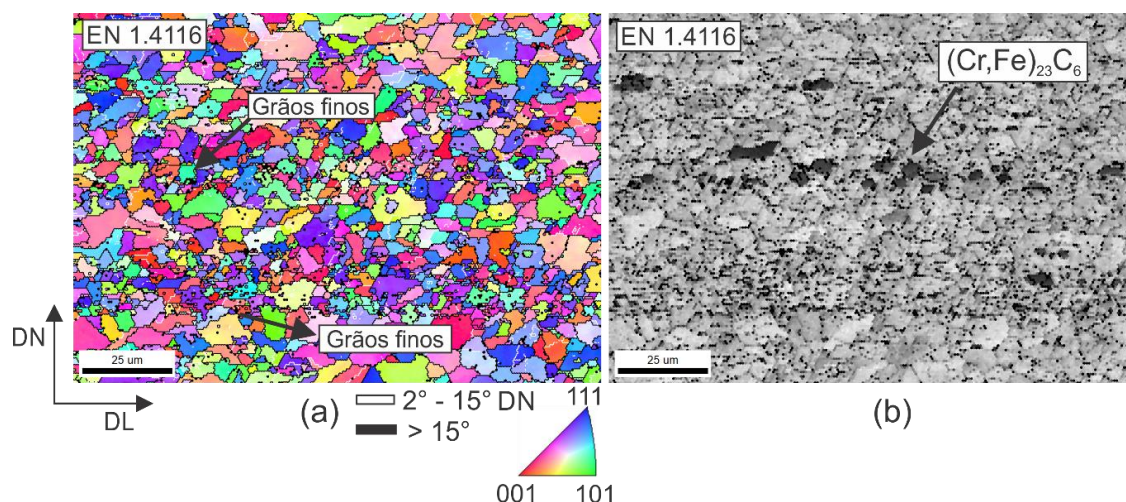


Figura 6.6: Aço EN 1.4116 – Grãos finos e carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  alinhados na direção de laminação: (a) mapa de orientação e (b) mapa de IQ. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.7 ilustra as macrotexturas das amostras na condição como recebida. A principal diferença encontrada nas macrotexturas é a maior intensidade das componentes no aço AISI 410 em relação aos aços AISI 420 e EN 1.4116. Além disso, os resultados também evidenciam o forte gradiente de textura ao longo da espessura apresentado pelo aço AISI 410, conforme mencionado anteriormente. O aço AISI 410 apresentou a componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  na superfície e a fibra  $\alpha$  com máxima intensidade na componente cubo rodado  $\{001\}\langle 110\rangle$  na região próximo ao centro. A textura do aço AISI 420 foi composta pela componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  e pela orientação  $(110)[\bar{3}\bar{3}5]$  deslocada  $5,7^\circ$  em  $\phi_1$  da componente Latão  $\{110\}\langle 112\rangle$  na superfície. No centro, observa-se as componentes cubo rodado  $\{001\}\langle 110\rangle$ ,  $\{113\}\langle 110\rangle$  e  $\{332\}\langle 113\rangle$  deslocada  $9,8^\circ$  em  $\Phi$  da  $\{111\}\langle 112\rangle$ . O aço EN 1.4116 apresentou maior intensidade na componente cubo rodado  $\{001\}\langle 110\rangle$  e fraca fibra  $\gamma$  na superfície e no centro.

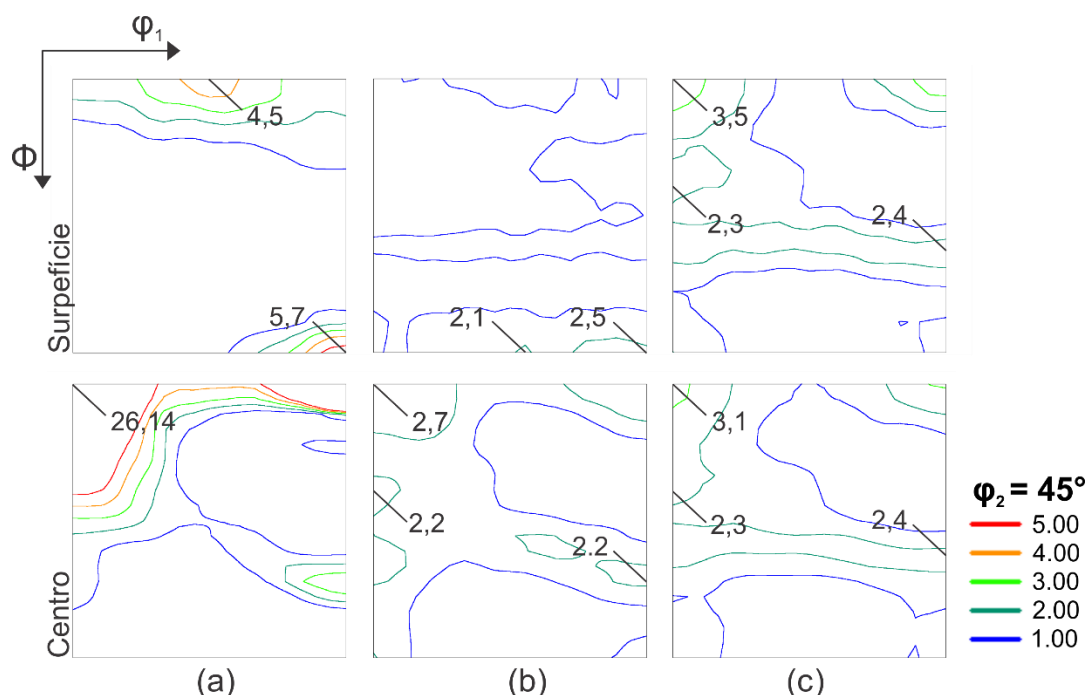


Figura 6.7: Macrotextura das amostras após laminação a quente e recozimento em caixa: (a) AISI 410, (b) AISI 420 e (c) EN 1.4116. Fonte: criada pela autora.

Os resultados apresentados na Figura 6.7 indicam que os últimos passes do processo de laminação a quente do aço AISI 410 ocorreram no campo ferrítico. Portanto, as texturas de cisalhamento e de deformação plana foram observadas na superfície e no centro, respectivamente [7,43,44]. Por outro lado, o processo de laminação a quente dos aços AISI 420 e EN 1.4116 ocorreu no campo austenítico. A transformação da austenita por difusão e cisalhamento acontece durante o resfriamento. De acordo com Hölscher *et al.* [5], Jonas *et al.* [41] e Raabe [42], a transformação da austenita recristalizada em ferrita randomiza a textura durante o resfriamento após a deformação a quente. Além disso, a presença de componentes de textura com baixa intensidade provenientes da textura de deformação da austenita pode ser relacionada à recristalização parcial dessa fase durante o processo de laminação a quente [41].

A técnica de EBSD combinada com EDS foi utilizada para a análise dos aços AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a frio devido à maior fração de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  e ao menor tamanho de grão em relação ao aço AISI 410 (Tabela 6.1). A Figura 6.8 e a Figura 6.9 mostram os mapas de fases e EDS para os aços AISI 420 e EN 1.4116, respectivamente. Os carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  apresentam menor teor de Fe e são ricos em C e Cr em relação à ferrita permitindo a distinção das fases por meio da



combinação das técnicas. Nota-se uma sobreposição nos resultados de EDS. Conseqüentemente, pontos na ferrita foram identificados como a fase  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Além disso, carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  finos podem não ter sido identificados. Essas observações podem ser atribuídas à diferença de resolução espacial das técnicas de EBSD e EDS e a inclinação de  $70^\circ$  da amostra conforme reportado por Nowell and Wright para a liga cobalto-cromo [94].

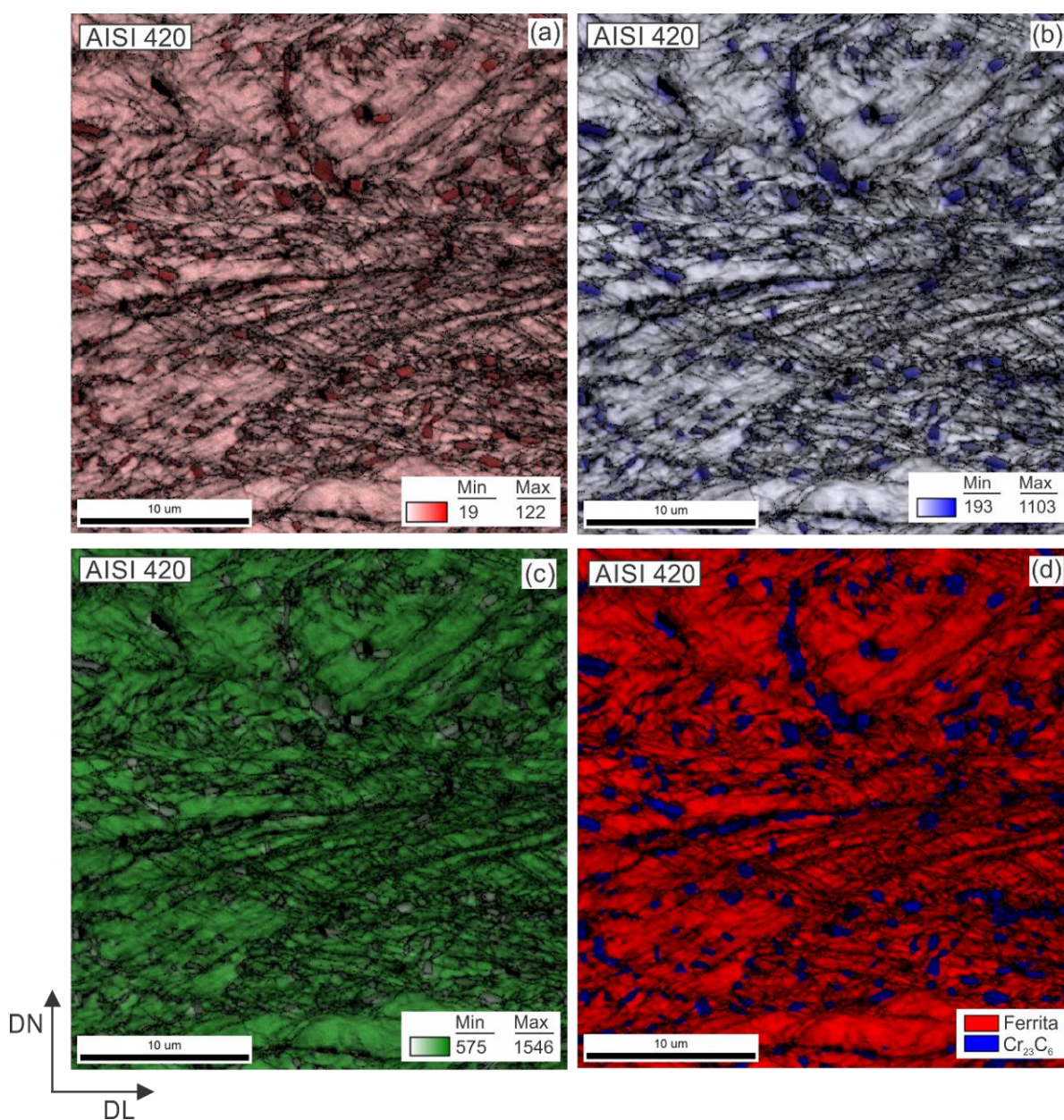


Figura 6.8: AISI 420 após laminação a frio – mapas de EDS: (a) carbono, (b) cromo e (c) ferro. (d) Mapa de fase após *Chi scan*. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora.



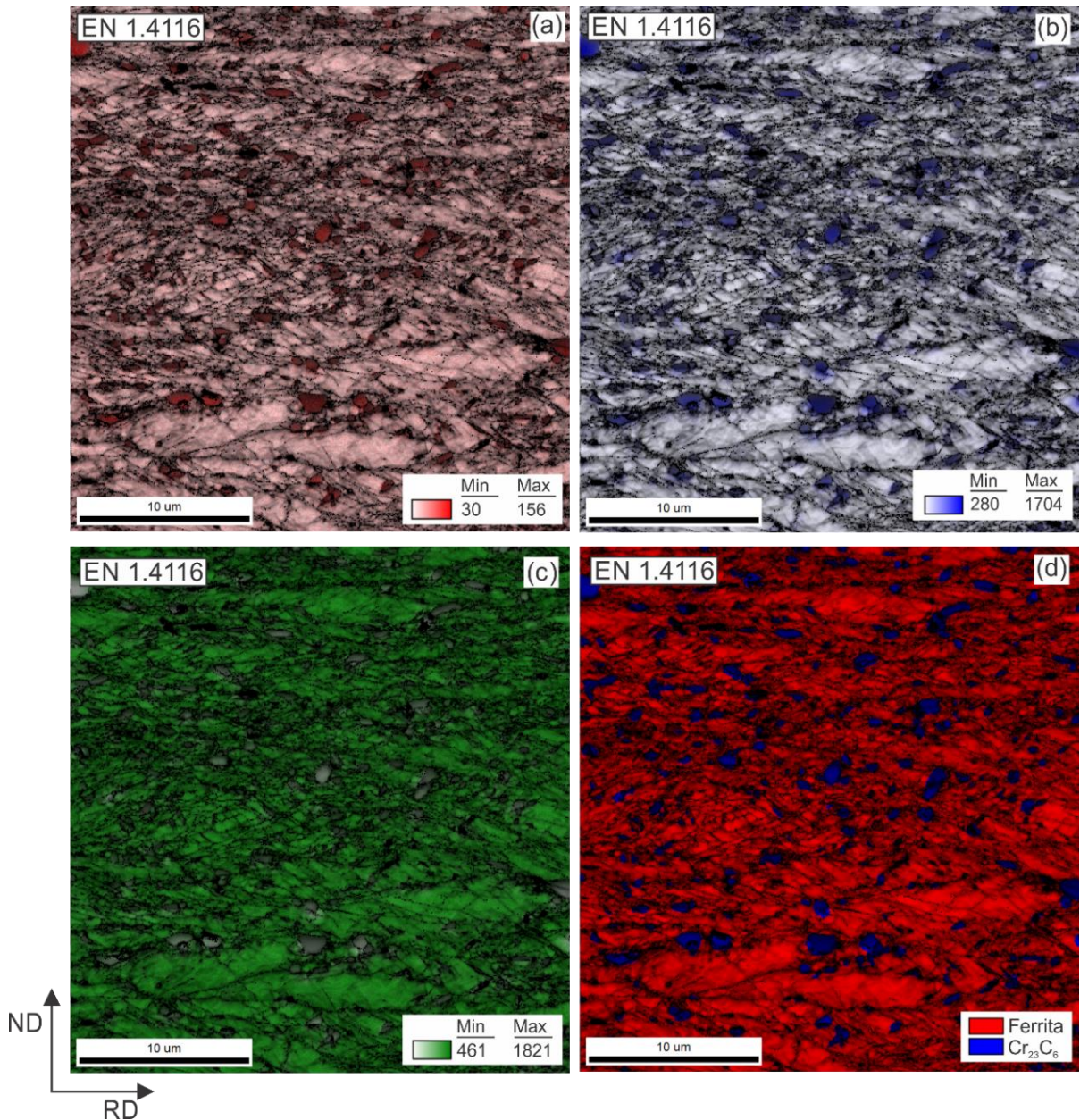


Figura 6.9: EN 1.4116 após laminação a frio – mapas de EDS: (a) carbono, (b) cromo e (c) ferro. (d) Mapa de fase após *Chi scan*. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora.

O mapeamento do aço AISI 410 após laminação a frio foi realizado selecionando apenas a fase ferrita, portanto os carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  foram indexados também como ferrita. A microestrutura deformada a frio do aço AISI 410 é mostrada na Figura 6.10. Observa-se que os grãos apresentaram diferentes níveis de deformação (Figura 6.10a). Os grãos da fibra  $\gamma$  exibiram maior fração de contornos de baixo ângulo inclinados  $25^\circ$ - $35^\circ$  em relação à DL. Por outro lado, nota-se que a deformação foi homogênea nos grãos com orientação  $\{001\}\langle 110 \rangle$  até  $\{112\}\langle 110 \rangle$ , conforme a



relação entre orientação e energia armazenada reportada por Dillamore [50]. A distribuição espacial da energia armazenada é importante para a análise da recristalização [3,49].

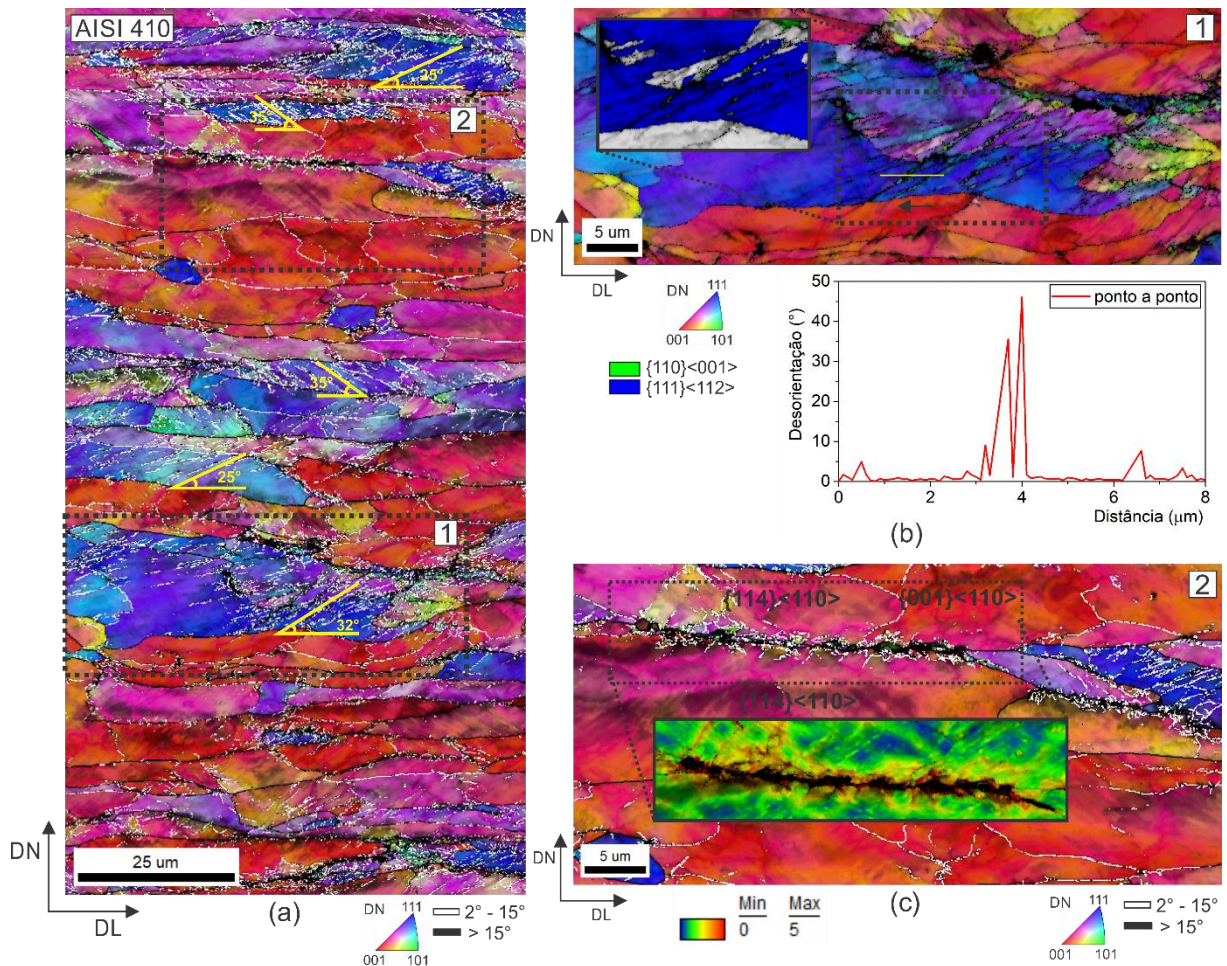


Figura 6.10: AISI 410 após laminação a frio: (a) mapa de orientação, (b) Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  em bandas de cisalhamento no interior do grão com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$ , (c) carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  no contorno de grãos da fibra  $\alpha$ . (b) e (c) regiões indicadas em (a). Mapa de KAM – cinco vizinhos. Mapa com as componentes Goss e  $\{111\}\langle 112\rangle$  – desvio máximo de  $20^\circ$ . Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora.

A região 1 indicada na Figura 6.10a é mostrada na Figura 6.10b. Observa-se a formação da componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  em bandas de cisalhamento inclinada  $32^\circ$  em relação à DL no interior de um grão com orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$  (mapa das componentes Goss e  $\{111\}\langle 112\rangle$  inserido na Figura 6.10b). As bandas de cisalhamento atravessaram o contorno de grão (seta preta) e apresentaram diferença de orientação maior que  $35^\circ$ , conforme observado na análise da diferença de

orientação ponto a ponto ao longo da linha amarela na Figura 6.10b [3]. Os carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  no contorno dos grãos da fibra  $\alpha$  foram observados na região 2, indicada na Figura 6.10a e mostrada na Figura 6.10c. A segmentação dos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  no mapa de KAM (inserido na Figura 6.10c) foi realizada por meio na ferramenta *highlighting* no programa OIM. Observa-se contornos de baixo ângulo e altos valores de KAM em torno dos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  [3].

A Figura 6.11 apresenta os mapas de orientação e fases dos aços AISI 420 e EN 1.4116 após laminação a frio. As microestruturas apresentaram forte fragmentação. Na região A, indicada no mapa de orientação do aço AISI 420 na Figura 6.11a, observa-se que as bandas de deformação apresentaram inclinação positiva e negativa no interior de um grão anterior à deformação. Ressalta-se que o aço EN 1.4116 não apresentou evidências da formação de bandas de cisalhamento. O aço EN 1.4116 exibiu granulação inicial fina ( $6\pm 1 \mu\text{m}$ ), portanto a subdivisão dos grãos em bandas cisalhamento não aconteceu durante a deformação [3,45,49].

Nota-se, na região B indicada no mapa de orientação do aço EN 1.4116 (Figura 6.11a), alta fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  e contornos de baixo e alto ângulo. Além disso, observa-se a fragmentação de um carboneto  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  causada pela incompatibilidade da deformação entre ferrita e o carboneto (indicada por uma seta vermelha na Figura 6.11a) [3]. Em todos os aços investigados, a formação de uma zona de deformação bem definida em torno das partículas no interior dos grãos ou nos contornos de grãos não foi observada. Qualitativamente, o diâmetro dos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  é menor que  $1 \mu\text{m}$ . Além disso, o percentual de redução a frio realizado nesta Tese pode ser considerado baixo para a ocorrência do mecanismo PSN. O percentual de redução a frio e o diâmetro das partículas são fatores importantes e que influenciam o mecanismo PSN [3,6].



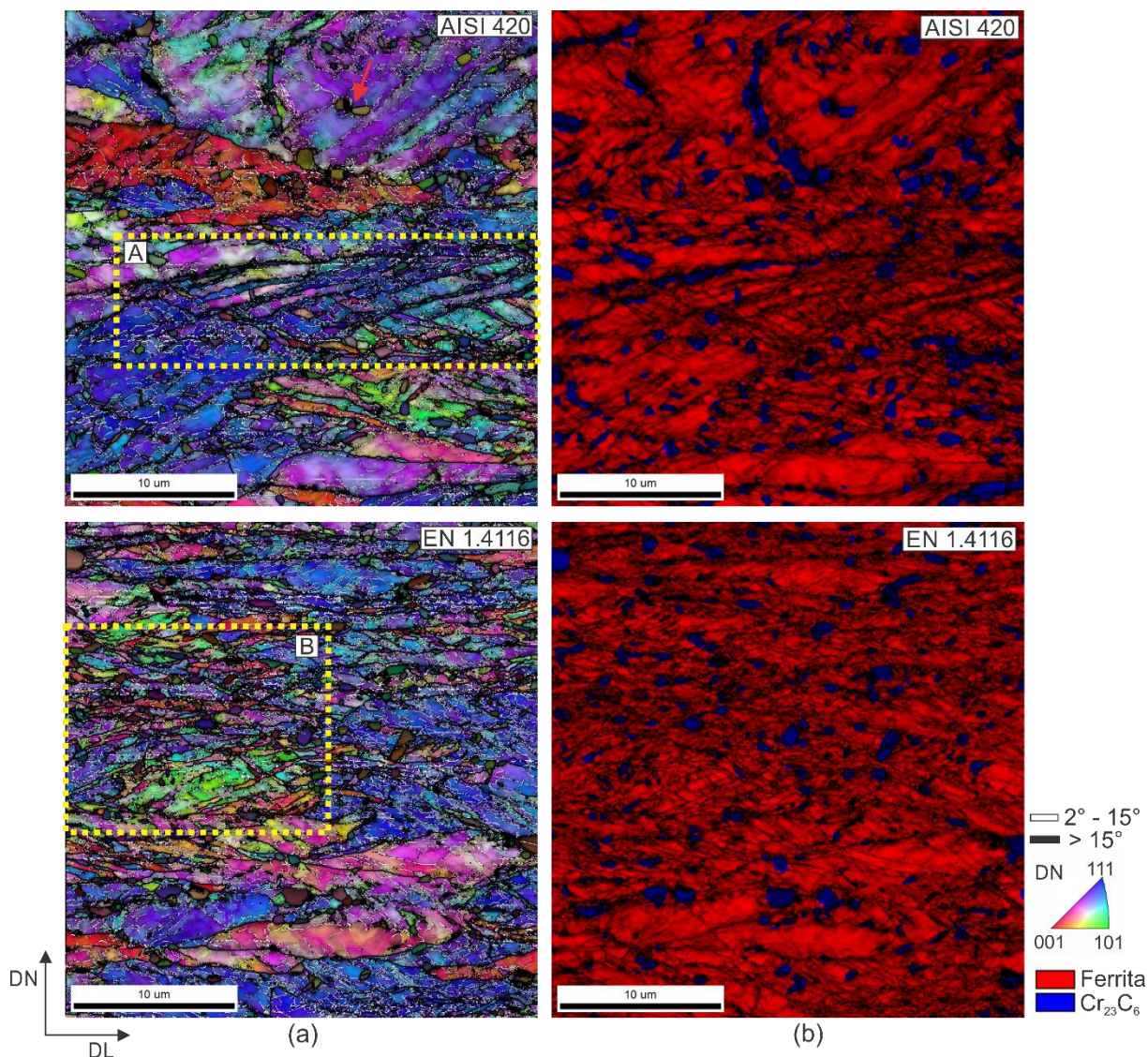


Figura 6.11: (a) Mapas de orientação e (b) fases após laminação a frio dos aços AISI 420 e EN 1.4116. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.12 mostra os mapas e as distribuições de KAM para as amostras após laminação a frio. A análise de KAM do aço AISI 410 foi realizada considerando a mesma área analisada dos aços AISI 420 e EN 1.4116. O deslocamento da distribuição para maiores valores de KAM foi observado com o aumento da fração de  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  e a redução do tamanho de grão inicial. O KAM médio encontrado foi  $0,89^\circ$ ,  $2,09^\circ$  e  $2,42^\circ$  para os aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116, respectivamente. O KAM médio obtido para o mapa completo do aço AISI 410 foi  $1^\circ$ . Esse resultado está em concordância com os valores encontrados para a energia armazenada apresentados na Tabela 6.1. Além disso, observa-se que as distribuições apresentaram picos próximos de  $5^\circ$ , indicando deformação heterogênea na matriz. Os



pontos que apresentaram valores de KAM entre  $4,9^\circ$  e  $5^\circ$  estão localizados em torno dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , conforme mostrado no mapa de IQ inserido na Figura 6.12a e na Figura 6.10c. Portanto, as regiões em torno dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  apresentaram maior deformação devido à incompatibilidade entre a matriz e as partículas de segunda fase durante a deformação plástica [3].

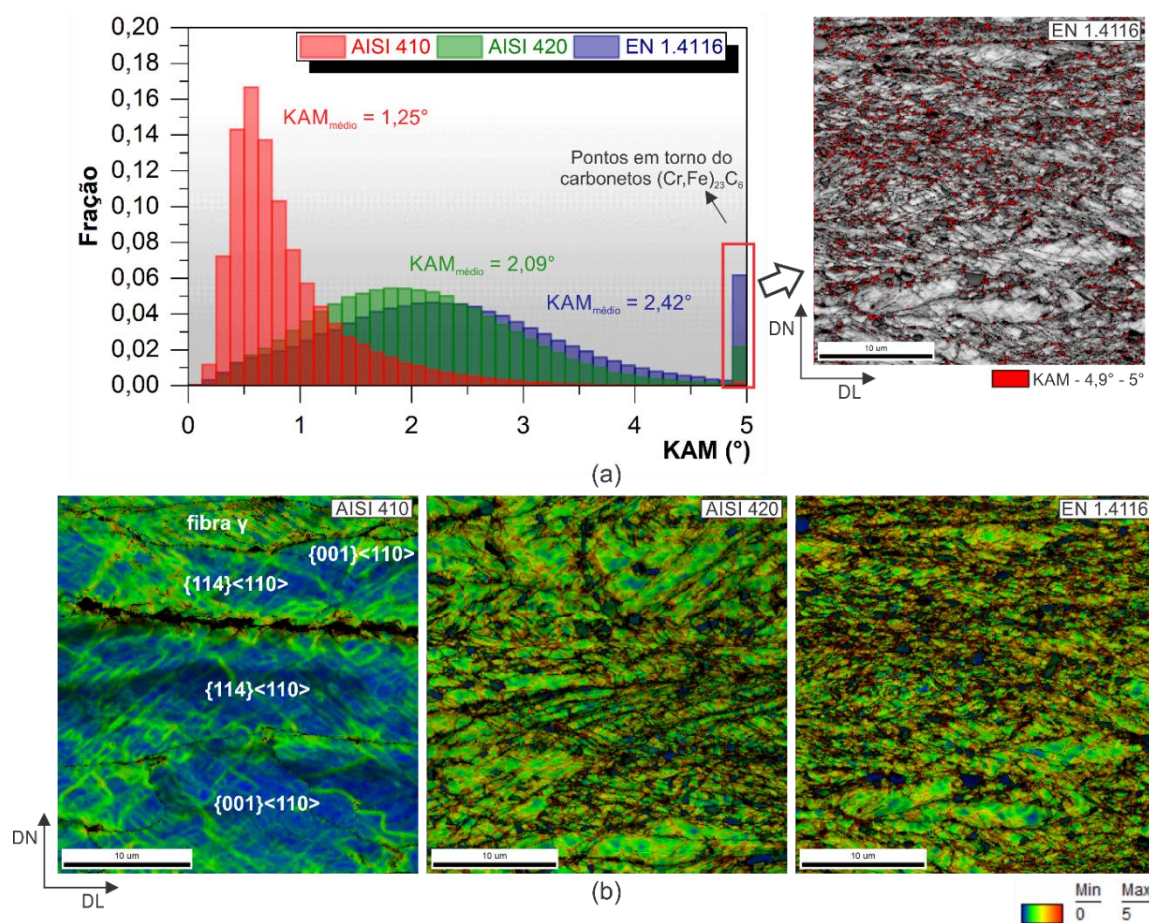


Figura 6.12: KAM: (a) distribuições e (b) mapas. Mapa de IQ do aço EN 1.4116 com KAM entre  $4,9^\circ$  e  $5,0^\circ$  em vermelho inserido em (a). Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. AISI 410 – dois vizinhos. AISI 420 e EN 1.4116 – três vizinhos. Fonte: criada pela autora.

As macrotexturas das amostras após laminação a frio são apresentadas na Figura 6.13. Para o aço AISI 410, nota-se que a fibra  $\alpha$  foi predominante em ambas as regiões, com alta intensidade na componente cubo rodado  $\{001\}\langle 110 \rangle$ . A fibra  $\gamma$  também foi desenvolvida, porém as componentes apresentaram menor intensidade. As texturas dos aços AISI 420 e EN 1.4116 exibiram as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  com a intensidade das componentes próxima.



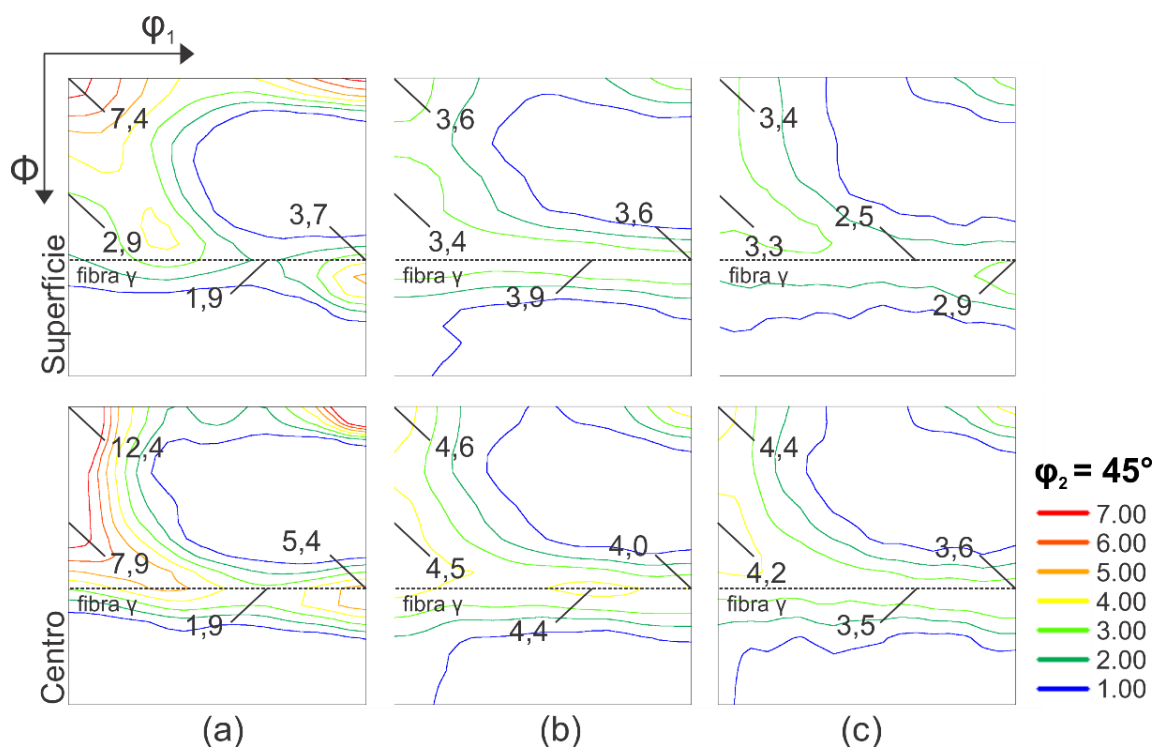


Figura 6.13: Macrotxturas após laminação a frio: (a) AISI 410, (b) AISI 420 e (c) EN 1.4116. Fonte: criada pela autora.

De acordo com Raabe *et al.* [4,46], a textura de laminação a frio é fortemente influenciada pela textura após laminação a quente. Portanto, a alta intensidade das componentes após a laminação a frio no aço AISI 410 foi atribuída à forte textura inicial observada (Figura 6.7). Além disso, os grãos da componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  podem rotacionar para as componentes cubo girado  $\{001\}\langle 110\rangle$  e  $\{111\}\langle 112\rangle$  durante a laminação a frio, promovendo a eliminação da textura de cisalhamento na superfície [4,43,44,46,51]. Portanto, observa-se que as componentes cubo girado  $\{001\}\langle 110\rangle$  e  $\{554\}\langle 225\rangle$  ( $\varphi_1 = 90^\circ$  e  $\Phi = 60^\circ$ ) apresentaram maior intensidade no aço AISI 410 (Figura 6.13a). Além disso, a intensidade da componente  $\{001\}\langle 110\rangle$  foi menor na região central após laminação a frio em relação à textura inicial devido à rotação dos grãos  $\{001\}\langle 110\rangle$  para  $\{112\}\langle 110\rangle$  [48]. A fibra  $\gamma$  exibiu maior intensidade na componente  $\{111\}\langle 112\rangle$  para redução a frio menor que 70% [5]. Assim, a alta intensidade da fibra  $\alpha$  na textura inicial e a rotação de grãos com orientação aleatória explicam a alta intensidade dessa fibra na textura da região do centro do aço AISI 410 [4,5,44,46,48].

Para os aços AISI 420 e EN 1.4116, o desenvolvimento das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  ocorreu por meio da rotação dos grãos com textura aleatória [5,44]. Portanto, as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  apresentaram menor intensidade (Figura 6.13b e Figura 6.13c). A rotação das componentes de cisalhamento também pode ter contribuído para o desenvolvimento da textura na superfície do aço AISI 420 [4,43,44,46,51].

A textura de laminação a frio não foi afetada pela redução do tamanho de grão de  $18\pm 2$   $\mu\text{m}$  para  $6\pm 1$   $\mu\text{m}$  para os aços AISI 420 e EN 1.4116 com textura inicial semelhante, conforme reportado por Inagaki [48] para aços baixo carbono e Lee *et al.* [95] para aços elétricos de grão não orientado. Os aços AISI 420 e EN 1.4116 não apresentaram picos nas fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  devido ao menor tamanho de grão inicial e à textura inicial [48]. A componente  $\{112\}\langle 110\rangle$  não apresentou maior intensidade nos aços investigados, como reportado para aços inoxidáveis ferríticos com partículas estáveis [46,47]. Assim, uma rotação significativa dos grãos  $\{001\}\langle 110\rangle$  para  $\{112\}\langle 110\rangle$  não foi observada para a redução a frio de 50% [48]. Portanto, as diferenças observadas na textura de laminação a frio do aço AISI 410 em relação aos aços AISI 420 e EN 1.4116 foram originadas da textura inicial.

Os mapas de orientação das amostras após recozimento são mostrados na Figura 6.14. Os aços AISI 420 e EN 1.4116 apresentaram microestrutura heterogênea formada por grãos maiores e grãos finos (Figura 6.2c e Figura 6.5b). Por outro lado, o aço AISI 410 com maior tamanho de grão inicial apresentou microestrutura homogênea. Lee *et al.* [95] reportaram a formação de uma microestrutura mais homogênea ao longo da espessura com a redução do tamanho de grão inicial. A nucleação preferencial em contornos de alto ângulo em aços com granulação fina promove uma recristalização mais homogênea [3]. Entretanto, os resultados desse estudo evidenciam que a homogeneidade da microestrutura recristalizada não foi afetada pelo tamanho de grão inicial. Os grãos finos na microestrutura recristalizada na região próximo ao centro mostrada na Figura 6.14 foram originados a partir das bandas de grãos finos e de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  na condição como recebida (Figura 6.2 e Figura 6.5). A maior fração de contornos de alto ângulo favoreceu a nucleação de grãos nessas regiões. Além disso, a maior concentração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  (Figura 6.2, Figura 6.5b, Figura 6.11) retardou o crescimento de grão [3]. Na região

próxima à superfície, carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  também retardaram o crescimento de grãos originando grãos finos. Para o aço AISI 420, esse resultado está de acordo com o refinamento de grão mencionado na Tabela 6.1.

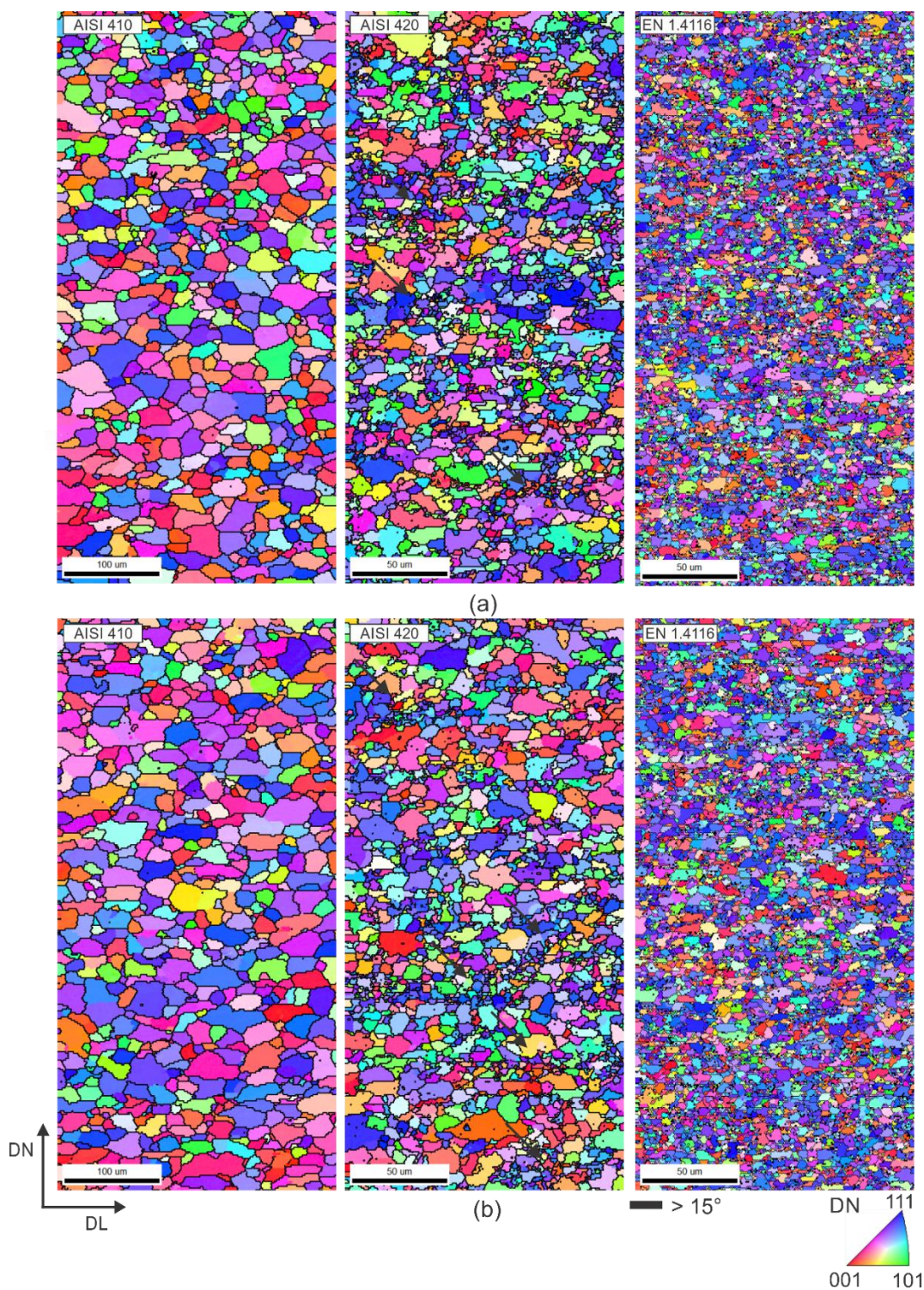


Figura 6.14: Mapa de orientação dos aços AISI 410, AISI 420 e EN 1.4116 após recozimento: (a) superfície, (b) centro. AISI 420 com 0,335%C. Fonte: criada pela autora.



As macrotexturas das amostras após recozimento são mostradas na Figura 6.15. Observa-se que a textura no centro da espessura apresentou maior intensidade em relação à superfície no aço AISI 410. A fibra  $\gamma$  apresentou maior intensidade na componente  $\{111\}\langle 110\rangle$  na superfície e no centro. A textura de recristalização também apresentou a componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$ . A fibra  $\alpha$  foi retida e apresentou maior intensidade no centro. A intensidade máxima foi observada entre  $\{112\}\langle 110\rangle$  e  $\{111\}\langle 110\rangle$  no centro. A partir da Figura 6.15b e da Figura 6.15c, nota-se que o desenvolvimento da fibra  $\gamma$  ocorreu com um deslocamento para  $(334)[4\bar{8}3]$  ( $\phi_1 = 26^\circ$ ,  $\Phi = 47^\circ$ ,  $\phi_2 = 45^\circ$ ) em relação à orientação  $(111)[1\bar{2}1]$  no aço EN 1.4116. No caso do aço AISI 420, nota-se um leve deslocamento. A fibra  $\alpha$  foi menos intensa nos aços AISI 420 e EN 1.4116 em relação ao aço AISI 410 no centro. A componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  apresentou menor intensidade no aço AISI 420 em comparação ao aço AISI 410.

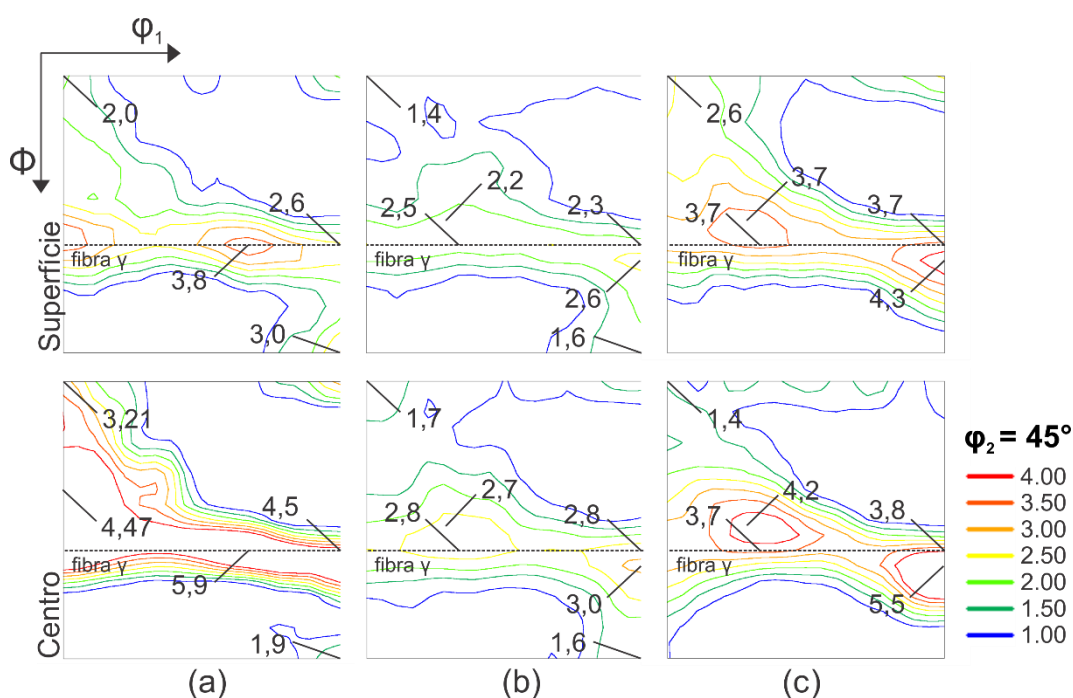


Figura 6.15: Macrottexturas após recozimento: (a) AISI 410, (b) AISI 420 e (c) EN 1.4116. Fonte: criada pela autora.

Durante o recozimento, os grãos da fibra  $\alpha$  que armazenam menor energia após a laminação a frio são propensos à recuperação [3,49,50]. Os grãos da fibra  $\alpha$  podem ser consumidos ou retidos na textura de recristalização [4,5,7]. Além disso, os carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  localizados nos contornos de grãos anteriores (como mostrado na Figura 6.10) controlam e igualam a velocidade dos contornos de alto ângulo formados durante a recristalização [46]. Os resultados indicam que os carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  retardaram a movimentação dos contornos de grãos e o crescimento dos grãos recristalizados da fibra  $\gamma$ . Conseqüentemente, houve a retenção da fibra  $\alpha$  após a recristalização do aço AISI 410. Para os aços AISI 420 e EN 1.4116, a menor intensidade das texturas após laminação a quente e laminação a frio levou à formação de uma textura de recristalização com menor intensidade.

De acordo com Inagaki *et al.* [48], o modo de deformação pode não ser afetado para tamanhos de grãos iniciais inferiores a 50  $\mu\text{m}$ . Entretanto, os resultados mostram que uma maior restrição foi imposta à deformação plástica pelos contornos de grão com a redução do tamanho de grão inicial de  $22\pm 2$   $\mu\text{m}$  até  $6\pm 1$   $\mu\text{m}$ . Portanto, a textura de recristalização foi afetada. A componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  em bandas de cisalhamento no aço AISI 410 foi observada na Figura 6.10c. Os resultados indicam que a nucleação e o crescimento de grãos da componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  em bandas de cisalhamento ocorreram durante a recristalização dos aços AISI 410 e AISI 420. A componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  apresentou menor intensidade na textura do aço AISI 420 e não foi observada na textura do aço EN 1.4116 após recozimento. Esse resultado pode ser atribuído à menor frequência de formação de bandas de cisalhamento durante a laminação a frio com a redução do tamanho de grão inicial [3–5,46,49].

A maior área de contornos de grão promoveu o aumento da intensidade da fibra  $\gamma$  na textura de recristalização do aço EN 1.4116 (tamanho de grão inicial de  $6\pm 1$   $\mu\text{m}$ ) [7,48,54]. Os contornos de grãos são importantes na nucleação de grãos da fibra  $\gamma$  durante a recristalização [48]. Além disso, a nucleação de grãos  $\{111\}\langle 110\rangle$  nos contornos e no interior de grãos  $\{111\}\langle 112\rangle$  durante a recristalização resultou no pico observado em  $\{111\}\langle 110\rangle$  na textura de recristalização do aço AISI 410 [46,51,52]. A componente  $\{111\}\langle 112\rangle$  foi observada na textura de recristalização devido ao seu

crescimento consumindo a componente  $\{112\}\langle 110\rangle$  da matriz deformada com relação  $35^\circ\langle 110\rangle$  entre as componentes no aço AISI 410 [44,52]. Para os aços AISI 420 e EN 1.4116, o crescimento de núcleos da componente  $\{334\}\langle 483\rangle$  consumindo grãos deformados  $\{112\}\langle 110\rangle$  foi favorecido devido à alta mobilidade dos contornos *coincidence site lattice* (CSL)  $\Sigma 19a$  ( $26.5^\circ\langle 110\rangle$ ). O contorno CSL  $\Sigma 19a$  apresenta menor energia e maior mobilidade, portanto é menos afetado por partículas de segunda fase. A orientação  $(334)[4\bar{8}3]$  deslocada da componente  $(111)[1\bar{2}1]$  apresenta vantagem no crescimento em relação à componente  $\{111\}\langle 110\rangle$  [4,44,46,47].

Portanto, o mecanismo *selective particle drag* ocorreu nos aços AISI 420 e EN 1.4116 para diminuir a força arraste devido à alta fração de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ . Para o aço AISI 420, o crescimento selecionado ocorreu por meio de relação de orientação  $35^\circ\langle 110\rangle$  deslocada  $7^\circ$  de CSL  $\Sigma 19a$ . A maior intensidade da orientação  $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$  deslocada  $5^\circ$  em  $\Phi$  da componente  $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$  foi também causada pelo crescimento selecionado por meio do contorno CSL  $\Sigma 19a$  ( $27^\circ\langle 110\rangle$ ) [96,97]. Portanto, a fibra  $\gamma$  desenvolvida não foi homogênea nos aços AISI 420 e EN 1.4116 devido aos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  e ao mecanismo *selective particle drag*, apesar da componente  $\{112\}\langle 110\rangle$  não ter apresentado alta intensidade na textura de laminação a frio (Figura 6.13).

## 6.2 Microestrutura, características cristalográficas e propriedades mecânicas do aço inoxidável martensítico AISI 420 com 0,196%C após diferentes rotas de processamento termomecânico

### 6.2.1 Microestrutura das amostras na condição ferrítica, fração de carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ e Thermo-Calc

A Figura 6.16 apresenta as microestruturas e as distribuições de tamanho de grão das amostras LF, LF-R(30 s) e LF-R(5 h). A microestrutura apresentou grãos achatados e alongados na DL após laminação a frio. Os carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  foram observados nos contornos e no interior dos grãos (indicados por setas pretas na Figura 6.16). O diâmetro de grão médio obtido foi  $9,7\pm 0,9 \mu\text{m}$  e  $10\pm 1 \mu\text{m}$  para as amostras LF-R(30 s) e LF-R(5 h), respectivamente. A amostra como recebida apresentou diâmetro de grão médio de  $11\pm 1 \mu\text{m}$ . Portanto, o tamanho de grão recristalizado foi próximo em relação à condição como recebida, considerando a incerteza. Além disso, o tamanho de grão não foi influenciado pelo aumento no tempo de encharque. Esses resultados corroboram os valores encontrados para o diâmetro de grão médio dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 (Tabela 6.1). Conforme mencionado anteriormente, os grãos recristalizaram e cresceram até o início da restrição da movimentação dos contornos de grãos pelos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  [3]. Os carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  retardaram fortemente a movimentação dos contornos de grãos e conseqüentemente não houve crescimento de grão com o aumento do tempo de encharque.

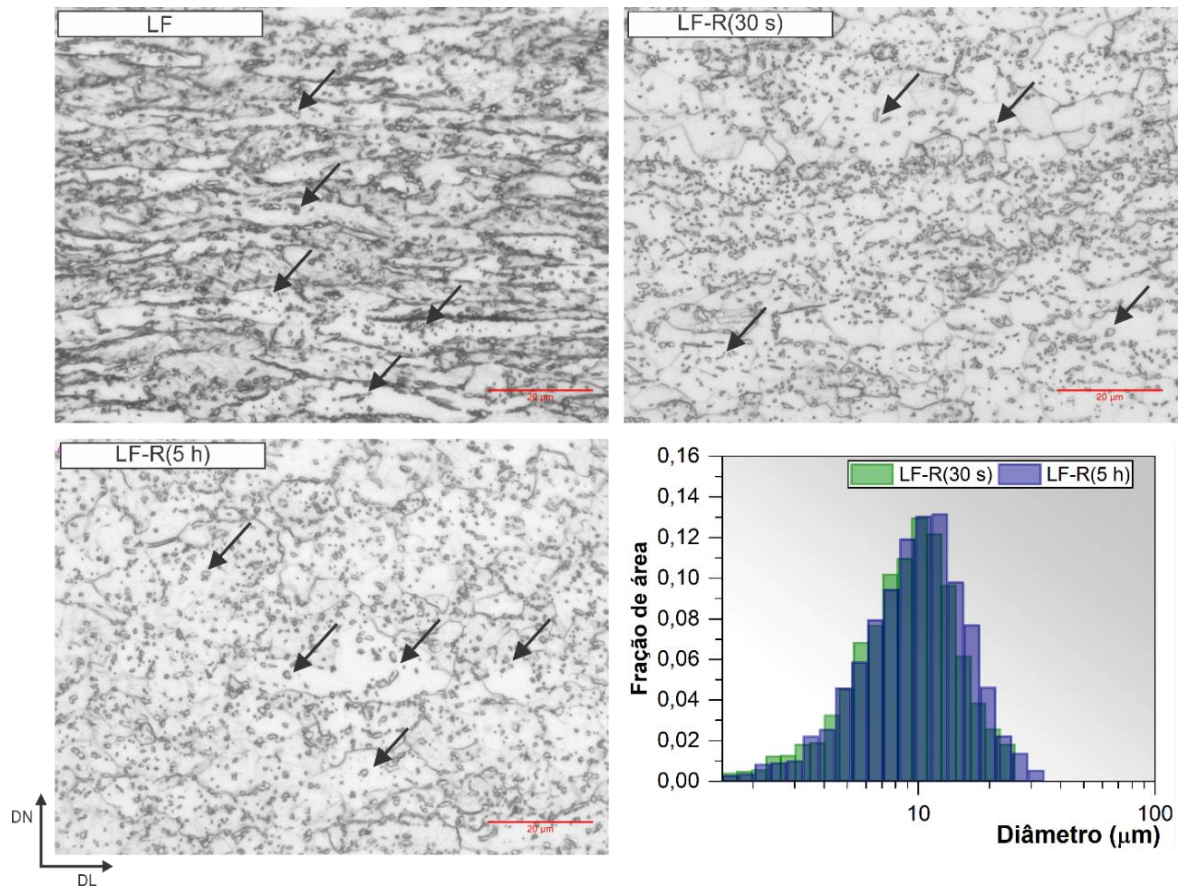


Figura 6.16: AISI 420 com 0,196%C - Microestrutura e a distribuição de tamanho de grão das amostras LF, LF-R(30 s) e LF-R(5 h). Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.17 apresenta a microestrutura da amostra LF a partir dos mapas de figura de polo inversa (IPF), IQ e fator de Taylor. Os carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  foram indexados como ferrita, conforme observado anteriormente. A identificação dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  foi realizada com base na morfologia (Figura 6.8 e Figura 6.9).

A partir da Figura 6.17a, observa-se que a deformação da microestrutura foi heterogênea, ou seja, os grãos apresentaram grau de fragmentação distinto. Os grãos da fibra  $\alpha$  apresentaram deformação mais homogênea e baixo fator de Taylor (Figura 6.17b), exibindo, portanto, menor energia armazenada. Por outro lado, os grãos com orientação da fibra  $\gamma$  apresentaram maior bandeamento e, conseqüentemente, maior fator de Taylor. Esses resultados evidenciam o efeito da orientação na energia armazenada [49,50].



Bandas de deformação com inclinação positiva e negativa indicadas por setas amarelas podem ser observadas na Figura 6.17a. As bandas de deformação foram formadas no interior de grãos com alto fator de Taylor. Grãos com orientação de alto fator de Taylor apresentam maior resistência à deformação [49,98]. Portanto, bandas de deformação foram formadas para acomodar a deformação. A mudança de orientação entre as bandas de orientação foi acentuada. Sendo assim, as bandas de deformação foram separadas por contornos de grão induzidos por deformação, contornos de alto ângulo [3].

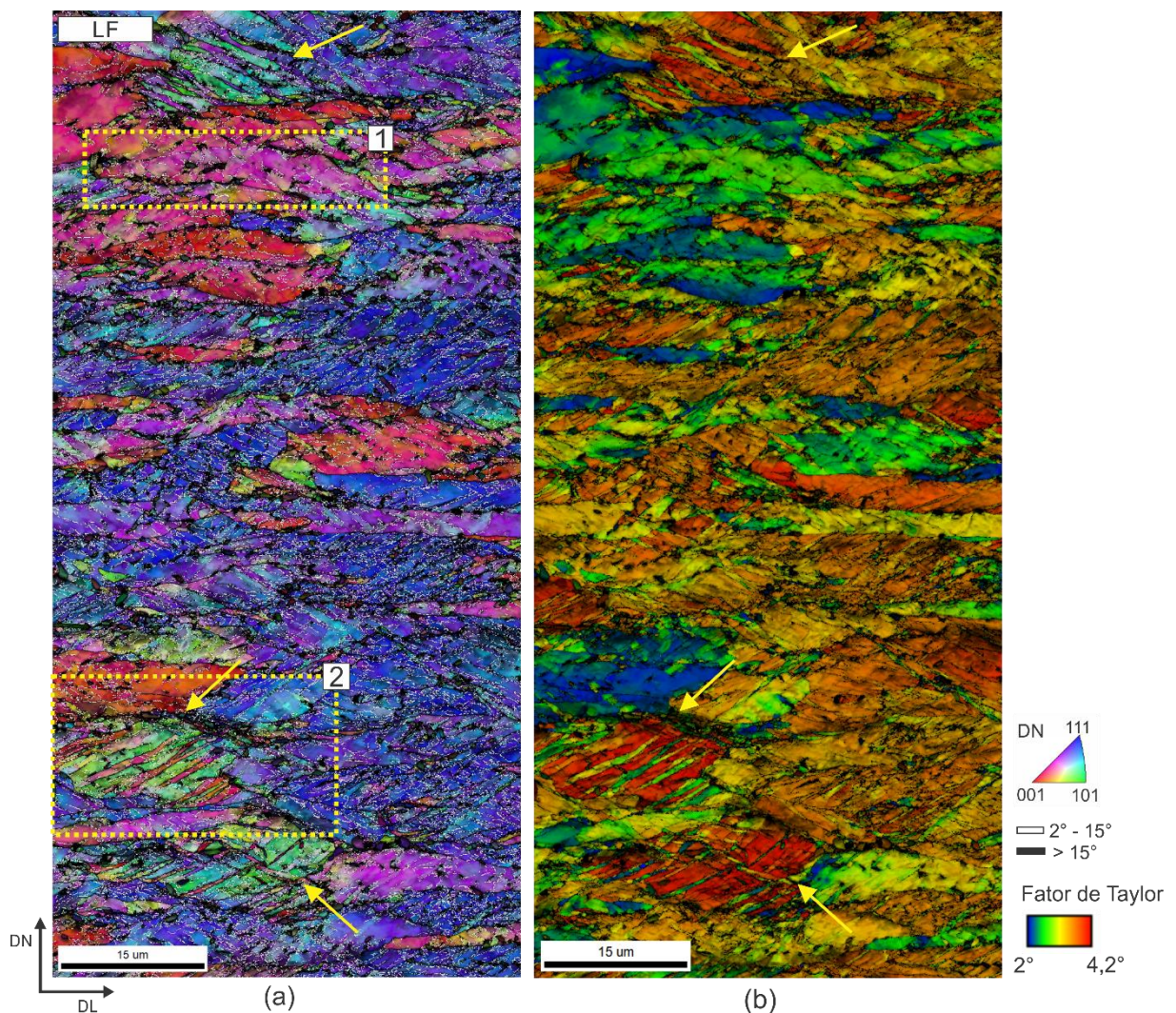


Figura 6.17: AISI 420 com 0,196%C – Amostra LF: (a) IPF-DN e (b) mapa com fator de Taylor. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.18 apresenta em detalhe a deformação no interior de um grão da fibra  $\alpha$  e as bandas de deformação no interior de um grão Goss rodado  $\{110\}\langle 110\rangle$ , áreas 1 e 2 indicadas na Figura 6.17a, respectivamente. Observa-se que a fragmentação dos grãos da fibra  $\alpha$  pode ser associada à maior deformação em torno dos carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  no interior e nos contornos de grãos. A fragmentação dos grãos da fibra  $\alpha$  no aço AISI 420 com 0,196%C foi maior em relação ao aço AISI 410 (Figura 6.10).

A partir da Figura 6.18b, nota-se que as regiões 2, 4 e 6 rotacionaram para orientações com menor fator de Taylor. Por outro lado, observa-se que as regiões 1, 3, 4 e 6 apresentaram alto fator de Taylor, portanto exibiram maior energia armazenada [49]. O sistema de escorregamento nas regiões 1 e 3 foi  $(0\bar{1}1)[\bar{1}11]$  e nas regiões 5 e 7 foi  $(\bar{1}\bar{1}0)[1\bar{1}1]$ . Na região 4, o sistema de escorregamento foi  $(\bar{1}01)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ . Já nas regiões 2 e 6, o sistema de escorregamento foi  $(\bar{3}12)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  e  $(213)[11\bar{1}]$ , respectivamente. Esses resultados indicam que menor resistência à deformação por escorregamento aconteceu nas regiões 2, 4 e 6. A deformação no interior desse grão foi acomodada pela ativação de diferentes sistemas de escorregamento e por consequência originou orientações diferentes [3]. Além disso, observa-se que as bandas de deformação indicadas por setas amarelas na Figura 6.17a apresentam a mesma morfologia.

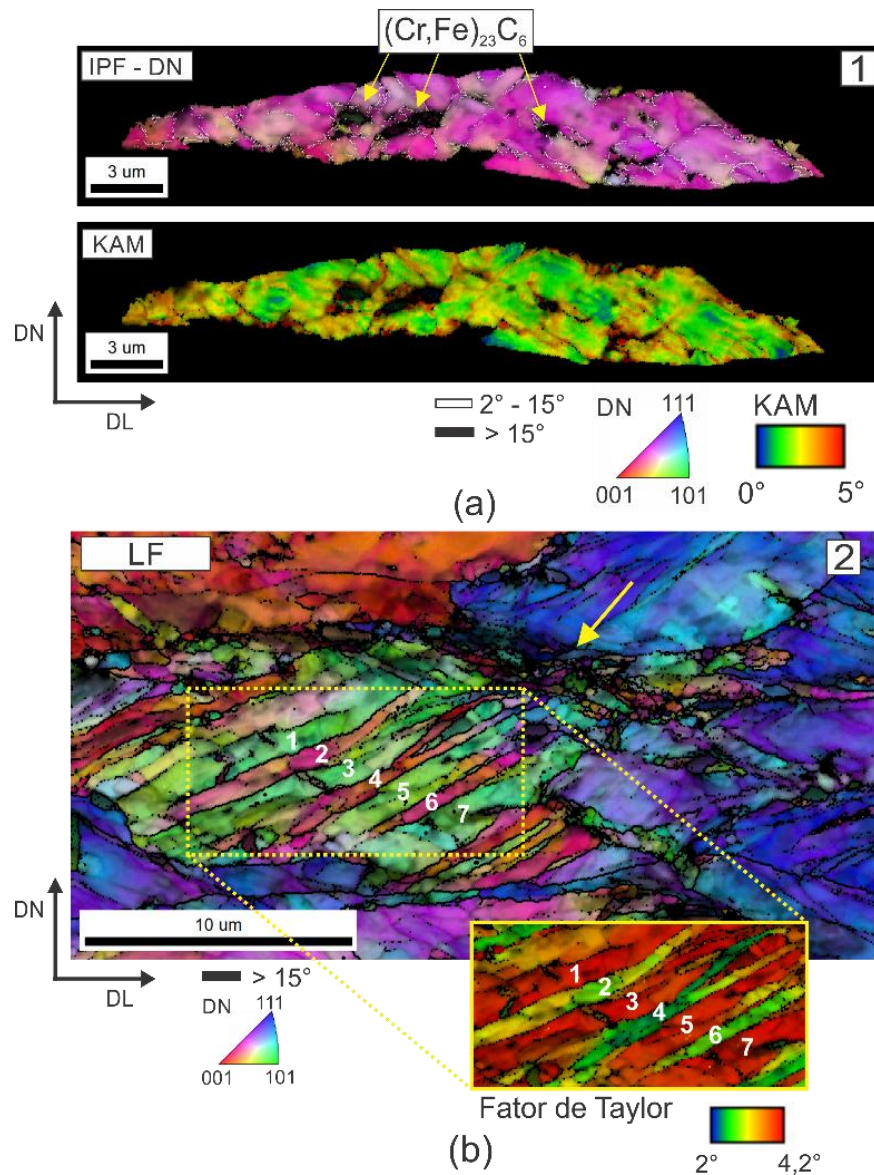


Figura 6.18: (a) Deformação no interior de um grão da fibra  $\alpha$  e (b) bandas de deformação no interior de um grão Goss rodado  $\{110\}\langle 110\rangle$  – IPF – DN e mapa com o fator de Taylor. Áreas 1 e 2 indicadas na Figura 6.17a.

A estabilidade das fases em equilíbrio termodinâmico em função da temperatura para o aço inoxidável martensítico AISI 420 foi calculada usando Thermo-Calc e apresentada na Figura 6.19. A ferrita e o carboneto  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  são estáveis na temperatura de recozimento investigada neste estudo, conforme observado na Figura 6.16. A fração de carboneto  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  no equilíbrio foi 0,037 a 770 °C. O campo intercrítico (ferrita e austenita) estendeu-se de 813 °C até 830 °C. A temperatura de dissolução completa do carboneto  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  foi 951 °C. Assim, o campo monofásico da austenita, por sua vez, situa-se entre 951 °C e 1230 °C.



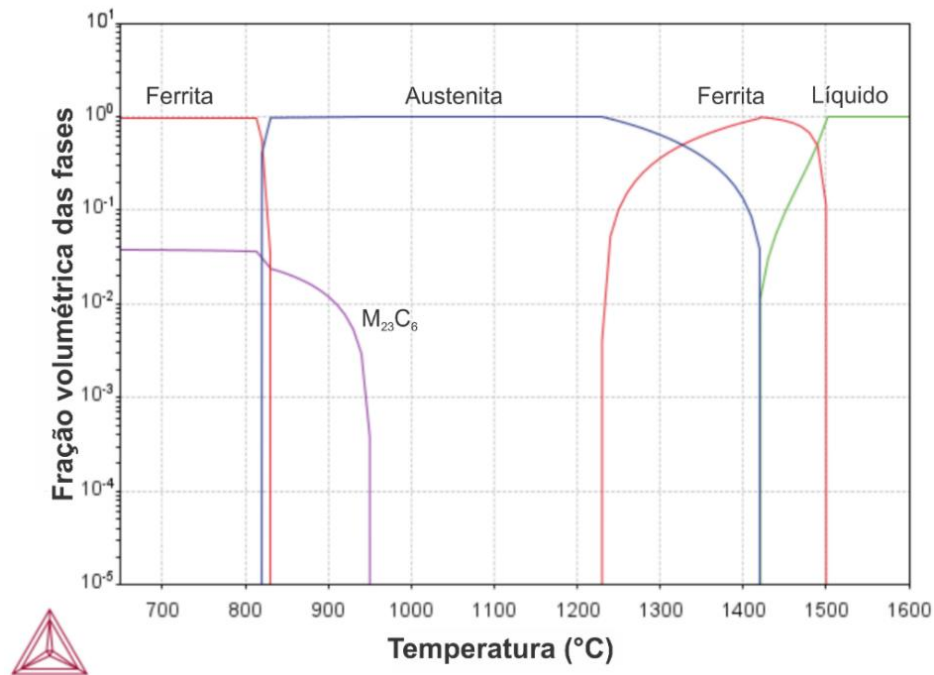


Figura 6.19: AISI 420 com 0,196%C – Simulação termodinâmica usando Thermo-calc com base na composição química apresentada na Tabela 5.1. Fonte: criada pela autora.

A Tabela 6.2 apresenta a fração de carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ . A amostra LF-R(30 s) apresentou a maior fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ , portanto a precipitação de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  ocorreu durante o recozimento, conforme observado para os aços AISI 410 e EN 1.4116 (Tabela 6.1) [3]. A fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  das amostras LF-R(30 s) e LF-R(5 h) foi maior em relação à condição de equilíbrio, 0,037 a 770 °C. A fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  na amostra LF-R(5 h) foi menor, portanto houve dissolução no encharque com tempo de encharque de 5 h. Entretanto, a dissolução não foi suficiente para levar a um significativo crescimento de grão e para atingir o equilíbrio termodinâmico como mostrado na Figura 6.16 e na Figura 6.19, respectivamente, e observado para os aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 (Tabela 6.1).

Após têmpera, a fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  diminuiu com o aumento da temperatura de austenitização, como reportado na literatura [24–27]. Destaca-se que os valores encontrados para a fração de carbonetos  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  foram relativamente próximos para a mesma temperatura de austenitização quando as condições iniciais são comparadas, considerando o erro.

Tabela 6.2: AISI 420 com 0,196%C – Fração de carboneto  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ . Fonte: criada pela autora.

Condição inicial	Temperatura de austenitização				
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	
LF	0,037±0,005	0,017±0,002	0,008±0,002	0,006±0,001	0,003±0,001
LF-R(30 s)	0,089±0,006	0,019±0,002	0,012±0,002	0,004±0,001	0,001±0,001
LF-R(5 h)	0,052±0,004	-	-	0,004±0,001	-

### 6.2.2 Caracterização da microestrutura temperada

Os mapas de orientação e de contornos de grãos das amostras após têmpera são apresentados na Figura 6.20. As linhas vermelhas e pretas representam a diferença de orientação entre os grãos austeníticos ( $19^\circ < \omega < 49^\circ$ ) e os pares de variantes ( $5^\circ < \omega < 19^\circ$  e  $\omega > 49^\circ$ ), respectivamente, de acordo com a relação de orientação G-T (Tabela 4.3). Observa-se que a microestrutura é formada por ripas de martensita e de carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  (regiões não indexadas indicadas por setas na Figura 6.20). Os contornos de grãos austeníticos prévios podem ser identificados na Figura 6.20b. Os pacotes no interior de um grão austenítico prévio apresentam blocos com inclinações diferentes em relação à DL. Sendo assim, os grãos austeníticos prévios foram divididos em pacotes e cada pacote foi subdividido em blocos, conforme reportado por Morito *et al.* [9,11] e Kitahara *et al.* [10].

Observa-se que alguns blocos atravessam completamente o grão austenítico prévio (conforme indicado por setas na Figura 6.20a). A morfologia da martensita não apresentou diferença em relação à microestrutura ferrítica inicial. Além disso, a fração de contornos de grão de alto ângulo ( $\omega > 15^\circ$ ) foi 0,650, 0,646 e 0,662 para as amostras LF-A-T, LF-R(30 s)-A-T e LF-R(5 h)-A-T, respectivamente. Portanto, a fração de contornos de alto ângulo também não foi influenciada pela microestrutura ferrítica inicial.



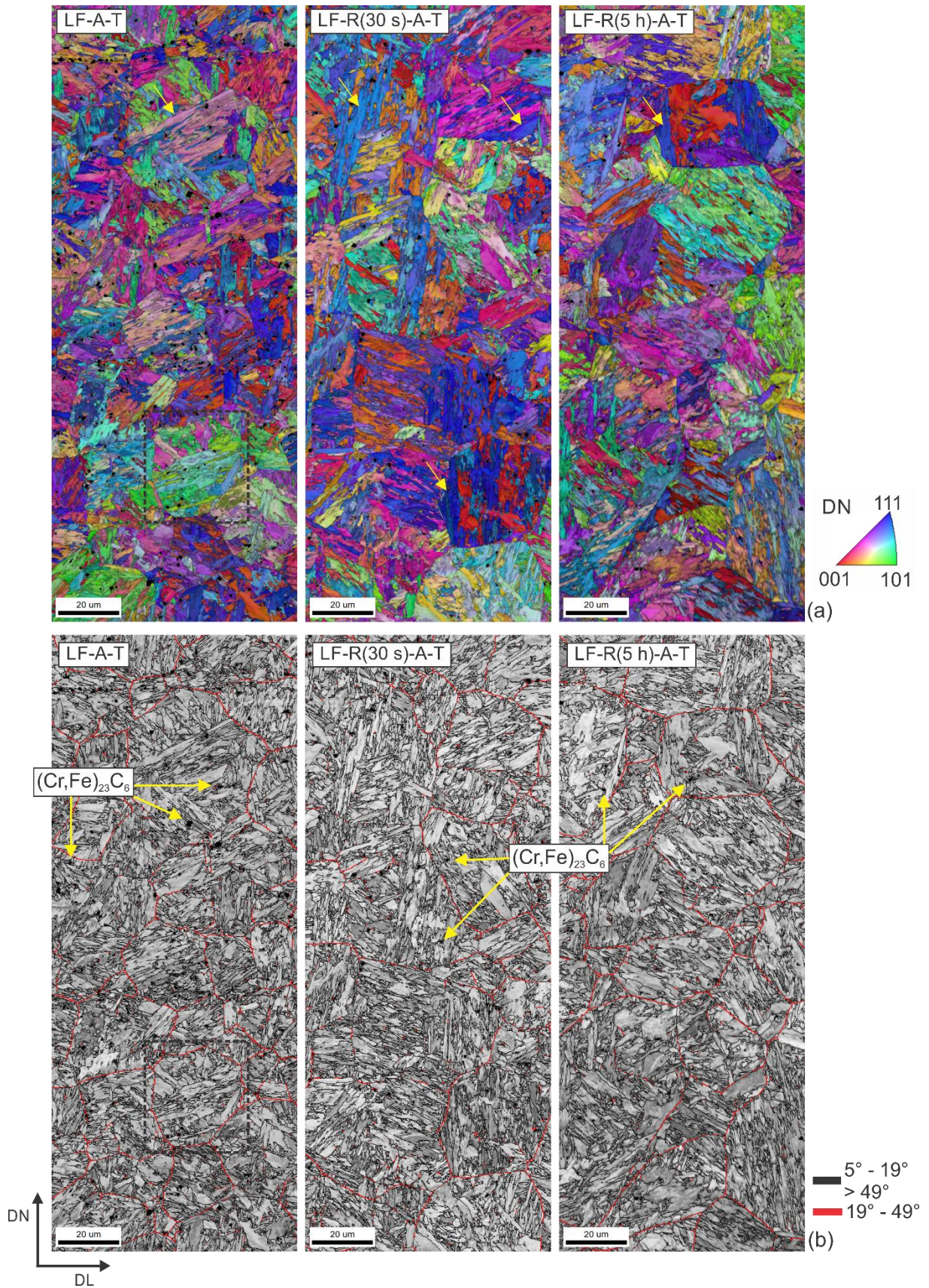


Figura 6.20: AISI 420 com 0,196%C – Amostras após têmpera: (a) IPF-DN e (b) mapas de contorno de grão. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ. As setas indicam carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$ . Fonte: criada pela autora.

A Tabela 6.3 exibe os ângulos de Euler da relação de orientação das amostras LF-A-T, LF-R(30 s)-A-T e LF-R(5 h)-A-T. O desvio angular médio foi 4,09°, 3,25° e 5,82° para as relações de orientação K-S, G-T e N-W, respectivamente, considerando a diferença de orientação entre as variantes. Portanto, a relação de orientação foi próxima da relação de orientação G-T, conforme relatado por Alcântara *et al.* [65].

Tabela 6.3: AISI 420 com 0,196%C – Relação de orientação experimental – MTEX.  
Fonte: criada pela autora.

	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
LF-A-T	174,2°	46,2°	176,1°
LF-R(30 s)-A-T	174,1°	46,1°	176,2°
LF-R(5 h)-A-T	174,0°	46,0°	176,3°

A Figura 6.21 apresenta os mapas de orientação da austenita reconstruída. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ da martensita (Figura 6.20). As regiões não indexadas nos mapas de orientação são carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  ou austenita não reconstruída. A austenita reconstruída apresentou grãos com desvio da fibra  $\alpha$  ( $\langle 101 \rangle \parallel \text{DN}$ ) e contornos de macla (CSL  $\Sigma 3$ ) representam um desafio na reconstrução da austenita [99]. Conforme mencionado anteriormente, a microestrutura ferrítica inicial não influenciou a morfologia da martensita e, conseqüentemente, a microestrutura da austenita também não apresentou diferenças.

Após laminação a frio, a formação da austenita pode acontecer a partir da ferrita deformada ou recristalizada [100–104]. A nucleação da austenita é observada em sítios de maior flutuação da concentração de carbono [105]. Estudos relatam que o aumento da taxa de aquecimento leva à sobreposição da recristalização da ferrita e formação da austenita no recozimento intercrítico em aços *Dual-Phase*. A formação da austenita a partir da ferrita deformada ou recristalizada influencia a cinética de transformação e a localização dos núcleos em aços com microestrutura inicial composta por ferrita e perlita ou martensita [100–104]. Durante a recristalização, contornos de grãos ferríticos em movimento não são sítios preferenciais para a nucleação da austenita [100,101]. Por outro lado, Kestens *et al.* [106] relataram que



a recristalização completa da ferrita aconteceu antes do início da transformação da fase ferrita em austenita para taxas altas (300°C/s e 4500°C/s) em aço carbono livre de intersticiais.

A taxa de aquecimento realizada neste trabalho (4,0 °C/s) simula o processo industrial e pode ser considerada baixa. Além disso, a ferrita apresentou grãos recristalizados após recozimento a 770 °C (Figura 6.16) para a taxa de aquecimento próxima. O início da formação da austenita ocorre em 813 °C, simultaneamente ao início da dissolução de carbonetos no equilíbrio (Figura 6.19). A grande área de contornos de grão após laminação a frio oriunda do tamanho de grão inicial fino e a formação de bandas de deformação aumentam a taxa de recristalização. As bandas de deformação apresentaram contornos de grão induzidos por deformação e alto fator de Taylor nas regiões 1, 3, 5 e 7 (Figura 6.17b) e, conseqüentemente, maior energia armazenada [49,50]. Essas regiões e os contornos de grãos são sítios para a nucleação de grãos recristalizados [3]. Assim, esses resultados indicam que a recristalização aconteceu antes da transformação de fase, ou seja, a formação de austenita aconteceu após recristalização da ferrita para a amostra LF-A-T. Portanto, a microestrutura inicial da ferrita não influenciou a austenita e, conseqüentemente, a martensita.

Além disso, os carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  podem ter evitado o crescimento adicional dos grãos austeníticos durante o encharque de 5 min nas amostras LF-R(30 s)-A-T e LF-R(5 h)-A-T, uma vez que a fração observada foi próxima para as temperaturas de austenitização de 950°C a 1100°C (Tabela 3). Sendo assim, a fração inicial de carbonetos na microestrutura também não afetou a microestrutura martensítica.



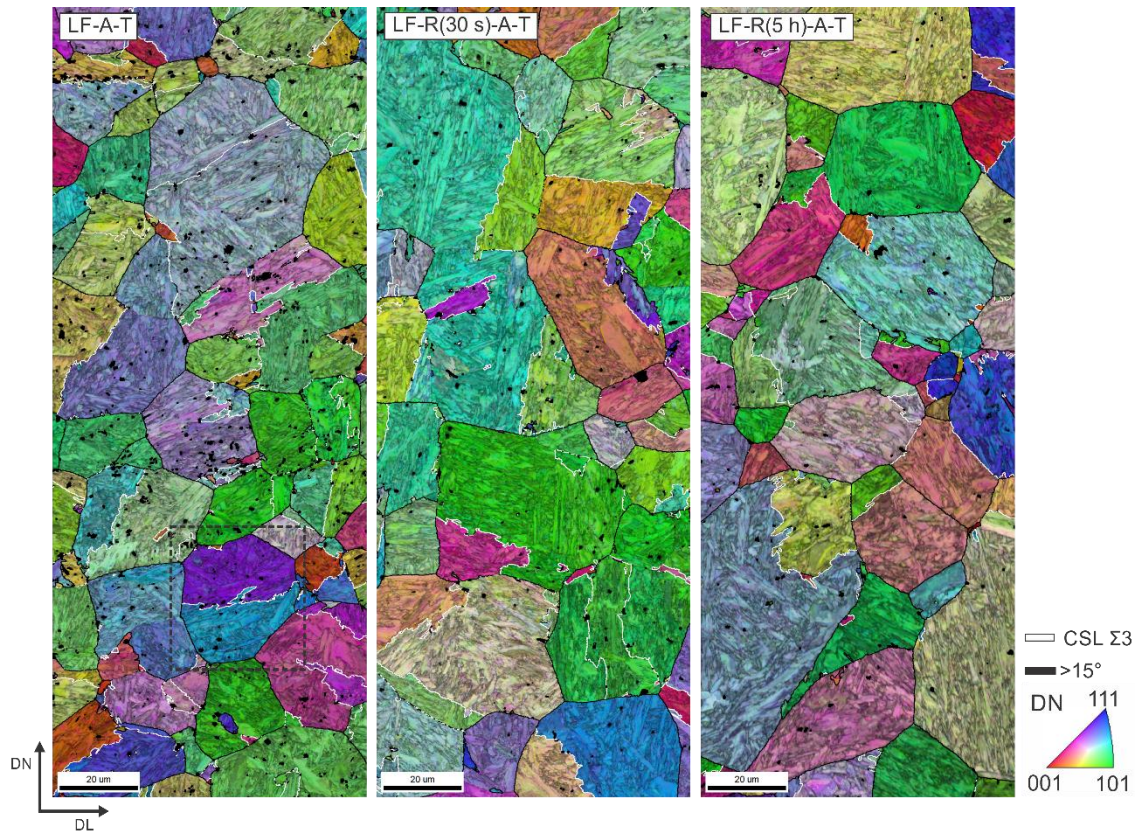


Figura 6.21: AISI 420 com 0,196%C – Austenita reconstruída: IPF-DN. As regiões em preto são carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  ou austenita não reconstruída. Fonte: criada pela autora.

A Tabela 6.4 apresenta a diferença de orientação entre pares de variantes considerando V1 como referência para as relações de orientação experimentais. A Figura 6.22 mostra a fração de contornos dos pares de variantes e a figura de polo (001) com as 24 variantes para um grão austenítico (001)[100] e relação de orientação teórica G-T. A diferença de orientação do par V1/V4 variou entre  $5,65^\circ$  até  $6,07^\circ$ . Além disso, os pares de variantes que pertencem ao mesmo grupo Bain apresentaram diferença de orientação maior quando comparados à relação de orientação G-T (Tabela 4.3), porém exibiram diferença de orientação menor em relação à K-S [10]. Os pares de variantes que pertencem a diferentes grupos Bain apresentaram diferença de orientação maior que  $51,15^\circ$ ,  $51,29^\circ$  e  $51,15^\circ$  para LF-A-T, LF-R(30 s)-A-T e LF-R(5 h)-A-T, respectivamente.

A partir da Figura 6.22, observa-se maior fração de contornos entre variantes do mesmo grupo CP. Os pares de variantes V1/V2, V1/V3, V1/V4, e V1/V5 apresentaram maior fração de contornos. Nota-se que a fração de contornos dos pares de variantes não foi influenciada pela microestrutura inicial antes da têmpera. Além disso, um pico no par de variantes V1/V2 ou V1/V4 não foi observado em contraste com o reportado na literatura para aços carbono [9,14,22,23]. Portanto, não houve a formação de um par eixo/ângulo de rotação específico de um par de variantes durante a transformação martensítica. A fração de contornos de variantes no interior de um mesmo grupo Bain foi 0,26, 0,27 e 0,26 para LF-A-T, LF-R(30 s)-A-T e LF-R(5 h)-A-T, respectivamente. Portanto, a fração de contornos de variantes considerando o mesmo grupo Bain também não apresentou variação. Além disso, as frações de contornos de blocos encontradas foram consideravelmente próximas, as amostras LF-A-T, LF-R(30 s)-A-T e LF-R(5 h)-A-T apresentaram 0,31, 0,33, e 0,34, respectivamente. Esses resultados estão de acordo com as frações de contornos de grãos de alto ângulo observadas.

O aço inoxidável AISI 420 com 0,196%C apresentou microestrutura composta predominantemente por contornos de sub-bloco (par de variantes V1/V4) e pares de variantes com alta diferença de orientação, indicando que a ocorrência do mecanismo de acomodação plástica da deformação de forma ocorreu independente da condição da microestrutura anterior à têmpera [9,14,15]. Destaca-se que a fração de contornos dos pares de variantes com alta diferença de orientação foi maior, refinando a microestrutura. Além disso, os pares de variantes V1/V4 e V1/V8 apresentaram baixo desvio ( $3,6^\circ - 4,0^\circ$ ), conseqüentemente, um erro associado a uma sobreposição na determinação da fração dos contornos desses pares de variantes [14].

Tabela 6.4: AISI 420 com 0,196%C – Diferença de orientação entre pares de variantes considerando a variante 1 como referência: relação de orientação experimental. Fonte: criada pela autora.

Variante	Plano mais compacto	Bain	Diferença de orientação em relação à V1			
			LF-A-T	LF-R(30 s)-A-T	LF-R(5 h)-A-T	
1		B1	-	-	-	
2		B2	60,17° [0,53 0,56 0,64]	60,18° [0,53 0,55 0,64]	60,21° [0,52 0,55 0,65]	
3	(111)	CP1	B3	59,67° [0,52 0,47 0,72]	59,61° [0,52 0,47 0,72]	59,55° [0,52 0,47 0,72]
4			B1	06,07° [0,51 0,00 0,86]	05,85° [0,49 0,00 0,87]	05,64° [0,47 0,00 0,88]
5			B2	59,67° [0,47 0,52 0,72]	59,61° [0,47 0,52 0,72]	59,55° [0,47 0,52 0,72]
6			B3	54,18° [0,71 0,05 0,71]	54,41° [0,71 0,05 0,71]	54,65° [0,71 0,06 0,71]
7			B2	52,17° [0,61 0,52 0,61]	52,20° [0,61 0,51 0,61]	52,23° [0,61 0,51 0,61]
8			B1	08,63° [0,69 0,24 0,69]	08,70° [0,69 0,22 0,69]	08,79° [0,69 0,19 0,69]
9	(1 $\bar{1}$ 1)	CP2	B3	52,41° [0,66 0,21 0,72]	52,44° [0,66 0,21 0,72]	52,46° [0,66 0,21 0,72]
10			B2	51,66° [0,44 0,57 0,69]	51,61° [0,44 0,57 0,69]	51,56° [0,44 0,57 0,69]
11			B1	12,65° [0,45 0,05 0,89]	12,67° [0,46 0,05 0,89]	12,68° [0,46 0,05 0,88]
12			B3	58,24° [0,65 0,18 0,73]	58,03° [0,66 0,18 0,73]	57,83° [0,66 0,18 0,73]
13		B1	12,65° [0,05 0,45 0,89]	12,67° [0,05 0,46 0,89]	12,68° [0,05 0,46 0,88]	
14		B3	51,66° [0,57 0,44 0,69]	51,61° [0,57 0,44 0,69]	51,56° [0,57 0,44 0,69]	
15	(1 $\bar{1}$ 1)	CP3	B2	57,21° [0,25 0,66 0,70]	57,12° [0,25 0,67 0,70]	57,04° [0,25 0,67 0,70]
16			B1	16,13° [0,69 0,20 0,69]	16,05° [0,69 0,19 0,69]	15,97° [0,70 0,18 0,70]
17			B3	51,42° [0,66 0,37 0,66]	51,29° [0,66 0,37 0,66]	51,15° [0,66 0,37 0,66]
18			B2	51,61° [0,29 0,65 0,71]	51,75° [0,29 0,65 0,71]	51,89° [0,29 0,65 0,70]
19		B3	52,41° [0,21 0,66 0,72]	52,44° [0,21 0,66 0,72]	52,46° [0,21 0,66 0,72]	
20		B2	58,24° [0,18 0,65 0,73]	58,03° [0,18 0,66 0,73]	57,83° [0,18 0,66 0,73]	
21	(11 $\bar{1}$ )	CP4	B1	17,90° [0,31 0,00 0,95]	17,92° [0,31 0,00 0,95]	17,94° [0,30 0,00 0,73]
22			B3	51,61° [0,65 0,29 0,71]	51,75° [0,65 0,29 0,71]	51,89° [0,65 0,29 0,70]
23			B2	57,21° [0,66 0,25 0,70]	57,12° [0,67 0,25 0,70]	57,04° [0,67 0,25 0,70]
24			B1	17,26° [0,13 0,00 0,99]	17,30° [0,12 0,00 0,99]	17,33° [0,11 0,00 0,99]

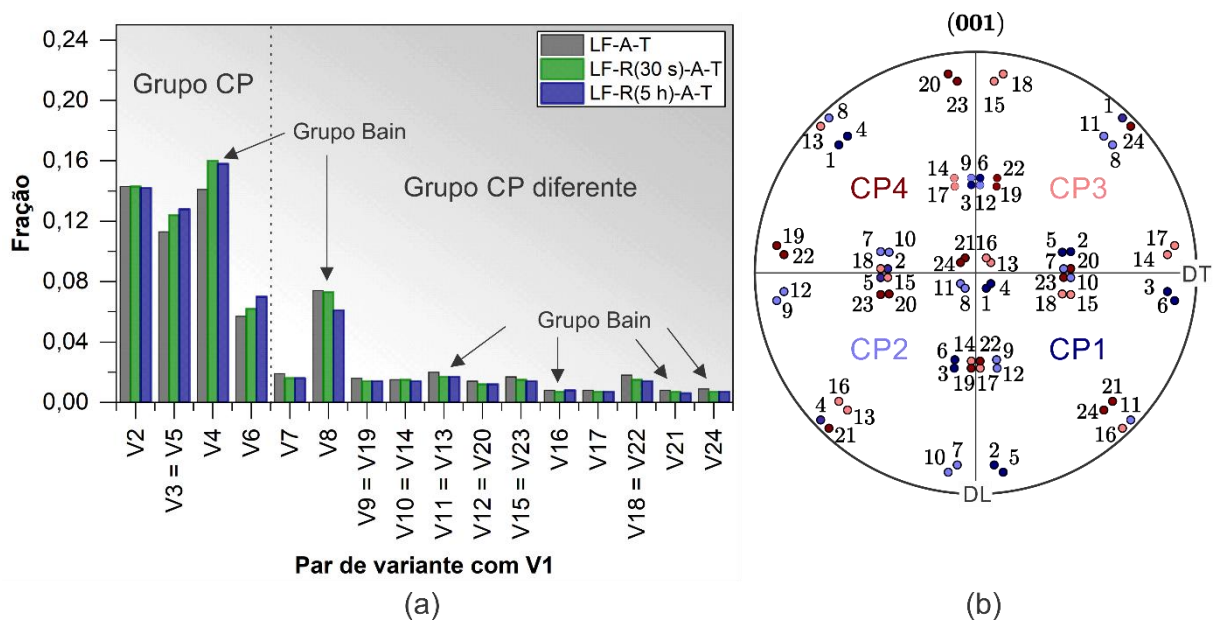


Figura 6.22: AISI 420 com 0,196%C: (a) Fração de contornos de pares de variantes considerando V1 como referência e (b) figura de polo (001) com as 24 variantes para um grão austenítico (001)[100] e relação de orientação G-T. Desvio de 3°. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.23 apresenta os mapas de pacote e os grupos Bain destacados em diferentes cores e sobrepostos aos mapas de IQ da martensita. A Tabela 6.5 mostra o tamanho do pacote e dos grupos Bain e a largura do bloco. Os pacotes formados no interior de um grão austenítico prévio apresentaram diferentes formas e tamanhos [11]. A formação de quatro pacotes e três grupos Bain ocorreu no interior dos grãos austeníticos. Os grupos Bain apresentaram morfologia alongada em um arranjo paralelo no interior de um pacote. Alguns grupos Bain atravessaram completamente o grão austenítico prévio. A diferença de orientação máxima no interior de um grupo Bain foi 17,94° (Tabela 6.4), sendo esse valor próximo ao convencionalmente estabelecido na literatura como limite entre os contornos de grão de baixo e de alto ângulo. O tamanho do pacote e dos grupos Bain e a largura do bloco foram significativamente próximos para as três condições iniciais investigadas. O teor de carbono em solução sólida e o tamanho de grão austenítico prévio influenciam o tamanho do pacote e a largura do bloco [9,12,13,16,20,21]. A partir da Tabela 6.2 e da Figura 6.21, pode-se inferir que não houve variação significativa do tamanho de grão austenítico prévio e do teor de carbono em solução sólida antes da têmpera. Portanto, a morfologia, o tamanho do pacote e dos grupos Bain e a largura do bloco não foram influenciados pela condição inicial da microestrutura ferrítica.



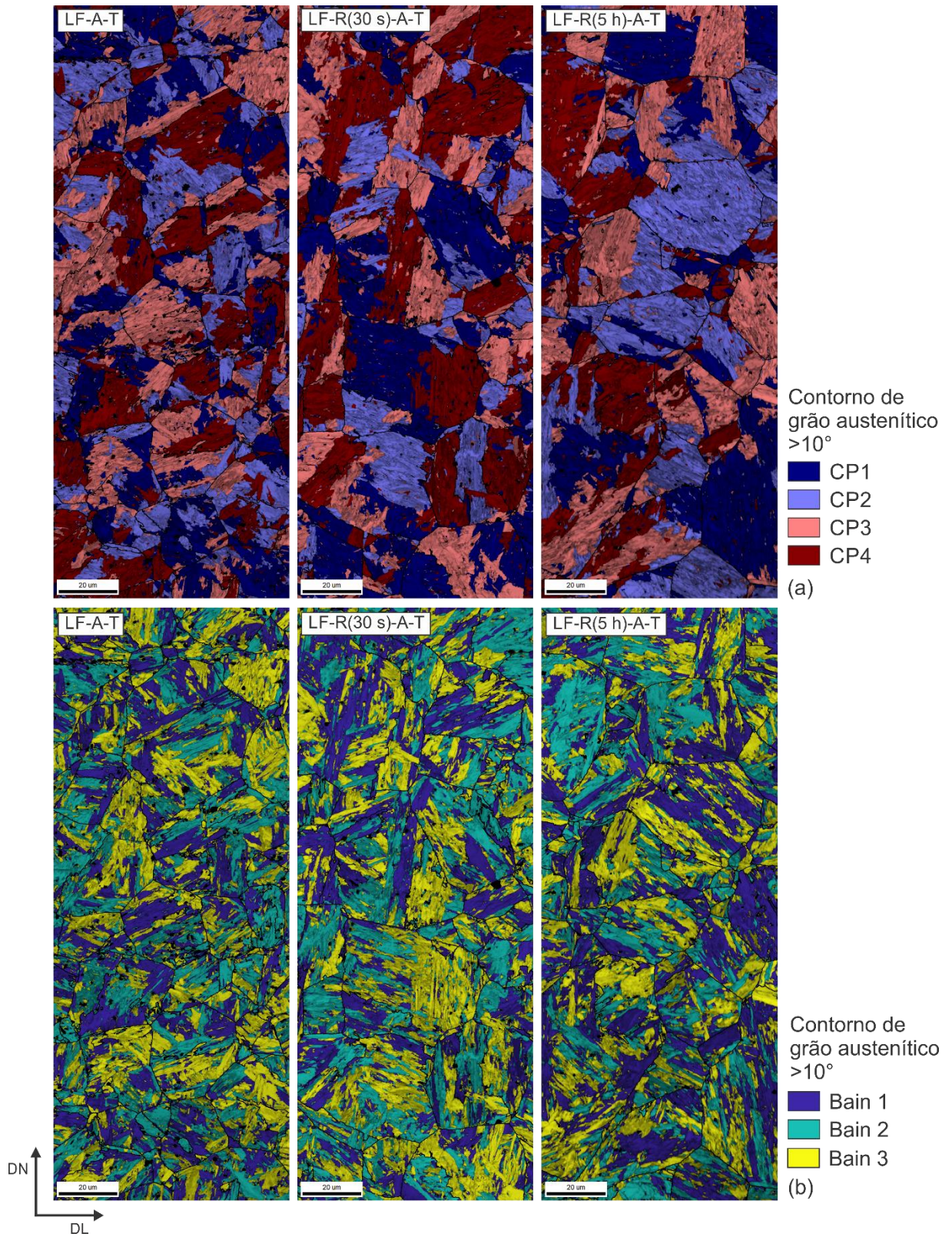


Figura 6.23: AISI 420 com 0,196%C – Mapas: (a) pacotes e (b) grupos Bain. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ da martensita. Fonte: criada pela autora.

Tabela 6.5: AISI 420 com 0,196%C – Tamanho do pacote e dos grupos Bain e largura do bloco. Fonte: criada pela autora.

	Pacote ( $\mu\text{m}^2$ )	Bain ( $\mu\text{m}^2$ )	Bloco ( $\mu\text{m}$ )
LF-A-T	4,7 $\pm$ 0,7	3,0 $\pm$ 0,5	2,1 $\pm$ 0,5
LF-R(30 s)-A-T	4,2 $\pm$ 0,9	2,9 $\pm$ 0,5	2,1 $\pm$ 0,3
CR-R(5 h)-A-T	5 $\pm$ 1	3,3 $\pm$ 0,6	2,3 $\pm$ 0,7

A Figura 6.24 apresenta o grão austenítico prévio indicado por um retângulo preto na Figura 6.20 e na Figura 6.21. A Figura 6.24 mostra os mapas de orientação da martensita, dos grupos Bain, dos pacotes e das variantes. A figura de polo  $\{110\}$  experimental e calculada do bloco, indicado por um retângulo amarelo, também é apresentada.

Observa-se que os contornos de sub-bloco no interior dos blocos apresentam morfologia irregular (Figura 6.24a) [11]. Sendo assim, os sub-blocos são identificados como um bloco com a orientação média de ambas as variantes (mesmo Grupo Bain) ou três variantes para ângulos de tolerância baixos, por exemplo 3°. Portanto, a identificação das variantes, dos pacotes e dos grupos Bain foi realizada com base na orientação dos pontos da martensita e da austenita reconstruída dos mapas nesta Tese. Por meio desse procedimento, os pares de variantes com baixa diferença de orientação pertencentes ao mesmo grupo Bain foram identificadas no interior do bloco como pode ser observado no mapa das variantes (Figura 6.24a). Apesar de não ter sido observada uma tendência para a formação de um par eixo/ângulo de rotação específico como mencionado acima, observa-se que os blocos apresentaram pares de variantes pertencentes ao mesmo grupo Bain, reforçando a conclusão de que a microestrutura é composta por contornos de sub-blocos (par de variantes V1/V4) e pares de variantes com alta diferença de orientação.

As figuras de polo  $\{100\}$  (experimental e calculada – Figura 6.24b) do bloco indicado por um retângulo amarelo na Figura 6.24a mostram a formação de variantes (par de variantes V14/V17– CP3, V3 – CP1 e V9 – CP2) que pertencem a diferentes pacotes no interior de um bloco. Essa evidência é resultado da baixa diferença de orientação entre variantes no interior de um bloco que pertencem a diferentes grupos CP. Além disso, a acomodação plástica da deformação de forma na microestrutura da austenita e/ou martensita pode ter contribuído para a formação de variantes que pertencem a diferentes pacotes no interior de um bloco, uma vez que a matriz austenítica é rotacionada em torno das ripas de martensita [59]. As orientações da martensita estão espalhadas em torno da orientação ideal das variantes [10].

As evidências mencionadas acima também podem ser observadas nos mapas dos grupos Bain (Figura 6.23b e Figura 6.24). Os blocos indicados pelas setas 1 e 2 foram observados no interior de um bloco composto pelos pares de variantes V15/V18 e V20/V23, respectivamente. Essas variantes pertencem ao mesmo pacote e apresentam alta diferença de orientação. Esse aspecto cristalográfico pode ser explicado com base na formação de variantes alongadas e de variantes que se estendem para fora da seção bidimensional analisada, morfologia 3D característica da martensita [107]. Portanto, o refinamento de grão martensítico pode ser medido por meio dos grupos Bain devido à relação de orientação cristalina encontrada. Além disso, a morfologia da martensita observada foi a mesma para as condições iniciais investigadas (Figura 6.20). Destaca-se que a determinação dos grupos Bain é baseada nas características cristalográficas da martensita. A inclinação plano de hábito em relação à superfície observada e a largura do bloco aparente são consideradas no cálculo da largura do bloco [12]. A identificação da largura aparente pode tornar-se difícil devido à morfologia irregular dos blocos e da morfologia 3D característica das ripas martensita [107].



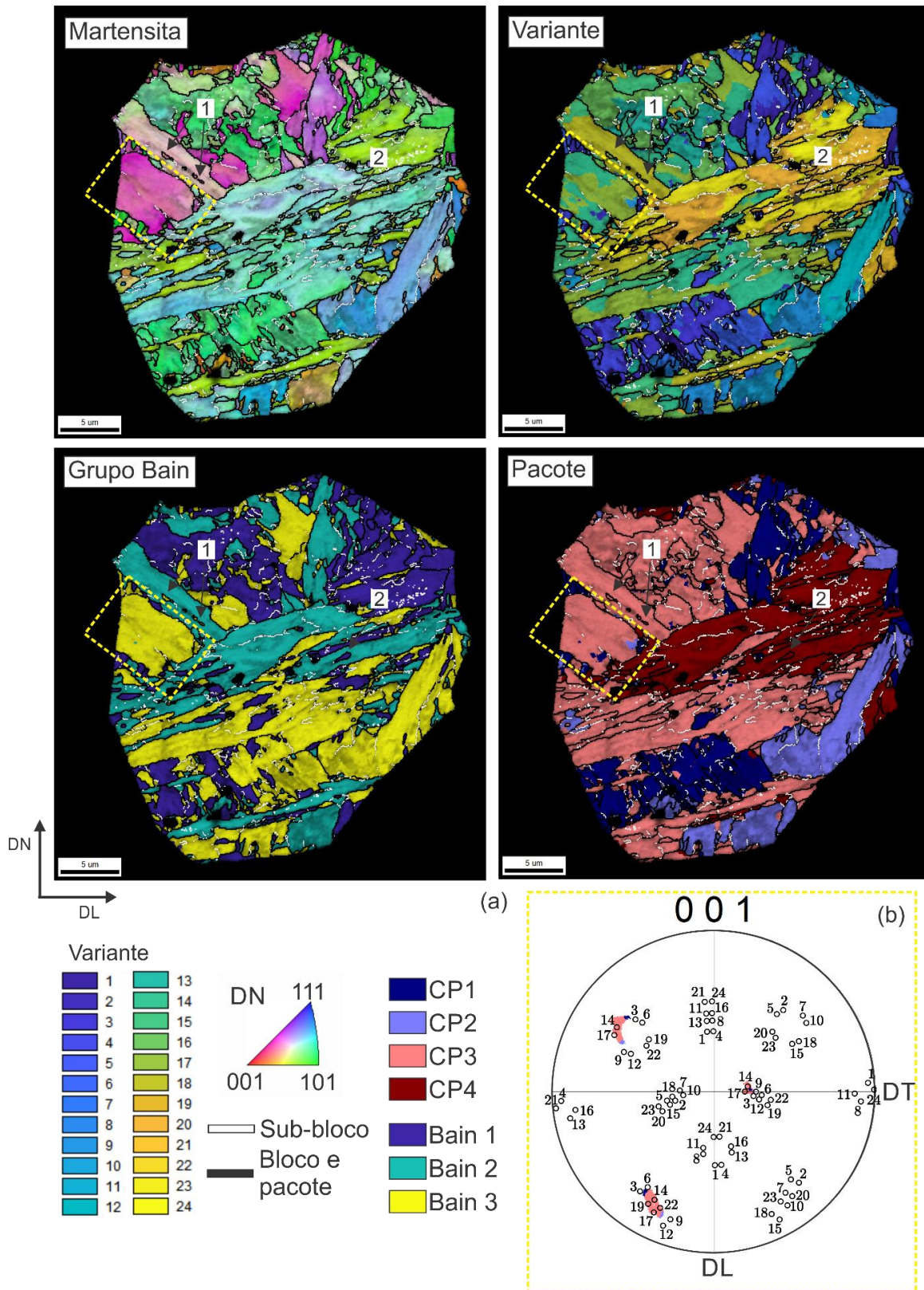


Figura 6.24: AISI 420 com 0,196%C – Grão austenítico prévio indicado na Figura 6.20 e Figura 6.21: (a) IPF-DN da martensita, mapas das variantes, dos pacotes e grupos Bain sobrepostos ao mapa de IQ e (b) figuras de polo {100} (experimental e calculada do bloco indicado por um retângulo amarelo na Figura 6.24a). Contornos de sub-blocos:  $06.07^\circ < 0.51 \ 0.00 \ 0.86$  - Contornos de bloco:  $>7^\circ$  (Tabela 6.4). Fonte: criada pela autora.

### 6.2.3 Propriedades mecânicas

As curvas tensão-deformação para todas as amostras são apresentadas na Figura 6.25. A Tabela 6.6 exibe o  $\sigma_e$ ,  $\sigma_r$ ,  $e_t$  e a dureza. A amostra LF apresentou maior resistência mecânica e menor  $e_t$ , como esperado. As amostras LF-R(30 s) e LF-R(5 h) apresentaram valores próximos para  $\sigma_e$ ,  $\sigma_r$  e dureza, considerando o erro. Conforme mencionado acima, não houve crescimento do grão ferrítico com o aumento do tempo de encharque. As amostras LF-R(30 s) e LF-R(5 h) apresentaram limite de escoamento descontínuo.

Após o processo de têmpera, os valores obtidos para  $\sigma_e$ ,  $\sigma_r$ ,  $e_t$  e dureza foram significativamente próximo e as curvas tensão-deformação se sobrepõem até o  $\sigma_r$ , portanto o comportamento de encruamento também não apresentou variação em relação à condição inicial ferrítica. O limite de escoamento é afetado pelo tamanho do pacote e pela largura do bloco [12,16,77,78]. A condição inicial não influenciou o tamanho e a morfologia dos pacotes e dos grupos Bain. A largura do bloco e as frações de contornos de pares de variantes também não foram afetadas, conforme mencionado acima. Portanto, as amostras apresentaram o mesmo nível de resistência mecânica.

A condição inicial deformada não apresentou mudanças na microestrutura, características cristalográficas ou variação na resistência mecânica. Além disso, deve-se considerar a alta dureza e a resistência mecânica da amostra após a laminação a frio nos processos de corte e conformação mecânica anteriores à têmpera.

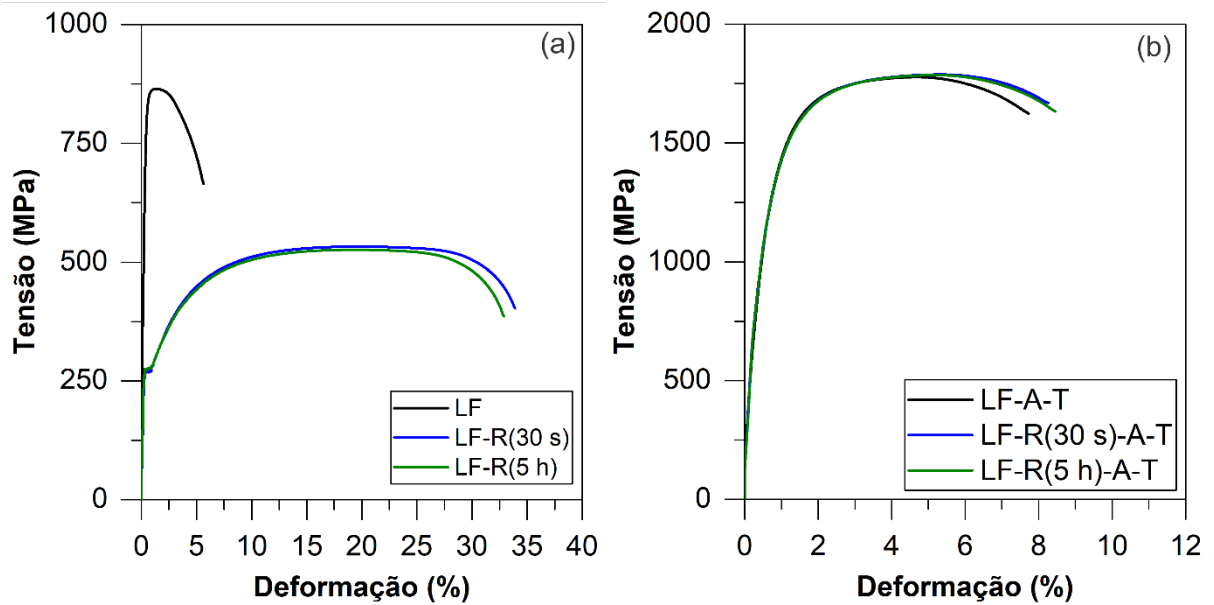


Figura 6.25: AISI 420 com 0,196%C – Curvas tensão-deformação: (a) condição inicial e (b) após têmpera. Fonte: criada pela autora.

Tabela 6.6: AISI 420 com 0,196%C – Propriedades mecânicas. Fonte: criada pela autora.

	Amostra	$\sigma_{e(0,2\%)} \text{ (MPa)}$	$\sigma_r \text{ (MPa)}$	$e_t \text{ (%)}$	Dureza (HV)
Condição inicial	LF	846±7	865±5	5,6±0,4	268±5
	LF-R(30 s)	265±2	537±6	33,9±0,3	148±3
	LF-R(5 h)	268±3	526±4	32,9±0,7	148±3
Temperado	LF-A-T	1294±4	1778±5	7,7±0,4	552±10
	LF-R(30 s)-A-T	1290±4	1789±6	8±1	553±8
	LF-R(5 h)-A-T	1287±5	1786±2	8,5±0,2	548±10

### 6.3 Efeito da temperatura de austenitização na microestrutura, nas características cristalográficas e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável martensítico com 0,335%C

#### 6.3.1 Fração dos carbonetos $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , dilatométrica e difração de raios-X

A Figura 6.26 e a Figura 6.27 mostram os resultados de dilatométrica e os padrões de difração de raios-X, respectivamente, das amostras do aço inoxidável AISI 420 com 0,335%C. A Tabela 6.7 apresenta as fração dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ , e as temperaturas  $M_i$  e  $M_f$ . As temperaturas iniciais ( $A_{c1}$ ) e finais ( $A_{c3}$ ) da transformação da ferrita em austenita encontradas não apresentaram variação significativa como esperado, sendo 838 °C e 907 °C, respectivamente, para a amostra austenitizada a 1100 °C, Figura 6.26a.

A partir da Tabela 6.7, observa-se que houve dissolução dos carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  com o aumento da temperatura de austenitização, conforme observado para o aço AISI 420 com 0,196%C (Tabela 6.2) e reportado na literatura [24–28]. Portanto, as temperaturas  $M_i$  e  $M_f$  diminuíram como resultado do aumento de carbono e cromo em solução sólida, Figura 6.26 e Tabela 6.7. De acordo com Tsai *et al.* [25], o aumento da resistência da austenita devido ao maior teor de carbono em solução sólida reduz a temperatura  $M_i$ . As amostras austenitizadas a 1050 °C e 1100 °C apresentaram  $M_f$  abaixo da temperatura ambiente. A fração de austenita retida obtida por meio de dilatométrica foi 0,030 e 0,067 para as amostras austenitizadas a 1050 °C e 1100 °C, respectivamente. Os picos da fase austenita foram encontrados nos difratogramas de todas as amostras. Entretanto, foram observados traços (< 2%) da fase austenita nos difratogramas das amostras austenitizadas a 950 °C e 1000 °C. A fração de austenita retida obtida para as amostras austenitizada a 1050 °C e 1100°C foi 0,028 e 0,089, respectivamente. Barlow *et al.* [26] e Ma *et al.* [27] também reportaram a presença de austenita retida em aços inoxidáveis martensíticos devido ao aumento da dissolução de carbonetos  $(Cr,Fe)_{23}C_6$  como resultado do incremento da temperatura de austenitização.

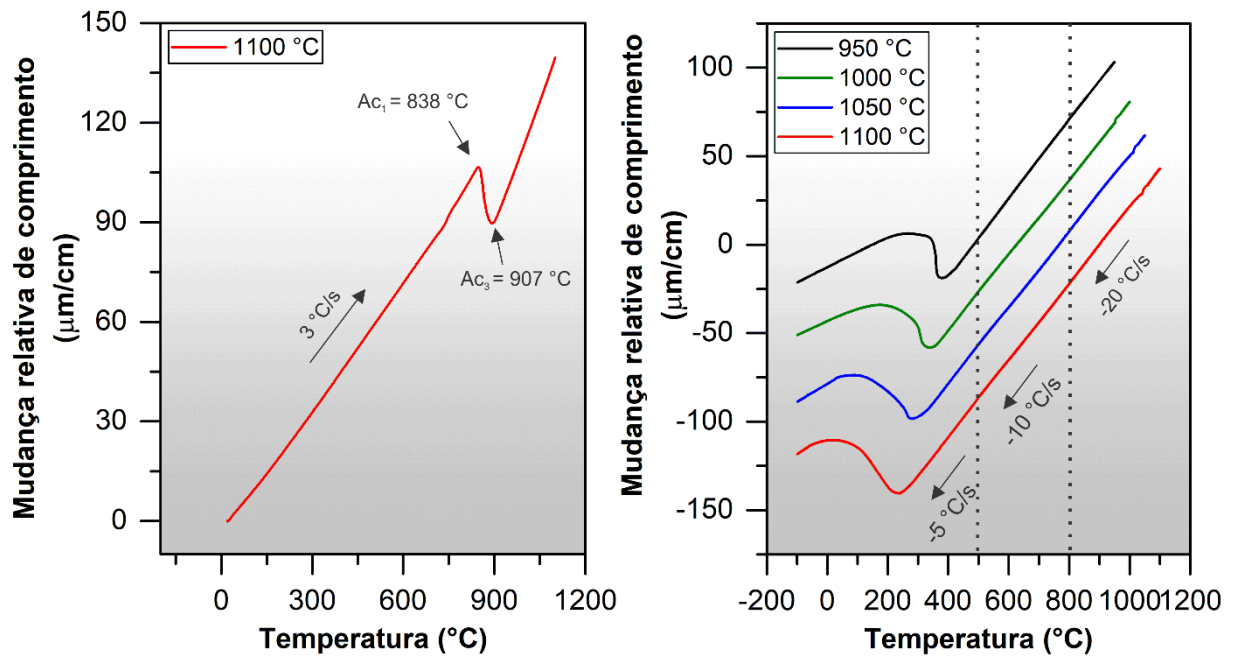


Figura 6.26: AISI 420 com 0,335%C – Dilatometria – Mudança relativa no comprimento das amostras: (a) curvas aquecimento até  $1100^{\circ}\text{C}$  e (b) resfriamento para as temperaturas de austenitização investigadas. Fonte: criada pela autora.

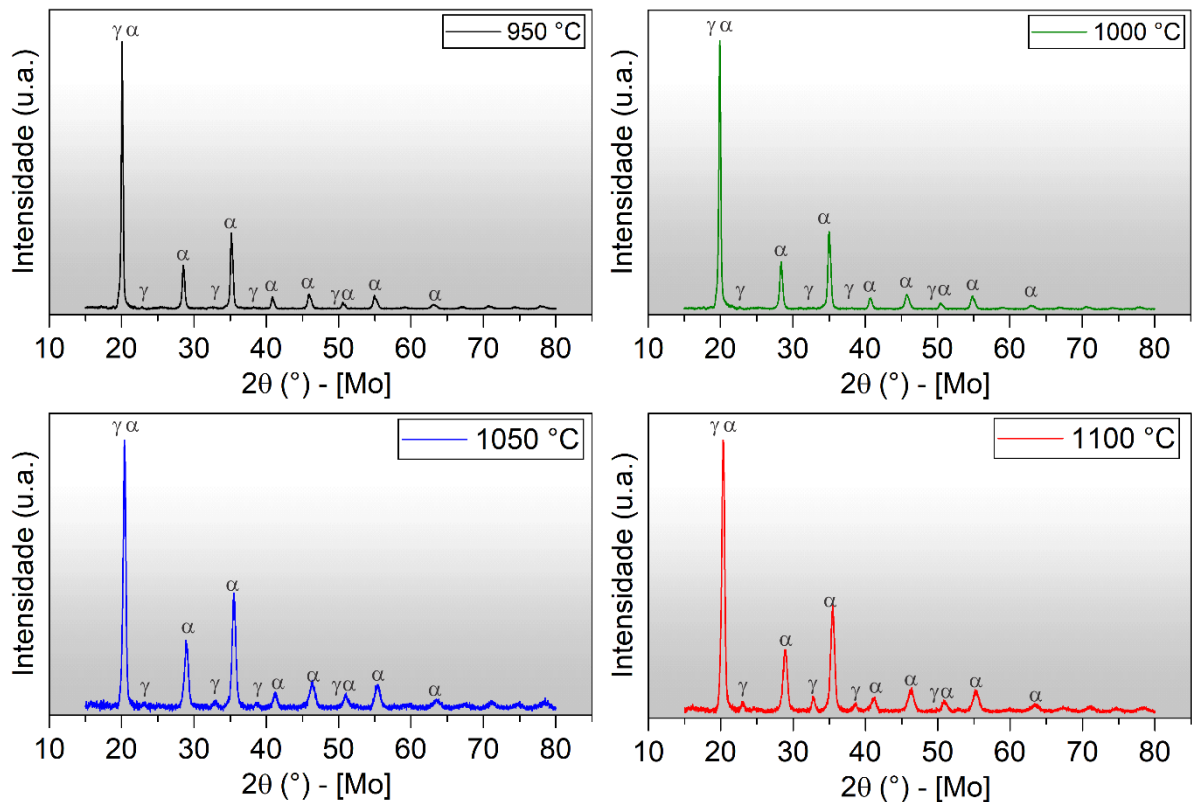


Figura 6.27: AISI 420 com 0,335%C – Difractogramas das amostras austenitizadas a  $950^{\circ}\text{C}$ ,  $1000^{\circ}\text{C}$ ,  $1050^{\circ}\text{C}$  e  $1100^{\circ}\text{C}$ . Fonte: criada pela autora.

Tabela 6.7: AISI 420 com 0,335%C – Frações de carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ , temperaturas  $M_i$  e  $M_f$ . Fonte: criada pela autora.

Temperatura de austenitização	Fração de $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$	Temperatura $M_i$ (°C)	Temperatura $M_f$ (°C)
950 °C	0,045±0,004	405	195
1000 °C	0,035±0,007	370	90
1050 °C	0,024±0,003	340	-40
1100 °C	0,005±0,001	280	-50

### 6.3.2 Martensita

A Figura 6.28 apresenta os mapas de orientação e contornos de grão sobrepostos aos mapas de IQ. As regiões não indexadas nos mapas de orientação são carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  ou austenita retida. As linhas vermelhas e pretas representam as diferenças de orientação entre os grãos austeníticos ( $19^\circ < \omega < 49^\circ$ ) e os pares de variantes ( $5^\circ < \omega < 19^\circ$  e  $\omega > 49^\circ$ ), respectivamente, de acordo com a relação de orientação teórica G-T [65]. A microestrutura do aço inoxidável martensítico AISI 420 com 0,335%C apresentou ripas de martensita paralelas ou aproximadamente paralelas no interior dos pacotes e carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ . A fração de contornos de alto ângulo encontrada foi 0,588, 0,650, 0,703 e 0,715 para as temperaturas de austenitização de 950 °C, 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C, respectivamente. Portanto, houve o aumento da fração de contornos de alto ângulo ( $\omega > 15^\circ$ ) com o aumento da temperatura de austenitização.



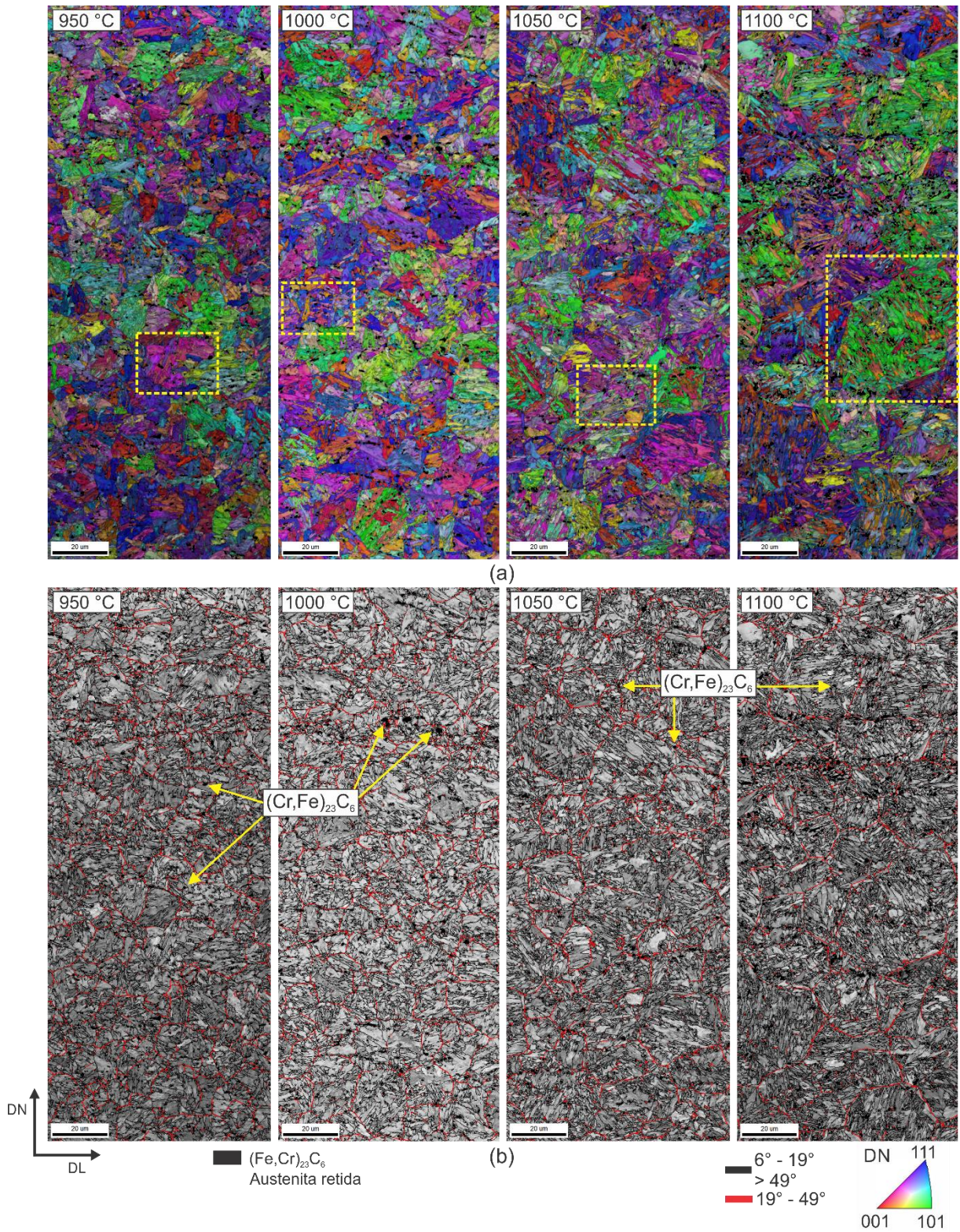


Figura 6.28: AISI 420 com 0,335%C: (a) Mapas de orientação e (b) mapas de contornos de grãos sobrepostos aos mapas de IQ. Setas indicam os carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ . Fonte: criada pela autora.



A Tabela 6.8 apresenta os ângulos de Euler das relações de orientação obtidas para as amostras austenitizadas nas temperaturas investigadas. O desvio angular médio foi 4,09°, 3,25° e 5,82° para as relações de orientação teóricas K-S, G-T e N-W, respectivamente, considerando os contornos de variantes para todos os mapeamentos realizados. Assim, a relação de orientação encontrada foi próxima à relação de orientação teórica G-T, conforme observado anteriormente e reportado por Alcântara *et al.* [65] para um aço inoxidável martensítico AISI 420 com 0,19%C.

Tabela 6.8: AISI 420 com 0,335%C – Relação de orientação experimental – MTEX. Fonte: criada pela autora.

	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
950 °C	174,4°	45,9°	176,1°
1000 °C	174,4°	46,1°	176,0°
1050 °C	173,8°	46,2°	176,3°
1100 °C	173,1°	46,7°	176,9°

### 6.3.3 Austenita reconstruída e austenita retida

A Figura 6.29 apresenta os mapas de orientação da austenita reconstruída sobrepostos aos mapas de IQ da martensita (Figura 6.20). As regiões não indexadas nos mapas de orientação são carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ , austenita não reconstruída ou austenita retida. A austenita reconstruída apresentou grãos com orientação da fibra  $\alpha$  ( $\langle 101 \rangle \parallel \text{DN}$ ) e contornos de maclas, conforme observado no aço AISI 420 com 0,196%C (Figura 6.21). O tamanho de grão austenítico encontrado foi  $11 \pm 5 \mu\text{m}$ ,  $13 \pm 6 \mu\text{m}$ ,  $15 \pm 7 \mu\text{m}$  e  $19 \pm 9 \mu\text{m}$  para as amostras austenitizadas a 950 °C, 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C, respectivamente. Portanto, houve crescimento do grão austenítico com o aumento da temperatura. Entretanto, ressalta-se o papel dos carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  em retardar o crescimento dos grãos austeníticos [26,27]. O menor número de grãos austeníticos encontrado foi 411 no mapeamento da amostra austenitizada a 1100 °C.

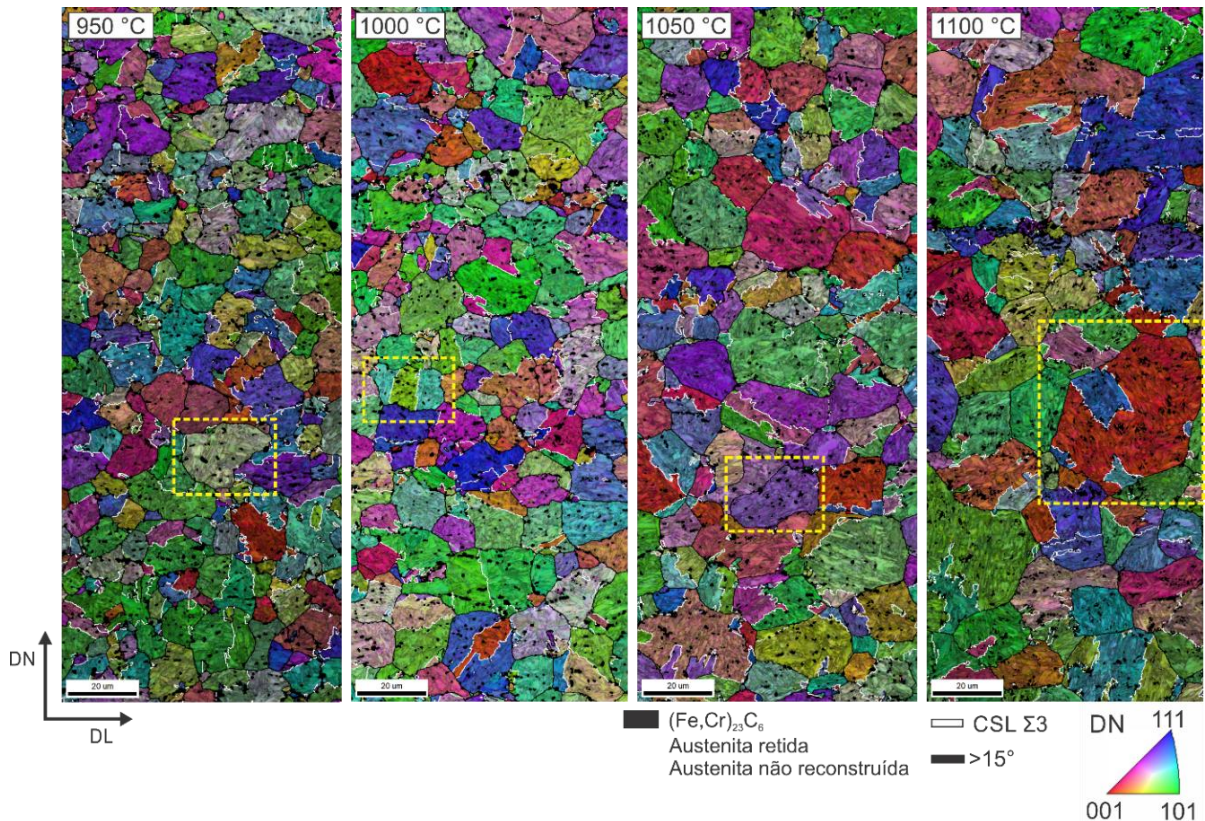


Figura 6.29: AISI 420 com 0,335%C – Mapas de orientação da austenita reconstruídas sobrepostos ao mapa de IQ da martensita. As regiões não indexadas nos mapas de orientação são carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ , austenita não reconstruída ou austenita retida. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.30 mostra o mapa de fases sobreposto ao mapa de IQ da amostra austenitizada a 1100 °C. Além disso, a Figura 6.30 também apresenta as figuras de polo  $\{110\}$  e os mapas de orientação da austenita reconstruída e da austenita retida para o grão indicado por um retângulo no mapa de fases. Observou-se a presença de austenita retida entre os blocos com a mesma orientação do grão austenítico reconstruído, sendo essa orientação próxima à componente Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$ . Esse resultado sugere que as ripas de martensita formadas durante a transformação martensítica dividiram o grão austenítico e a austenita foi retida entre os blocos. A austenita retida apresentou morfologia em bloco, conforme reportado por Lu *et. al* [108] e Deng *et.al* [109] em aços inoxidáveis martensíticos após têmpera e partição. Além disso, esse resultado confirma a qualidade da reconstrução realizada. A orientação da austenita retida não foi considerada com o objetivo realizar o mesmo procedimento de reconstrução para todas as amostras. O tamanho de grão da austenita retida foi  $1,0 \pm 0,5 \mu\text{m}$ . A fração de austenita mapeada foi 0,055, sendo menor

em relação à fração encontrada por DRX devido à diferença na área analisada e à resolução espacial das técnicas.

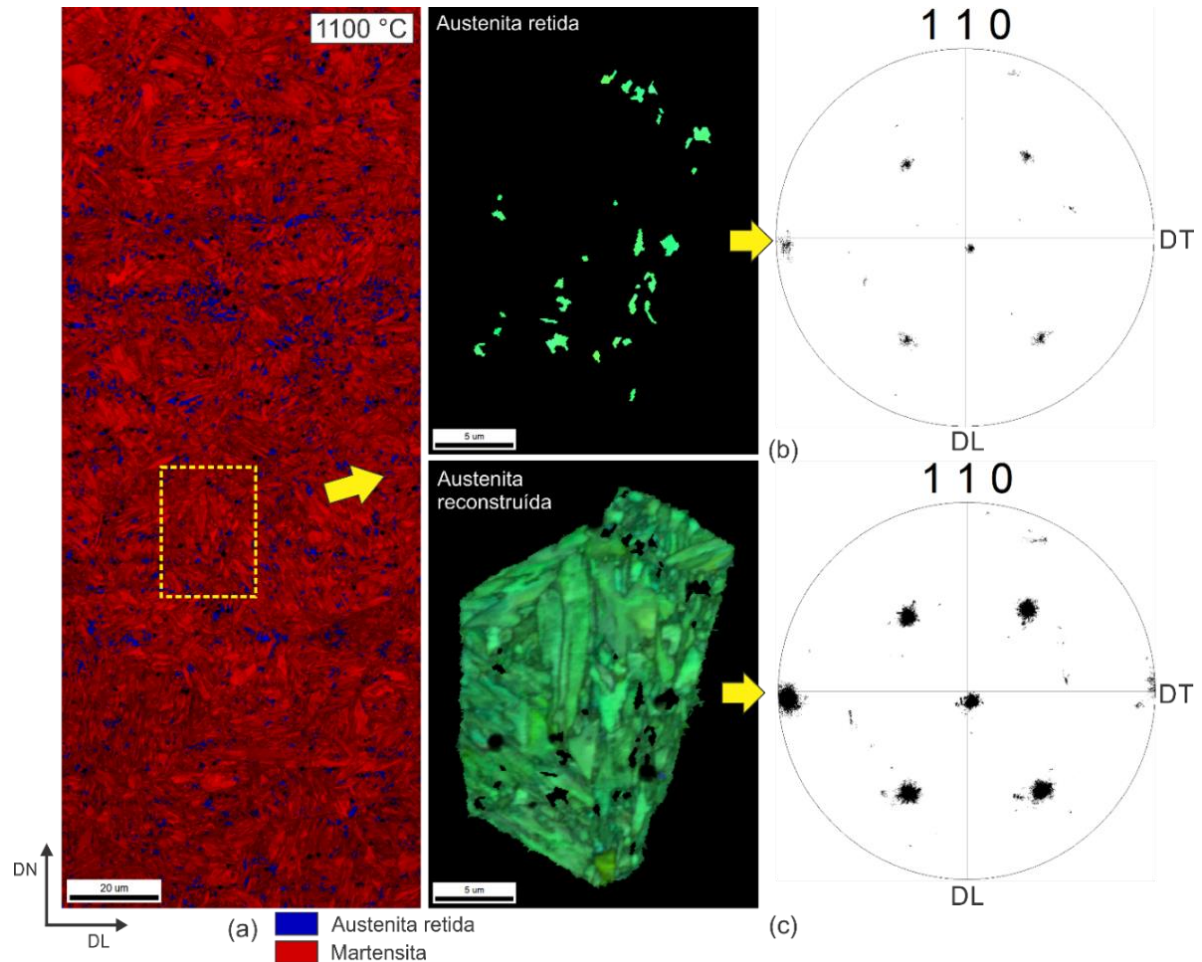


Figura 6.30: AISI 420 com 0,335%C – Austenita retida após austenitização a 1100 °C e têmpera: (a) mapa de fase, (b) mapa de orientação e figura de polo {110} da austenita retida, (c) mapa de orientação e figura de polo {110} do grão austenítico indicado em (a). Fonte: criada pela autora.

#### 6.3.4 Fração de contornos de pares de variantes e formação dos pacotes, grupos Bain e blocos

A Tabela 6.9 apresenta a diferença de orientação entre pares de variantes considerando V1 como referência para as relações de orientação experimentais (Tabela 6.8). A Figura 6.31 mostra a fração de contorno dos pares de variantes e a figura de polo (001) com as 24 variantes para um grão austenítico (001)[100] e relação de orientação teórica G-T. A partir da Tabela 6.9, nota-se que a diferença de orientação entre o par de variantes V1/V4 variou entre 5,60° e 6,12°. A diferença de

orientação máxima no interior de um grupo Bain foi  $18,60^\circ$  (par de variante V1/V21), sendo esse valor próximo ao observado para o aço AISI 420 com 0,196% (Tabela 6.4). Portanto, a diferença de orientação máxima no interior de um grupo Bain também foi próxima ao convencionalmente estabelecido na literatura como limite entre os contornos de grão de baixo e alto ângulo. Os pares de variantes V1/V8, V1/V11 e V1/V13 que são contornos de pacotes apresentaram baixa diferença de orientação.

Observa-se na Figura 6.31 que a amostra austenitizada a  $950^\circ\text{C}$  apresentou alta fração de contornos do par de variantes V1/V4 e, portanto, alta fração de contorno de sub-bloco. A fração de contorno do par de variantes V1/V2 e dos demais pares de variantes com alta diferença de orientação no interior dos pacotes aumentou como resultado do incremento da temperatura de austenitização. Por outro lado, houve a redução da fração de contornos do par de variantes V1/V4. Sendo assim, o aumento da austenitização resultou em uma mudança na formação de contornos de pares de variantes de baixa diferença de orientação (par de variante V1/V4) para alta diferença de orientação (pares de variante V1/V2, V1/V3 e V1/V6) pertencentes a diferentes grupos Bain no interior dos pacotes. A fração de contorno de bloco foi de 0,16, 0,20, 0,28 e 0,35 para as amostras austenitizadas a  $950^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$ ,  $1050^\circ\text{C}$  e  $1100^\circ\text{C}$ , respectivamente. Além disso, a fração de contornos dos pares de variantes pertencentes à diferentes grupos Bain foi de 0,29, 0,35, 0,43 e 0,46 para as amostras austenitizadas a  $950^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$ ,  $1050^\circ\text{C}$  e  $1100^\circ\text{C}$ , respectivamente. Esses resultados estão em concordância com a fração de contorno de alto ângulo observada para as respectivas amostras. Além disso, não houve a formação de um par eixo/ângulo de rotação específico de um par de variantes durante a transformação martensítica para a temperatura de austenitização de  $1050^\circ\text{C}$ , conforme observado para o aço AISI 420 com 0,196%C (Figura 6.22).

A microestrutura da amostra austenitizada a  $1100^\circ\text{C}$  apresentou contornos de sub-blocos. Entretanto, os contornos de alto ângulo entre pares de variantes foram predominantes na microestrutura. O desvio entre os pares de variantes V1/V4 e V1/V8 foi  $3,58^\circ$ ,  $3,42^\circ$ ,  $4,09^\circ$  e  $5,34^\circ$  para as temperaturas de austenitização de  $950^\circ\text{C}$ ,  $1000^\circ\text{C}$ ,  $1050^\circ\text{C}$  e  $1100^\circ\text{C}$ , respectivamente. Sendo assim, houve uma sobreposição na identificação dos contornos desses pares de variantes, conforme mencionado

anteriormente para o aço AISI 420 com 0,196%C [14]. O erro foi reduzido para maiores temperaturas de austenitização.

No caso do aço inoxidável martensítico AISI 420, existem dois efeitos opostos na formação de contornos de pares de variantes durante a austenitização: (i) aumento de carbono em solução sólida e (ii) aumento do tamanho de grão. O aumento da fração de contornos V1/V2 e V1/V4 ocorre com o aumento do teor de carbono e do tamanho de grão, respectivamente [14,15,72]. Conforme mencionado acima, houve o aumento do tamanho de grão austenítico prévio como resultado do incremento da temperatura de austenitização. Entretanto, os resultados indicam o aumento do teor de carbono em solução sólida como resultado do aumento da dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  foi o principal efeito na formação dos contornos dos pares de variantes. Portanto, o aumento de contornos de pares de variantes com alta diferença de orientação (contornos de blocos) no interior dos pacotes foi observado para maiores teores de carbono em solução sólida, conforme reportado para as ligas Fe-C [14,72]. Além disso, o aumento da temperatura de austenitização resultou em uma redução da temperatura  $M_i$  (Tabela 6.7). Esses resultados estão de acordo com a pesquisa de Takayama *et al.* [72] que reportaram as mesmas mudanças na formação dos contornos de pares de variantes com o aumento da força motriz da transformação martensítica.



Tabela 6.9: AISI 420 com 0,335%C – Diferença de orientação entre pares de variantes considerando a variante 1 como referência: relação de orientação experimental. Fonte: criada pela autora.

Variante	Plano mais compacto	Bain	Diferença de orientação em relação à V1			
			950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C
1		B1	-	-	-	-
2	(111)	B2	60,20° [0,52 0,56 0,65]	60,18° [0,52 0,56 0,64]	60,18° [0,53 0,55 0,64]	60,19° [0,52 0,55 0,64]
3		B3	59,27° [0,52 0,46 0,72]	59,46° [0,52 0,46 0,72]	59,81° [0,51 0,47 0,72]	60,01° [0,02 0,71 0,71]
4		B1	05,84° [0,42 0,00 0,91]	06,12° [0,47 0,00 0,88]	05,81° [0,53 0,00 0,85]	05,60° [0,70 0,00 0,71]
5		B2	59,27° [0,46 0,52 0,72]	59,46° [0,46 0,52 0,72]	59,81° [0,47 0,51 0,72]	60,01° [0,71 0,02 0,71]
6		B3	54,58° [0,71 0,06 0,71]	54,21° [0,71 0,06 0,71]	54,38° [0,71 0,04 0,71]	54,42° [0,71 0,02 0,71]
7			B2	52,81° [0,61 0,51 0,61]	52,53° [0,61 0,52 0,61]	51,72° [0,60 0,52 0,60]
8	(11̄1)	B1	08,18° [0,69 0,19 0,69]	08,29° [0,69 0,23 0,69]	09,18° [0,69 0,22 0,69]	10,46° [0,68 0,28 0,68]
9		B3	52,54° [0,66 0,21 0,72]	52,45° [0,66 0,21 0,72]	52,32° [0,66 0,21 0,72]	52,56° [0,65 0,21 0,73]
10		B2	51,88° [0,44 0,58 0,69]	51,81° [0,44 0,57 0,69]	51,33° [0,45 0,57 0,69]	51,02° [0,45 0,56 0,69]
11		B1	12,40° [0,44 0,05 0,89]	12,52° [0,44 0,05 0,90]	12,94° [0,47 0,06 0,88]	13,15° [0,51 0,06 0,86]
12		B3	58,01° [0,65 0,18 0,73]	58,27° [0,65 0,18 0,73]	57,92° [0,66 0,18 0,73]	58,04° [0,66 0,19 0,72]
13			B1	12,40° [0,05 0,44 0,89]	12,52° [0,05 0,44 0,90]	12,94° [0,06 0,47 0,88]
14	(1̄11)	B3	51,88° [0,58 0,44 0,69]	51,81° [0,57 0,44 0,69]	51,33° [0,57 0,45 0,69]	51,02° [0,56 0,45 0,69]
15		B2	57,42° [0,25 0,67 0,70]	57,41° [0,25 0,67 0,70]	56,83° [0,25 0,67 0,70]	56,14° [0,24 0,66 0,71]
16		B1	15,79° [0,70 0,16 0,70]	16,03° [0,69 0,19 0,69]	16,29° [0,69 0,20 0,69]	16,22° [0,68 0,27 0,68]
17		B3	51,27° [0,66 0,36 0,66]	51,41° [0,66 0,36 0,66]	51,17° [0,65 0,38 0,65]	51,75° [0,65 0,40 0,65]
18		B2	52,21° [0,29 0,64 0,71]	51,84° [0,29 0,64 0,71]	51,43° [0,28 0,65 0,70]	50,72 [0,27 0,66 0,70]
19			B3	52,54° [0,21 0,66 0,72]	52,45° [0,21 0,66 0,72]	52,32° [0,21 0,66 0,72]
20	(111̄)	B2	58,01° [0,18 0,65 0,73]	58,27° [0,18 0,65 0,73]	57,92° [0,18 0,66 0,73]	58,04° [0,19 0,66 0,72]
21		B1	17,54° [0,32 0,00 0,95]	17,71° [0,33 0,00 0,94]	18,31° [0,29 0,00 0,96]	18,60° [0,24 0,00 0,97]
22		B3	52,21° [0,64 0,29 0,71]	51,84° [0,64 0,29 0,71]	51,43° [0,65 0,28 0,70]	50,72° [0,66 0,27 0,70]
23		B2	57,42° [0,67 0,25 0,70]	57,41° [0,67 0,25 0,70]	56,83° [0,67 0,24 0,70]	56,14° [0,66 0,24 0,71]
24		B1	16,80° [0,09 0,00 0,99]	16,98° [0,12 0,00 0,99]	17,78° [0,13 0,00 0,99]	18,48° [0,18 0,00 0,98]

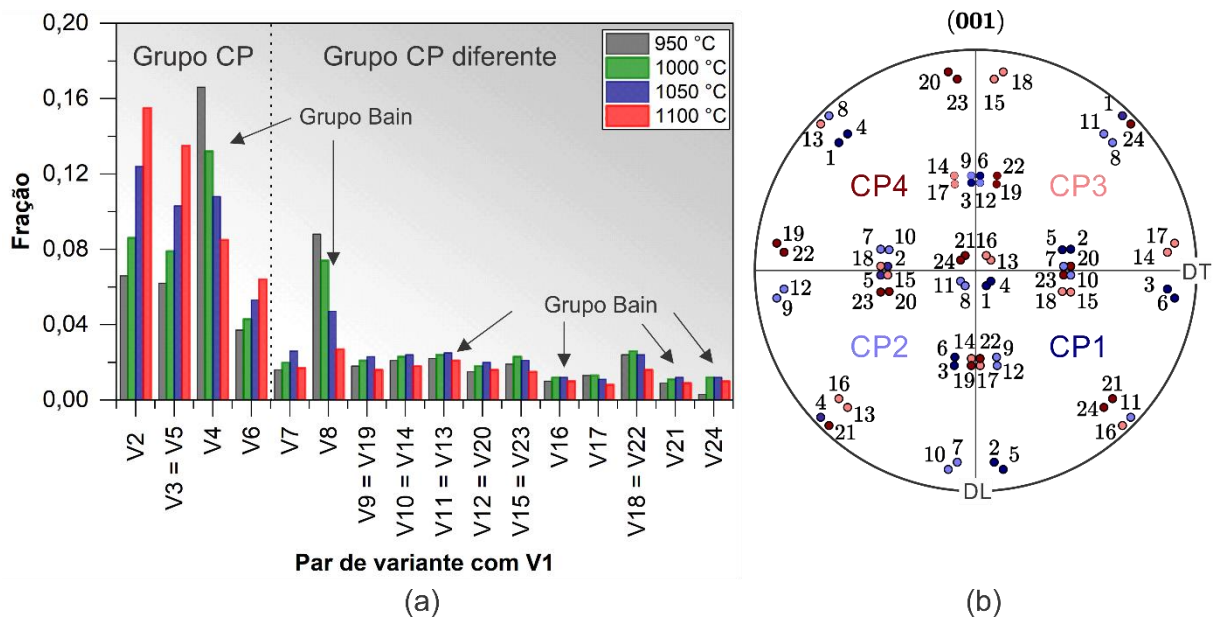


Figura 6.31: AISI 420 com 0,335%C: (a) Fração de contornos de pares de variantes considerando V1 como referência e (b) figura de polo (001) com as 24 variantes para um grão austenítico (001)[100] e relação de orientação G-T. Desvio de 3°. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.32 apresenta os mapas de pacote e grupos Bain destacados em diferentes cores sobrepostos aos mapas de IQ da martensita. Os pacotes não apresentaram forma regular, conforme observado no aço AISI 420 com 0,196%C (Figura 6.23) [11]. Nota-se que houve uma mudança na morfologia dos grupos Bain com o aumento da temperatura de austenitização.



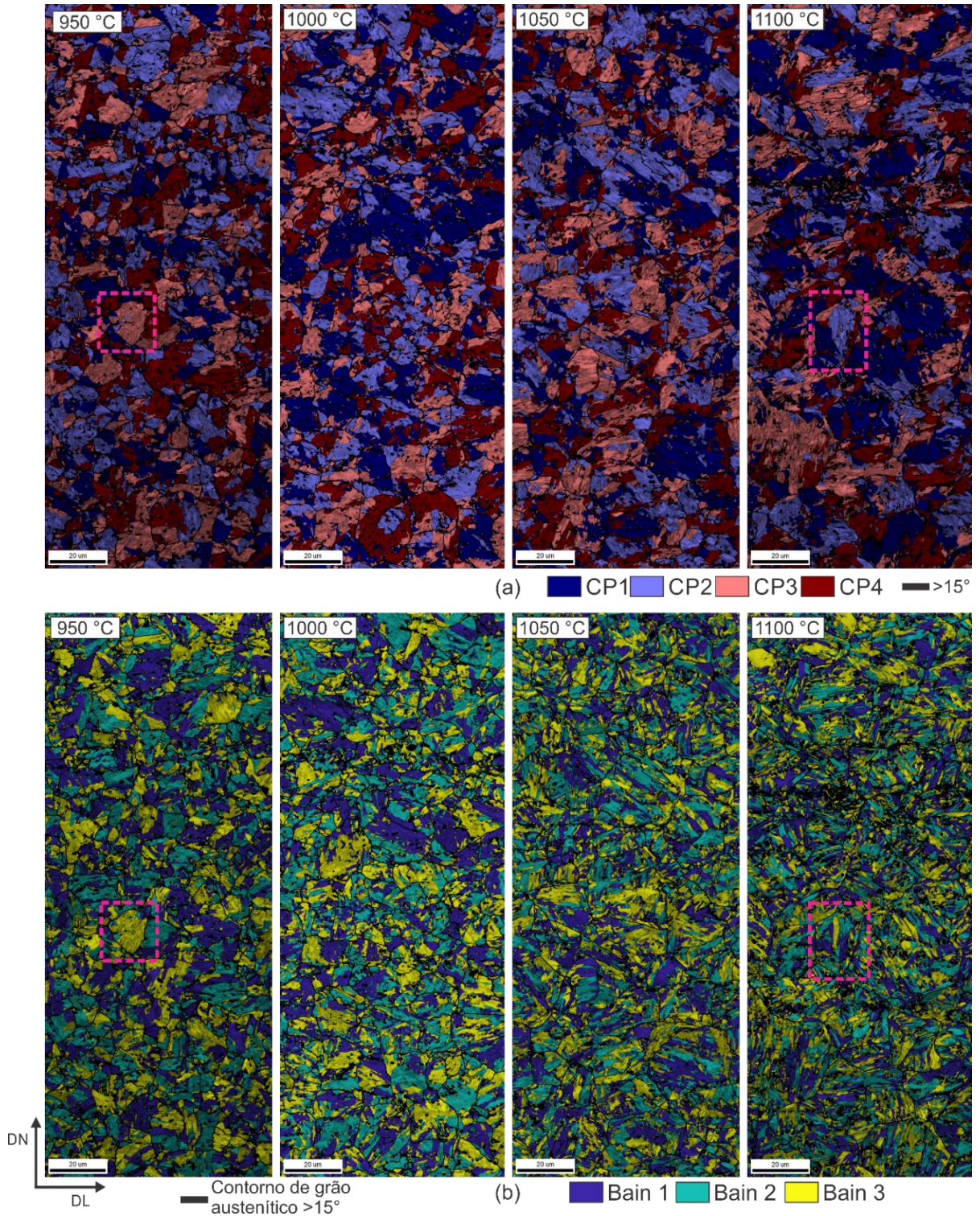


Figura 6.32: AISI 420 com 0,335%C – Mapas: (a) pacotes e (b) grupo Bain. Os mapas foram sobrepostos aos mapas de IQ da martensita. Fonte: criada pela autora.

A Tabela 6.10 apresenta o tamanho do pacote e dos grupos Bain e a largura do bloco. O tamanho do pacote apresentou aumento com o incremento da temperatura de austenitização. Por outro lado, o tamanho dos grupos Bain apresentou uma leve redução. Além disso, houve a redução da largura dos blocos com o aumento da temperatura de austenitização. Esses resultados corroboram o aumento da fração de contornos de blocos mencionado acima. Entretanto, ressalta-se que a largura de bloco apresentou variação consideravelmente menor em relação às pesquisas em aço carbono (Figura 4.9) [12,13,20,21].

A formação de pacotes maiores ocorre com o aumento da temperatura de austenitização em aços carbono devido ao incremento do tamanho de grão austenítico [12,13,16,20,21]. Por outro lado, o aumento do teor de carbono reduz o tamanho dos pacotes [9]. Os resultados indicam que mais blocos compostos por variantes de um mesmo pacote foram formados lado a lado com o aumento do tamanho de grão austenítico observado. Entretanto, ressalta-se a formação de variantes pertencentes a mais de um pacote no interior de um bloco, conforme mencionado anteriormente. Por outro lado, o incremento do teor de carbono em solução sólida como resultado do aumento da dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  foi o principal efeito na redução da largura do bloco no aço inoxidável martensítico AISI 420 com 0,335%C [11].

Tabela 6.10: AISI 420 com 0,335%C – Tamanho dos pacotes e grupos Bain e largura do bloco. Fonte: criada pela autora.

Temperatura de austenitização	Pacotes ( $\mu m^2$ )	Bain ( $\mu m^2$ )	Blocos ( $\mu m$ )
950 °C	2,4±0,1	2,3±0,1	2,5±0,3
1000 °C	2,6±0,3	2,2±0,3	2,1±0,2
1050 °C	3,2±0,2	2,1±0,1	1,7±0,1
1100 °C	3,6±0,5	1,9±0,2	1,4±0,3



Ainda em relação ao tamanho do pacote e dos grupos Bain (Tabela 6.10), nota-se que os tamanhos do pacote e dos grupos Bain da amostra austenitizada a 950 °C apresentaram valores próximos. O aumento da diferença entre os tamanhos de pacotes e dos grupos Bain foi observado com o aumento da temperatura de austenitização. A Figura 6.33 apresenta os mapas dos pacotes e grupos Bain de um grão para as amostras austenitizadas a 950 °C e 1100 °C. Observa-se que os pacotes no interior do grão austenítico prévio da amostra austenitizada a 1100 °C foram divididos em um maior número de grupos Bain em relação à amostra austenitizada a 950°C. Portanto, os pacotes foram divididos por um maior número de grupos Bain com o aumento da temperatura de austenitização. Esse resultado está de acordo com o aumento dos contornos de pares de variantes V1/V2, V1/V3 e V1/V6, pertencentes a diferentes grupos Bain no interior de um pacote (Figura 6.31). Wu *et al.* [15] também reportaram a divisão dos pacotes em um maior número de grupos Bain em uma microestrutura composta por bainita e martensita. Entretanto, o refinamento de grão ocorreu devido à redução do tamanho de grão austenítico prévio.

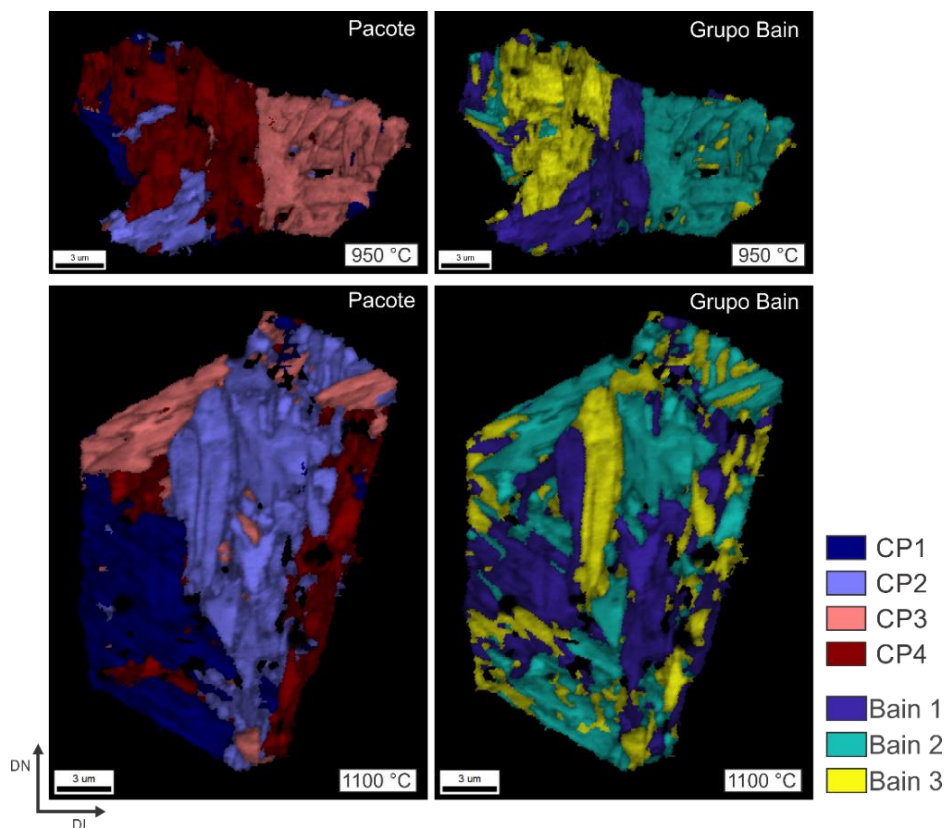


Figura 6.33: Divisão dos pacotes em grupos Bain. Mapas dos pacotes e dos grupos Bain sobrepostos aos mapas de IQ da martensita dos grãos indicados na Figura 6.32. Fonte: criada pela autora.

A Figura 6.34 apresenta os grãos austeníticos prévios indicados na Figura 6.28 e Figura 6.29. A Figura 6.34 mostra os mapas de orientação da martensita, dos grupos Bain, dos pacotes e das variantes além das figuras de polo  $\{110\}$  experimental e calculadas para os respectivos grãos. A partir das figuras de polo  $\{110\}$  e dos mapas das variantes, nota-se que as 24 variantes foram formadas no interior dos grãos austeníticos (Figura 6.34b). Conseqüentemente, os quatro pacotes e os três grupos Bain também foram observados, conforme reportado por Morito *et al.* [9]. Diferentemente, Kitahara *et al.* [10] relataram que as 24 variantes não são necessariamente observadas no interior de um grão austenítico prévio. Além disso, as 6 variantes também não são necessariamente encontradas no interior de um pacote. O grão da amostra austenitizada a 950 °C apresentou 4 pontos da variante V13. Os resultados não evidenciaram a formação preferencial de uma variante específica (seleção de variantes). As orientações da martensita estão espalhadas em torno da orientação ideal da variante (Figura 6.34b) [10].

A partir dos mapas de orientação da martensita e variantes (Figura 6.34), observa-se que a microestrutura do aço inoxidável martensítico apresentou microestrutura composta predominantemente por blocos formado por duas variantes específicas (sub-blocos) para as temperaturas de austenitização de 950 °C a 1100 °C, conforme observado na análise das frações de contornos de pares de variantes (Figura 6.31) [9–11].

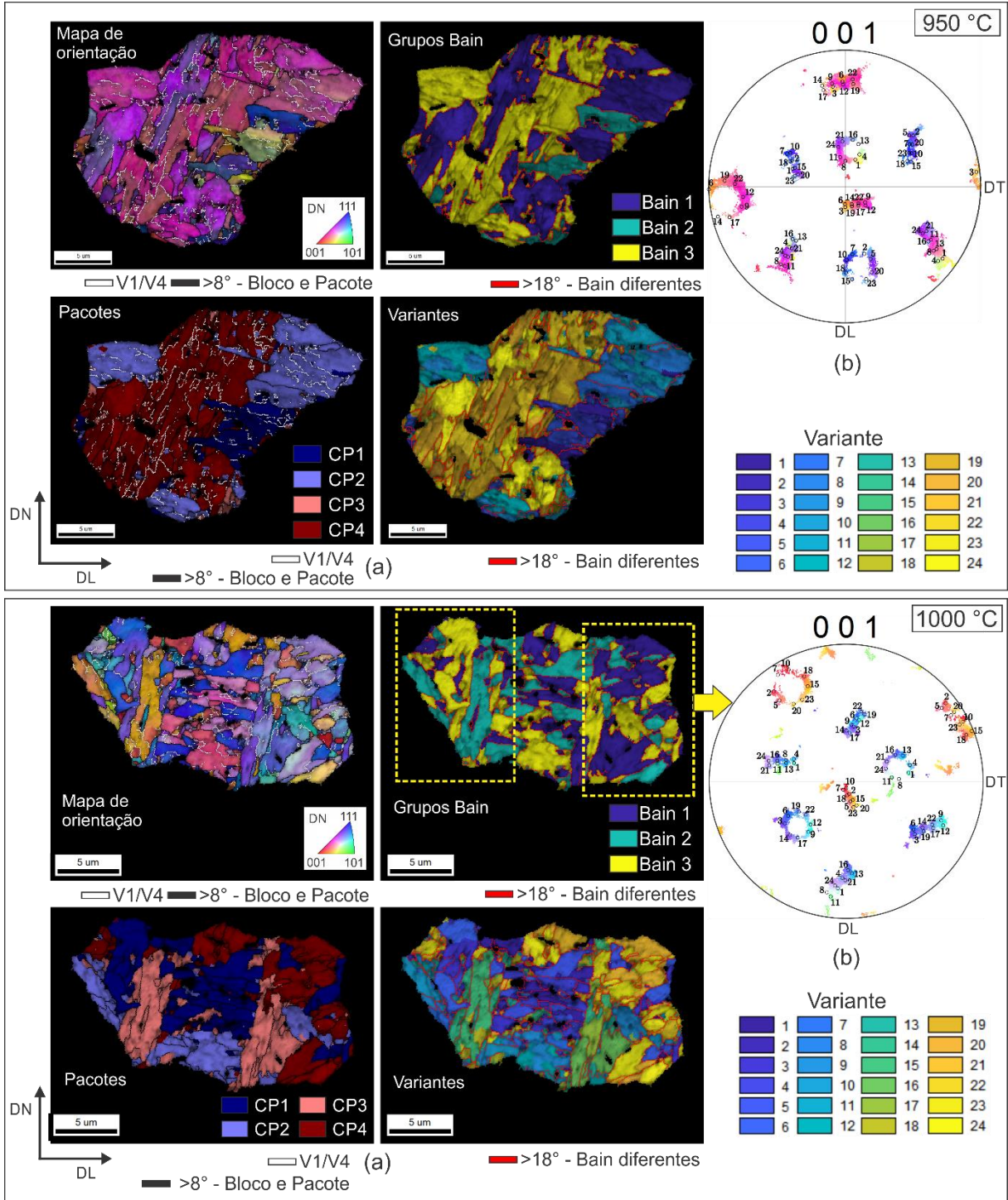
Os blocos apresentaram gradientes de orientação e os contornos de sub-bloco não foram regulares (Figura 6.34a). A combinação de duas variantes formando um bloco reduz a deformação de forma da transformação martensítica [11]. O teor de carbono do aço investigado e/ou a incompleta dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  durante a austenitização não foram suficientes para promover a formação de uma microestrutura composta por blocos de ripas da mesma variante e conseqüentemente a redução acentuada dos contornos de sub-blocos, par de variante V1/V4 (Figura 6.31). Portanto, a completa transição da formação de sub-blocos para blocos compostos por uma variante não foi observada. Morito *et al.* [9] reportaram a formação de blocos compostos por uma variante para ligas Fe-C com 0,61%C. Além disso, os resultados encontrados indicam que a acomodação de forma da transformação



martensítica ocorreu plasticamente devido à presença dos contornos dos do par de variantes V1/V4 observada acima [9,14,22,72]. Ainda segundo Morito *et al.* [9], a formação de blocos compostos por variantes aleatórias pertencentes aos pacotes significativamente finos acontece no mecanismo de autoacomodação.

A amostra austenitizada a 950 °C apresentou variantes que pertencem ao mesmo grupo Bain formadas lado a lado (Figura 6.34a). Portanto, grupos Bain mais regulares foram observados. A formação da grupos Bain menos regulares ocorreu com o aumento da temperatura de austenitização. O mapa de variantes da amostra 1100 °C mostra em detalhe o arranjo irregular de variantes pertences ao grupo Bain 3. Sendo assim, mais interfaces de alto ângulo foram formadas como resultado da mudança de morfologia dos grupos Bain, apesar de não ter sido observada uma redução significativa no tamanho dos grupos Bain. Portanto, o aumento da fração de contornos de pares pertencentes a diferentes grupos Bain com o aumento da temperatura de austenitização foi atribuído a mudança de morfologia dos grupos Bain.

O aumento de interfaces formadas por pares de variantes com alta diferença de orientação (Figura 6.31) ocorreu com aumento da temperatura de austenitização. Portanto, houve a formação de blocos com menor largura (Tabela 6.10) e de grupos Bain mais irregulares (Figura 6.34) refinando a microestrutura. Esses resultados indicam que o incremento de carbono em solução sólida como resultado do aumento da dissolução de carbonetos com o aumento da temperatura de austenitização é o principal efeito no refinamento da microestrutura [14,72].



continua

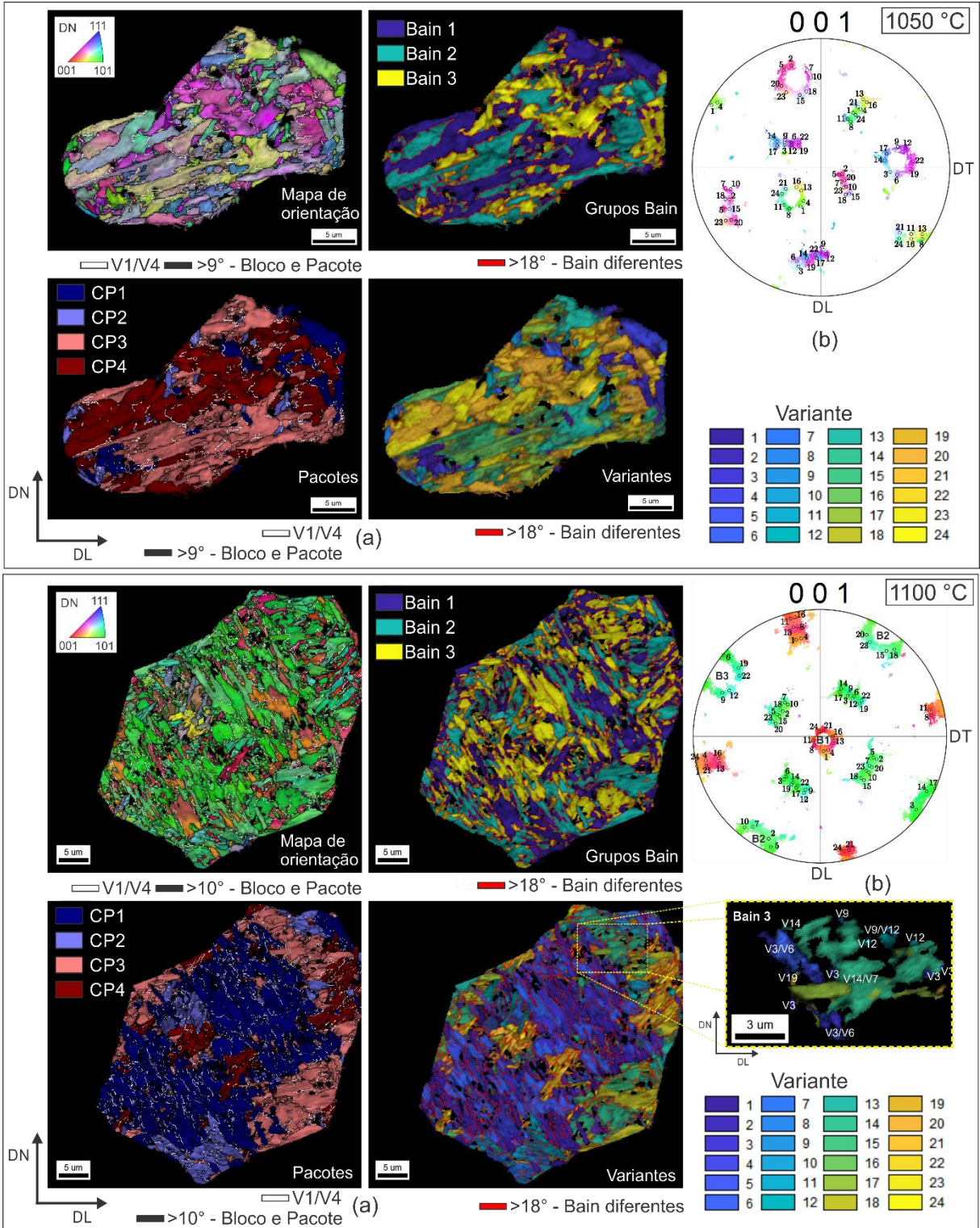


Figura 6.34: AISI 420 com 0,335%C – Grãos austeníticos prévios indicados na Figura 6.28 e Figura 6.29: (a) mapas de orientação da martensita, das variantes, dos pacotes e dos grupos Bain sobrepostos aos mapas de IQ e (b) figuras de polo {100} (experimental e calculada. As diferenças de orientação para os contornos de sub-blocos, pacotes e grupos Bain foram adotadas de acordo com a Tabela 6.9. Fonte: criada pela autora.



### 6.3.5 Propriedades mecânicas

As curvas tensão-deformação e a taxa de encruamento são apresentadas na Figura 6.25. A Tabela 6.6 exibe o  $\sigma_e$ ,  $\sigma_r$ , alongamento uniforme ( $e_u$ ),  $e_t$  e dureza. O  $\sigma_e$ ,  $\sigma_r$  e a dureza aumentaram como resultado do aumento da temperatura de austenitização entre 950 °C e 1050 °C. A amostra austenitizada a 1100 °C apresentou menor  $\sigma_e$  e maior  $e_t$  em relação à amostra austenitizada a 1050 °C. Observa-se que houve aumento da taxa de encruamento para a mesma deformação verdadeira com aumento da temperatura de austenitização entre 950 °C e 1050 °C, Figura 6.25b. A taxa de encruamento observada no início da deformação uniforme da amostra austenitizada 1100 °C foi próxima à amostra austenitizada a 1050 °C. Após deformação verdadeira de 0,015, a taxa de encruamento foi maior em relação às demais amostras.

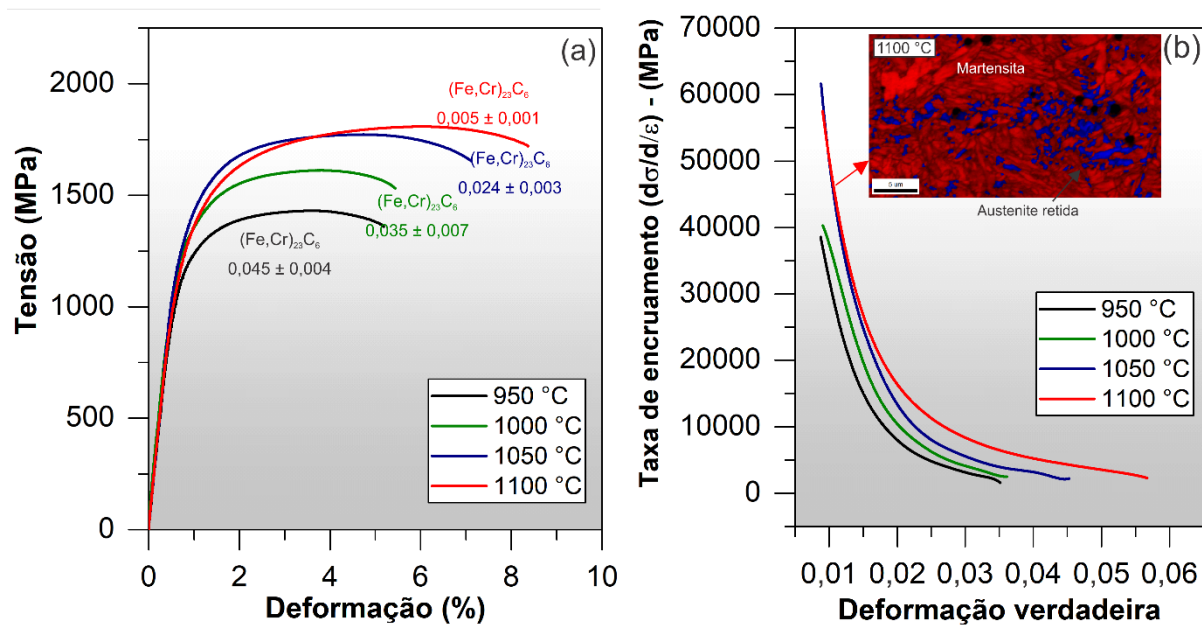


Figura 6.35: AISI 420 com 0,0335%C – (a) Curvas tensão-deformação e (b) taxa de encruamento. Fonte: criada pela autora.

Tabela 6.11: AISI 420 com 0,0,335%C – Propriedades mecânicas. Fonte: criada pela autora.

Temperatura de austenitização	$\sigma_e$ (0,2%) (MPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$e_u$ (%)	$e_t$ (%)	Dureza (HV)
950 °C	1195±6	1438±4	3,8±0,3	5±2	477±10
1000 °C	1323±9	1625±9	4,1±0,5	6±1	572±7
1050 °C	1366±18	1777±15	4,8±0,1	7±1	664±10
1100 °C	1314±11	1820±8	6,2±0,7	8±3	737±8

A Figura 6.36 apresenta a influência da largura bloco e do contorno de bloco no  $\sigma_e$  e  $\sigma_r$ . Observa-se que a redução da largura dos blocos e o aumento da fração de contornos de blocos promoveram o aumento do  $\sigma_e$  para as temperaturas de austenitização de 950 °C a 1050 °C. Além disso, houve o aumento do  $\sigma_r$  com o aumento da temperatura de austenitização. Portanto, a redução na largura do bloco aumentou o  $\sigma_e$  de acordo com a relação Hall-Petch, conforme relatado na literatura [12,16,77,78]. Entretanto, ressalta-se que, neste trabalho, investigou-se apenas o comportamento de três amostras após têmpera e revenimento. A resistência mecânica aumenta devido ao papel dos contornos de bloco de impedir a movimentação das discordâncias quando o sistema de escorregamento ativado é fora do plano de hábito da ripa [73–76]. Morsdorf *et al.* [110] reportaram que a deformação plástica é concentrada nos contornos de bloco em microestruturas martensíticas. Portanto, esses resultados estão em concordância com Zhang *et al.* [13] e Morito *et al.* [12]. Os autores reportaram que a largura do bloco é a menor unidade microestrutural da martensita em ripas que afeta as propriedades mecânicas.

O incremento da temperatura de austenitização causou o aumento do tamanho dos pacotes, Tabela 6.10. Portanto, as propriedades mecânicas não foram influenciadas pelo tamanho no pacote, conforme relatado para aços carbono [8,12,13,16,77,78]. As propriedades mecânicas também não foram fortemente afetadas pelo tamanho dos grupos Bain, mas, sim, pela sua mudança de morfologia (Figura 6.34).



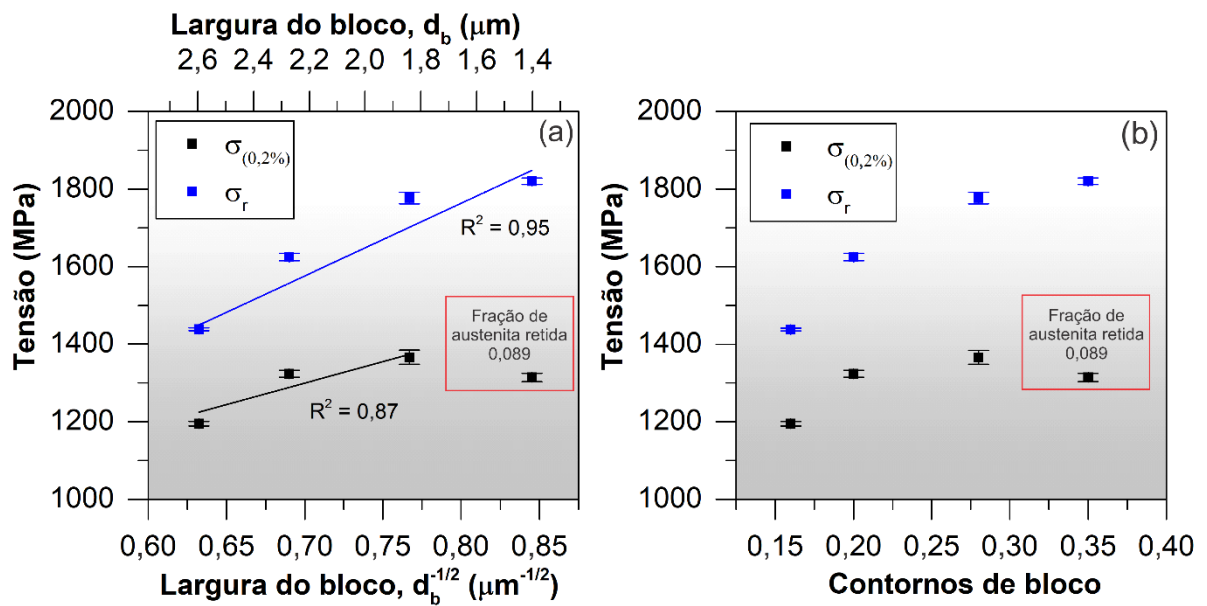


Figura 6.36: Influência da (a) largura bloco e do (b) contorno de bloco no  $\sigma_e$  e  $\sigma_r$ . Fonte: criada pela autora.

A amostra austenitizada a 1100°C apresentou uma redução do  $\sigma_e$  e um aumento do  $\epsilon_t$  em relação à amostra austenitizada a 1050 °C. Esse resultado foi atribuído à maior fração de austenita retida (0,089), conforme relatado anteriormente para aços inoxidáveis [109,111–113]. A presença da austenita retida reduz a dureza dos aços inoxidáveis martensíticos, Tabela 6.6 [26,30,111,114]. Além disso, a taxa de encruamento observada no início da deformação uniforme foi próxima à amostra austenitizada a 1050 °C (Figura 6.25b). Esse resultado indica que a maior fração de austenita retida na microestrutura da amostra austenitizada a 1100 °C reduziu a taxa de encruamento no início da deformação plástica. Após deformação verdadeira de 0,015, houve um maior aumento da taxa de encruamento em relação às demais amostras devido à transformação da austenita retida em martensita e à microestrutura mais fina. A transformação da austenita retida em martensita durante a deformação aumenta a taxa de encruamento e retarda o início da deformação não uniforme. Portanto, o aumento da resistência mecânica e do alongamento uniforme ocorre por meio da transformação martensítica induzida por deformação [109,115–117]. Sendo assim, o efeito da redução da largura do bloco e da mudança na morfologia dos grupos Bain no  $\sigma_e$  não foi evidenciado para a amostra austenitizada a 1100 °C devido à maior fração de austenita retida. A amostra austenitizada a 1100 °C apresentou a microestrutura mais fina observada neste trabalho.

Ressalta-se que o aumento de carbono em solução sólida como resultado do incremento da dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  também contribuiu fortemente para o aumento da resistência mecânica, conforme reportado para aços inoxidáveis martensíticos [28–30] e aços carbono [8,56]. A dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  também promoveu o aumento da dureza [26,30]. Além disso, houve aumento  $\epsilon_f$  com o aumento da dissolução dos carbonetos  $(Fe,Cr)_{23}C_6$  e refinamento da microestrutura. A deformação mínima para a nucleação de microvazios aumenta com a redução da fração de carbonetos. O papel dos carbonetos na nucleação de microvazios (decoesão interface carboneto/matriz e fratura do carboneto) e no mecanismo de fratura é amplamente conhecido [118], mas não foi investigado nesta Tese.

## CAPÍTULO 7: CONCLUSÕES

As principais conclusões deste estudo sobre o a microestrutura e as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos durante os processos de laminação a frio, recozimento e têmpera são:

- O carboneto observado após recozimento dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 foi o  $\text{Cr}_{15,58}\text{Fe}_{7,42}\text{C}_6$ . A energia armazenada e o tamanho de grão final do material na condição ferrítica foram influenciados principalmente pela fração de carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ . A retenção da fibra  $\alpha$  após recristalização do aço AISI 410 foi favorecida pelos carbonetos  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$ .
- A redução do tamanho de grão inicial não afetou a textura após laminação a frio, considerando as texturas iniciais semelhantes dos aços AISI 420 e EN 1.4116. Esses aços apresentaram as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  homogêneas após laminação a frio. As diferenças observadas na textura de laminação a frio do aço AISI 410 em relação aos aços AISI 420 e EN 1.4116 foram originadas da textura inicial. Maior restrição foi imposta à deformação plástica pelos contornos de grão com a redução do tamanho de grão inicial. A componente Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  foi enfraquecida na textura de recristalização.
- A microestrutura do aço AISI 420 com 0,196%C e 0,335%C apresentou contornos de sub-blocos (par de variantes V1/V4) e contornos entre pares de variantes com alta diferença de orientação. A tendência de formação de um par eixo/ângulo de rotação específico entre um par de variantes não foi observada para a temperatura de austenitização de 1050°C.
- As relações de orientação encontradas para os aços AISI 420 com 0,196%C e 0,335%C foram próximas à relação de orientação teórica G-T. A austenita reconstruída apresentou grãos com orientação da fibra  $\alpha$  ( $\langle 101\rangle\parallel\text{DN}$ ) e

contornos de maclas em ambos os aços. A maior diferença de orientação observada no interior de um grupo Bain foi próxima à  $15^\circ$  para as relações de orientação encontradas. O tamanho do grupo Bain pode ser usado para avaliar o refinamento da microestrutura martensítica com a mesma morfologia.

- A morfologia, as frações de contornos de variantes, os tamanhos dos pacotes e dos grupos Bain e a largura dos blocos não foram influenciados pelas diferentes rotas de processamento investigadas. Consequentemente, o aço AISI 420 com 0,196%C apresentou o mesmo nível de resistência mecânica.
- O aumento da temperatura de austenitização proporcionou a redução dos contornos de sub-blocos (par de variantes V1/V4) e o aumento de contornos de pares de variantes com alta diferença de orientação no aço AISI 420 com 0,335%C. O mecanismo de refinamento martensita observado no aço AISI 420 com 0,335%C consistiu no aumento de interfaces formadas por pares de variantes com alta diferença de orientação, na formação de blocos com menor largura e de grupos Bain mais irregulares. Esse resultado ocorreu devido ao incremento de carbono em solução sólida como resultado do aumento da dissolução de carbonetos com o aumento da temperatura de austenitização. O aumento da temperatura de austenitização também promoveu maior divisão dos grãos austeníticos prévios e dos pacotes por grupos Bain.
- O refinamento da microestrutura martensítica e o incremento de carbono em solução sólida como resultado do aumento da dissolução de carbonetos promoveram o aumento do limite de escoamento, do limite de resistência e da dureza.
- A maior fração de austenita retida observada na amostra austenitizada a 1100 °C reduziu o limite de escoamento e alterou o comportamento mecânico do aço AISI 420 com 0,335%C. O efeito do refinamento de grão da martensita após austenitização a 1100 °C não foi evidenciado.

## **CAPÍTULO 8: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Investigar o início da recristalização por meio de interrupções no ciclo de recozimento dos aços AISI 410, AISI 420 com 0,335%C e EN 1.4116 usando as técnicas de EBSD e TEM.

Investigar o efeito da microestrutura após laminação a quente nas características cristalográficas e propriedades mecânicas após têmpera do aço AISI 420 com 0,196%C e comparar com os resultados obtidos nesta Tese.

Estudar o efeito da temperatura de austenitização na densidade de discordâncias e subestrutura da martensita do aço AISI 420 com 0,335%C por meio das técnicas de DRX e TEM, respectivamente.

Realizar austenitização a 1100°C e têmpera subzero em amostras do aço AISI 420 com 0,335%C para evidenciar o efeito do refinamento da microestrutura martensítica nas propriedades mecânicas.



## CAPÍTULO 9: ARTIGOS PUBLICADOS

Materials Characterization 192 (2022) 112190



Contents lists available at ScienceDirect

Materials Characterization

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/matchar](http://www.elsevier.com/locate/matchar)

## Microstructure and crystallographic texture of martensitic stainless steels after cold rolling and subsequent recrystallization

Ariane Neves de Moura<sup>a,\*</sup>, Cláudio Moreira de Alcântara<sup>b</sup>, Estéfano Aparecido Vieira<sup>c</sup>, Daniella Gomes Rodrigues<sup>b</sup>, Wilian da Silva Labiapari<sup>b</sup>, Marco Antônio da Cunha<sup>b</sup>, Tarcísio Reis de Oliveira<sup>b</sup>, Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Postgraduate Program in Mechanical Engineering, Universidade Federal do Espírito Santo, Avenue Fernando Ferrari, 514, Vitória, Espírito Santo, Brazil  
<sup>b</sup> Aperam South America Research Center, Praça 1<sup>o</sup> de Maio, 09, Timóteo, Minas Gerais, Brazil  
<sup>c</sup> Postgraduate Program in Metallurgical and Materials Engineering, Instituto Federal do Espírito Santo, Avenue Vitória, 1729 Vitória, Brazil

## ARTICLE INFO

## Keywords:

Martensitic stainless steel  
 (Cr,Fe)<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides  
 Cold rolling  
 Recrystallization  
 Texture

## ABSTRACT

Martensitic transformation occurs after the final conformation in the quenching process of martensitic stainless steels. Ferrite grains and Cr-rich carbides are observed in the microstructure during the hot rolling, cold rolling and annealing industrial processes. In this context, this study investigated the microstructures and textures of AISI 410, AISI 420 and EN 1.4116 stainless steels with different carbide fractions, initial grain sizes and initial textures after 50% cold rolling reduction and recrystallization. The experimental results showed that the stored energy after cold rolling and grain growth during the annealing were mainly influenced by the (Cr,Fe)<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbide fraction, which was identified as Cr<sub>15.58</sub>Fe<sub>7.42</sub>C<sub>6</sub> carbide type. Reducing initial grain size caused a larger grain boundary constraints, weakening the {110}<001> Goss component in recrystallized texture. The initial texture and pinning effect of (Cr,Fe)<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides favored  $\alpha$ -fiber retention and texture gradient after recrystallization in AISI 410 steel. The recrystallized microstructures of AISI 420 and EN 1.4116 steels were heterogeneous owing to the (Cr,Fe)<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbide bands in the as-received condition. In addition, the selective particle drag caused the  $\gamma$ -fiber development with a shift toward (334)[483] component in AISI 420 and EN 1.4116 steels.

## 1. Introduction

The martensitic stainless steels are based on Fe-Cr-C ternary system with 10.5–18% Cr and 0.1–1.2% C. The combination of corrosion resistance and high strength makes the martensitic stainless steels very attractive for several segments after the quenching process. In general, these alloys are used in cutlery, valve parts, gears, shafts, and rollers [1,2]. Martensitic stainless steels showed a microstructure consisting of ferrite grains and Cr-rich carbides after hot rolling and box annealing as well as during cold rolling and annealing industrial processes. The quenching process is applied after the final mechanical conformation.

The physical mechanisms involved in the microstructure formation are related to crystallographic texture development [3]. Chemical composition, carbides, initial texture and initial microstructure influence cold-rolled and the recrystallized textures of stainless steels [4–8]. The grain size after the hot rolling affects the stored energy and the formation of deformation heterogeneities during cold rolling,

consequently, the recrystallized texture and microstructure [9]. Coarse-grained steels show lower stored energy and a higher tendency for shear and deformation banding [9,10]. Shear and deformation bands are nucleation sites in the recrystallization of coarse-grained steel, increasing nucleation rates during recrystallization. The grain nucleation with {110}<001> Goss component at shear bands inside {111}<112> deformed grains occurs during recrystallization. Thus, high intensity of {110}<001> Goss component are found after annealing [4,5,7,11]. Grain boundary constraints are stronger in fine-grained steels than in coarse-grained steels since the grain boundaries interrupt the slip process during deformation [12]. Decreasing initial grain size enhances  $\gamma$ -fiber intensity [6,12,13].

The second-phase particles modify the microstructure and texture after cold deformation and recrystallization. The increase of stored energy during the plastic strain, the pinning effect and the particle stimulated nucleation (PSN) mechanism can be observed during the recrystallization [9,14,15]. Fine particles retard the growth of  $\gamma$ -fiber

\* Corresponding author.

E-mail address: [ariane.neves.moura@gmail.com](mailto:ariane.neves.moura@gmail.com) (A.N. Moura).

<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112190>

Received 5 December 2021; Received in revised form 22 March 2022; Accepted 31 July 2022  
 Available online 3 August 2022

1044-5803/© 2022 Elsevier Inc. All rights reserved.

A.N. Moura, J.L. Ferreira, J.B.R. Martins, M.V. Souza, N.A. Castro, M.T.D. Orlando. Microstructure, Crystallographic Texture, and Stretch-Flangeability of Hot-Rolled Multiphase Steel, *Steel Research International*. 91 (2020) 1051–1060.

V.S. Dagostini, A.N. Moura, T.S. Luz, N.A. Castro, M.T.D. Orlando, E.A. Vieira. Microstructural analysis and mechanical behavior of the HAZ in an API 5L X70 steel welded by GMAW process, *Welding in the World*. 65 (2021) 1051–1060.

A.N. Moura, C.A. Rosa Neto, N.A. Castro, E.A. Vieira, M.T.D. Orlando. Microstructure, crystallographic texture and strain hardening behavior in hot tensile tests of UNS S32304 Lean Duplex stainless steel, *Journal of Materials Research and Technology*. 12 (2021) 1065–1079.

C.M. Alcântara, A.N. Moura, M.T.D. Orlando, W.S. Labiapari, M.A. Cunha, T.R. Oliveira, V.T.L. Bueno. Microstructure and Pitting Corrosion Resistance of Quenched, Single Tempered and Double Tempered AISI 420 Martensitic Stainless Steel, *Materials Research*. 24 (2021).

## CAPÍTULO 10: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J.R. DAVIS, Metalurgy and properties of wrought stainless steel, in: ASM Specialty Handbook, 1996: pp. 13–49.
- [2] W.M. Garrison, M.O.H. Amuda, Stainless Steels: Martensitic, in: Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, Elsevier, 2017: pp. 1–9.
- [3] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier, Cambridge, 2004.
- [4] D. Raabe, K. Lücke, Textures of ferritic stainless steels, *Materials Science and Technology*. 9 (1993) 302–312.
- [5] M. Hölscher, D. Raabe, K. Lücke, Rolling and recrystallization textures of bcc steels, *Steel Research*. 62 (1991) 567–575.
- [6] R.P. Siqueira, H.R.Z. Sandim, D. Raabe, Particle Stimulated Nucleation in Coarse-Grained Ferritic Stainless Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 44 (2013) 469–478.
- [7] D.G. Rodrigues, C.M. De Alcântara, T.R. De Oliveira, B.M. Gonzalez, The effect of grain size and initial texture on microstructure, texture, and formability of Nb stabilized ferritic stainless steel manufactured by two-step cold rolling, *Journal of Materials Research and Technology*. 8 (2019) 4151–4162.
- [8] G. Krauss, Martensite in steel: strength and structure, *Materials Science and Engineering: A*. 273–275 (1999) 40–57.
- [9] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys, *Acta Mater*. 51 (2003) 1789–1799.
- [10] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel, *Acta Mater*. 54 (2006) 1279–1288.

- [11] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, N. Hansen, The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels, *Acta Mater.* 54 (2006) 5323–5331.
- [12] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, X. Huang, Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels, *Materials Science and Engineering: A.* 438–440 (2006) 237–240.
- [13] C. Zhang, Q. Wang, J. Ren, R. Li, M. Wang, F. Zhang, K. Sun, Effect of martensitic morphology on mechanical properties of an as-quenched and tempered 25CrMo48V steel, *Materials Science and Engineering: A.* 534 (2012) 339–346.
- [14] A. Stormvinter, G. Miyamoto, T. Furuhashi, P. Hedström, A. Borgenstam, Effect of carbon content on variant pairing of martensite in Fe–C alloys, *Acta Mater.* 60 (2012) 7265–7274.
- [15] B.B. Wu, X.L. Wang, Z.Q. Wang, J.X. Zhao, Y.H. Jin, C.S. Wang, C.J. Shang, R.D.K. Misra, New insights from crystallography into the effect of refining prior austenite grain size on transformation phenomenon and consequent mechanical properties of ultra-high strength low alloy steel, *Materials Science and Engineering: A.* 745 (2019) 126–136.
- [16] T. Hanamura, S. Torizuka, S. Tamura, S. Enokida, H. Takechi, Effect of Austenite Grain Size on Transformation Behavior, Microstructure and Mechanical Properties of 0.1C–5Mn Martensitic Steel, *ISIJ International.* 53 (2013) 2218–2225.
- [17] H. Kawata, Y. Honda, K. Takeda, Effect of Carbon Content on Strengthening Behavior with Grain Refinement on Lath Martensite Structure, in: *TMS 2019 148th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings. The Minerals, Metals & Materials Series.*, Springer, Cham, 2019: pp. 529–535.
- [18] S. Morito, J. Nishikawa, T. Maki, Dislocation Density within Lath Martensite in Fe-C and Fe-Ni Alloys, *ISIJ International.* 43 (2003) 1475–1477.

- [19] S.C. Kennett, G. Krauss, K.O. Findley, Prior austenite grain size and tempering effects on the dislocation density of low-C Nb–Ti microalloyed lath martensite, *Scr Mater.* 107 (2015) 123–126.
- [20] S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhashi, T. Maki, Effect of Austenite Grain Size on the Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Low Carbon Steels, *ISIJ International.* 45 (2005) 91–94.
- [21] C. Wang, M. Wang, J. Shi, W. Hui, H. Dong, Effect of microstructural refinement on the toughness of low carbon martensitic steel, *Scr Mater.* 58 (2008) 492–495.
- [22] B.B. Wu, Z.Q. Wang, X.L. Wang, W.S. Xu, C.J. Shang, R.D. K. Misra, Toughening of martensite matrix in high strength low alloy steel: Regulation of variant pairs, *Materials Science and Engineering: A.* 759 (2019) 430–436.
- [23] X.L. Wang, X.P. Ma, Z.Q. Wang, S.V. Subramanian, Z.J. Xie, C.J. Shang, X.C. Li, Carbon microalloying effect of base material on variant selection in coarse grained heat affected zone of X80 pipeline steel, *Mater Charact.* 149 (2019) 26–33.
- [24] C. García de Andrés, G. Caruana, L.F. Alvarez, Control of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides in 0.45C–13Cr martensitic stainless steel by means of three representative heat treatment parameters, *Materials Science and Engineering: A.* 241 (1998) 211–215.
- [25] M.C. Tsai, C.S. Chiou, J.S. Du, J.R. Yang, Phase transformation in AISI 410 stainless steel, *Materials Science and Engineering: A.* 332 (2002) 1–10.
- [26] L.D. Barlow, M. du Toit, Effect of Austenitizing Heat Treatment on the Microstructure and Hardness of Martensitic Stainless Steel AISI 420, *J Mater Eng Perform.* 21 (2012) 1327–1336.
- [27] D. Ma, H. Chi, J. Zhou, Q. Yong, Microstructure and Mechanical Properties of Martensitic Stainless Steel 6Cr15MoV, *Journal of Iron and Steel Research International.* 19 (2012) 56–61.

- [28] A.N. Isfahany, H. Saghafian, G. Borhani, The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel, *J Alloys Compd.* 509 (2011) 3931–3936.
- [29] A. Miotti Bettanini, F. Hannard, J.-D. Mithieux, G. Badinier, P.J. Jacques, T. Pardoën, L. Delannay, Residual ferrite in martensitic stainless steels: The effect of mechanical strength contrast on ductility, *Materials Science and Engineering: A.* 731 (2018) 495–505.
- [30] Y. Yang, H. Zhao, H. Dong, Carbide Evolution in High-Carbon Martensitic Stainless Cutlery Steels during Austenitizing, *J Mater Eng Perform.* 29 (2020) 3868–3875.
- [31] F.B. Pickering, Physical metallurgy of stainless steel developments, *International Metals Reviews.* (1976) 227–68.
- [32] Q. Zhu, J. Li, C. Shi, W. Yu, C. Shi, J. Li, Precipitation behavior of carbides in high-carbon martensitic stainless steel, *International Journal of Materials Research.* 108 (2017) 20–28.
- [33] Clenice Moreira Galinari, Estudo microestrutural de aços inoxidáveis martensíticos com aplicação em cutelaria profissional, Universidade Federal de Minas Gerais, 2005.
- [34] H. Bhadeshia, R. Honeycombe, Tempering of Martensite, in: *Steels: Microstructure and Properties*, Elsevier, 2017: pp. 237–270. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100270-4.00009-3>.
- [35] X. Tao, J. Gu, L. Han, Characterization of precipitates in X12CrMoWVNbN10-1-1 steel during heat treatment, *Journal of Nuclear Materials.* 452 (2014) 557–564.
- [36] S.-Y. Lu, K.-F. Yao, Y.-B. Chen, M.-H. Wang, X.-Y. Ge, Influence of Heat Treatment on the Microstructure and Corrosion Resistance of 13 Wt Pct Cr-Type Martensitic Stainless Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A.* 46 (2015) 6090–6102.
- [37] G. Chakraborty, C.R. Das, S.K. Albert, A.K. Bhaduri, V. Thomas Paul, G. Panneerselvam, A. Dasgupta, Study on tempering behaviour of AISI 410 stainless steel, *Mater Charact.* 100 (2015) 81–87.



- [38] S.-Y. Lu, K.-F. Yao, Y.-B. Chen, M.-H. Wang, X. Liu, X. Ge, The effect of tempering temperature on the microstructure and electrochemical properties of a 13wt.% Cr-type martensitic stainless steel, *Electrochim Acta*. 165 (2015) 45–55.
- [39] S.K. Bonagani, V. Bathula, V. Kain, Influence of tempering treatment on microstructure and pitting corrosion of 13 wt.% Cr martensitic stainless steel, *Corros Sci*. 131 (2018) 340–354.
- [40] L.B. Ramos, L. Simoni, R.G. Mielczarski, M.R.O. Vega, R.M. Schroeder, C. de F. Malfatti, Tribocorrosion and Electrochemical Behavior of DIN 1.4110 Martensitic Stainless Steels After Cryogenic Heat Treatment, *Materials Research*. 20 (2017) 460–468.
- [41] R.K. Ray, J.J. Jonas, Transformation textures in steels, *International Materials Reviews*. 35 (1990) 1–36.
- [42] D. Raabe, Overview on Basic Types of Hot Rolling Textures of Steels, *Steel Res Int*. 74 (2003) 327–337.
- [43] D. Raabe, On the influence of the chromium content on the evolution of rolling textures in ferritic stainless steels, *J Mater Sci*. 31 (1996) 3839–3845.
- [44] M.-Y. Huh, O. Engler, Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet, *Materials Science and Engineering: A*. 308 (2001) 74–87.
- [45] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D.J. Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, Current issues in recrystallization: a review, *Materials Science and Engineering: A*. 238 (1997) 219–274.
- [46] D. Raabe, K. Lücke, Influence of particles on recrystallization textures of ferritic stainless steels, *Steel Research*. 63 (1992) 457–464.
- [47] F. Gao, Z.Y. Liu, G.D. Wang, Effect of the size and dispersion of precipitates formed in hot rolling on recrystallization texture in ferritic stainless steels, *J Mater Sci*. 48 (2013) 2404–2415.

- [48] H. Inagaki, Fundamental Aspect of Texture Formation in Low Carbon Steel, *ISIJ International*. 34 (1994) 313–321.
- [49] B. Hutchinson, Deformation microstructures and textures in steels, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 357 (1999) 1471–1485.
- [50] I.L. Dillamore, C.J.E. Smith, T.W. Watson, Oriented Nucleation in the Formation of Annealing Textures in Iron, *Metal Science Journal*. 1 (1967) 49–54.
- [51] F. Gao, Z. yu Liu, H. tao Liu, G. dong Wang, Evolution of Through-Thickness Texture in Ultra Purified 17% Cr Ferritic Stainless Steels, *Journal of Iron and Steel Research International*. 20 (2013) 31–38.
- [52] F. Gao, Z. Liu, H. Liu, G. Wang, Texture evolution and formability under different hot rolling conditions in ultra purified 17%Cr ferritic stainless steels, *Mater Charact*. 75 (2013) 93–100.
- [53] C.W. Sinclair, J.D. Mithieux, J.H. Schmitt, Y. Bréchet, Recrystallization of stabilized ferritic stainless steel sheet, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 36 (2005) 3205–3215.
- [54] Y. Yazawa, Y. Ozaki, Y. Kato, O. Furukimi, Development of ferritic stainless steel sheets with excellent deep drawability by  $\{1\ 1\ 1\}$  recrystallization texture control, *JSAE Review*. 24 (2003) 483–488.
- [55] G.B. Olson, M. Cohen, A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC  $\rightarrow$  HCP transformation, *Metallurgical Transactions A*. 7 (1976) 1897–1904.
- [56] H. Bhadeshia, R. Honeycombe, Formation of Martensite, in: *Steels: Microstructure and Properties*, Elsevier, 2017: pp. 135–177.
- [57] J.W. CHRISTIAN, Kinetics of Martensitic Transformations, in: *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, Elsevier, 2002: pp. 1062–1075.
- [58] P.M. Kelly, Crystallography of martensite transformations in steels, in: *Phase Transformations in Steels*, Elsevier, 2012: pp. 3–33.

- [59] G. Miyamoto, A. Shibata, T. Maki, T. Furuhashi, Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis, *Acta Mater.* 57 (2009) 1120–1131.
- [60] T. Maki, Morphology and substructure of martensite in steels, in: *Phase Transformations in Steels*, Elsevier, 2012: pp. 34–58.
- [61] T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, G. Miyamoto, T. Maki, Variant Selection in Grain Boundary Nucleation of Upper Bainite, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 39 (2008) 1003–1013.
- [62] D.R. Almeida Junior, K.D. Zilnyk, D. Raabe, H.R.Z. Sandim, Reconstructing the austenite parent microstructure of martensitic steels: A case study for reduced-activation Eurofer steels, *Journal of Nuclear Materials*. 516 (2019) 185–193.
- [63] G. Miyamoto, N. Takayama, T. Furuhashi, Accurate measurement of the orientation relationship of lath martensite and bainite by electron backscatter diffraction analysis, *Scr Mater.* 60 (2009) 1113–1116.
- [64] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, T. Furuhashi, Mapping the parent austenite orientation reconstructed from the orientation of martensite by EBSD and its application to ausformed martensite, *Acta Mater.* 58 (2010) 6393–6403.
- [65] C.M. Alcântara, A.N. Moura, M.T.D. Orlando, W. da S. Labiapari, M.A. Cunha, T.R. de Oliveira, V.T.L. Buono, Microstructure and Pitting Corrosion Resistance of Quenched, Single Tempered and Double Tempered AISI 420 Martensitic Stainless Steel, *Materials Research*. 24 (2021).
- [66] P.P. Suikkanen, C. Cayron, A.J. DeArdo, L.P. Karjalainen, Crystallographic Analysis of Martensite in 0.2C-2.0Mn-1.5Si-0.6Cr Steel using EBSD, *J Mater Sci Technol.* 27 (2011) 920–930.
- [67] X.L. Wang, Z.Q. Wang, L.L. Dong, C.J. Shang, X.P. Ma, S.V. Subramanian, New insights into the mechanism of cooling rate on the impact toughness of coarse grained heat affected zone from the aspect of

- variant selection, *Materials Science and Engineering: A*. 704 (2017) 448–458.
- [68] L. Sanz, B. Pereda, B. López, Validation and Analysis of the Parameters for Reconstructing the Austenite Phase from Martensite Electron Backscatter Diffraction Data, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 48 (2017) 5258–5272.
- [69] H. YANG, H. BHADESHIA, Austenite grain size and the martensite-start temperature, *Scr Mater.* 60 (2009) 493–495.
- [70] S.M.C. van Bohemen, L. Morsdorf, Predicting the Ms temperature of steels with a thermodynamic based model including the effect of the prior austenite grain size, *Acta Mater.* 125 (2017) 401–415.
- [71] C. Celada-Casero, J. Sietsma, M.J. Santofimia, The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels, *Mater Des.* 167 (2019) 107625.
- [72] N. Takayama, G. Miyamoto, T. Furuhashi, Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel, *Acta Mater.* 60 (2012) 2387–2396.
- [73] K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima, Anisotropy of strength and plasticity in lath martensite steel, *Materials Science and Engineering: A*. 674 (2016) 104–116.
- [74] Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima, Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, *Materials Science and Engineering: A*. 560 (2013) 535–544.
- [75] A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Evaluation of the block boundary and sub-block boundary strengths of ferrous lath martensite using a micro-bending test, *Materials Science and Engineering A*. 527 (2010) 7538–7544.
- [76] C. Du, J.P.M. Hoefnagels, R. Vaes, M.G.D. Geers, Block and sub-block boundary strengthening in lath martensite, *Scr Mater.* 116 (2016) 117–121.

- [77] M.J. Roberts, Effect of transformation substructure on the strength and toughness of Fe-Mn alloys, *Metallurgical Transactions*. 1 (1970) 3287–3294.
- [78] T. Swarr, G. Krauss, The effect of structure on the deformation of as-quenched and tempered martensite in an Fe-0.2 pct C alloy, *Metallurgical Transactions A*. 7 (1976) 41–48.
- [79] K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai, Recent developments in stainless steels, *Materials Science and Engineering R: Reports*. 65 (2009) 39–104.
- [80] M. Hunkel, H. Surm, M. Steinbacher, Dilatometry, in: *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*, Elsevier B.V., 2018: pp. 103–129.
- [81] B.D. Cullity, *Elements of X-ray Diffraction*, 2nd ed., Addison-Wesley Publishing Company Inc, 1978.
- [82] J.D. Hanawalt, Phase Identification by X-Ray Powder Diffraction Evaluation of Various Techniques, *Advances in X-Ray Analysis*. 20 (1976) 63–73.
- [83] J.D. Hanawalt, H.W. Rinn, L.K. Frevel, Chemical Analysis by X-Ray Diffraction: Classification and Use of X-Ray Diffraction Patterns, *Powder Diffraction*. 1 (1986) 2–14.
- [84] S.I. Wright, M.M. Nowell, D.P. Field, A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction, *Microscopy and Microanalysis*. 17 (2011) 316–329.
- [85] ASTM International, A370 – 19 Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, (2019).
- [86] ASTM International, E8/E8M – 16 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, (2016).
- [87] ASTM International, A384 – 17 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, (2017).
- [88] H.P. Stüwe, A.F. Padilha, F. Siciliano, Competition between recovery and recrystallization, *Materials Science and Engineering: A*. 333 (2002) 361–367.

- [89] S. Sharma, B. Ravi Kumar, B.P. Kashyap, N. Prabhu, Effect of stored strain energy heterogeneity on microstructure evolution of 90% cold rolled AISI 304L stainless steel during interrupted annealing treatment, *Mater Charact.* 140 (2018) 72–85.
- [90] F. Cardarelli, *Materials handbook: a concise desktop reference*, 2nd ed., Springer-Verlag London Limited, 2018.
- [91] A.A. Gazder, M. Sánchez-Araiza, J.J. Jonas, E. V. Pereloma, Evolution of recrystallization texture in a 0.78 wt.% Cr extra-low-carbon steel after warm and cold rolling, *Acta Mater.* 59 (2011) 4847–4865.
- [92] S.S. Hazra, A.A. Gazder, E. V Pereloma, Stored energy of a severely deformed interstitial free steel, *Materials Science and Engineering A.* 524 (2009) 158–167.
- [93] ASTM International, E92 – 17 Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials, (2017).
- [94] M.M. Nowell, S.I. Wright, Phase differentiation via combined EBSD and XEDS, *J Microsc.* 213 (2004) 296–305.
- [95] K.M. Lee, M.Y. Huh, H.J. Lee, J.T. Park, J.S. Kim, E.J. Shin, O. Engler, Effect of hot band grain size on development of textures and magnetic properties in 2.0% Si non-oriented electrical steel sheet, *J Magn Magn Mater.* 396 (2015) 53–64.
- [96] M. Sánchez-Araiza, S. Godet, P.J. Jacques, J.J. Jonas, Texture evolution during the recrystallization of a warm-rolled low-carbon steel, *Acta Mater.* 54 (2006) 3085–3093.
- [97] K. Verbeken, Microtextural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel, *Scr Mater.* 48 (2003) 1457–1462.
- [98] F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris, Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences.* 357 (1999) 1663–1681.



- [99] R. Hielscher, T. Nyysönen, F. Niessen, A.A. Gazder, The variant graph approach to improved parent grain reconstruction, (2022).
- [100] P. Li, J. Li, Q. Meng, W. Hu, D. Xu, Effect of heating rate on ferrite recrystallization and austenite formation of cold-roll dual phase steel, *J Alloys Compd.* 578 (2013) 320–327.
- [101] J. Huang, W.J. Poole, M. Militzer, Austenite formation during intercritical annealing, *Metallurgical and Materials Transactions A.* 35 (2004) 3363–3375.
- [102] R.R. Mohanty, O.A. Girina, N.M. Fonstein, Effect of heating rate on the austenite formation in low-carbon high-strength steels annealed in the intercritical region, *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci.* 42 (2011) 3680–3690.
- [103] D.Z. Yang, E.L. Brown, D.K. Matlock, G. Krauss, Ferrite recrystallization and austenite formation in cold-rolled intercritically annealed steel, *Metallurgical Transactions A.* 16 (1985) 1385–1392.
- [104] C. Philippot, M. Bellavoine, M. Dumont, K. Hoummada, J. Drillet, V. Hebert, P. Maugis, Influence of Heating Rate on Ferrite Recrystallization and Austenite Formation in Cold-Rolled Microalloyed Dual-Phase Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A.* 49 (2018) 66–77.
- [105] C.I. Garcia, A.J. Deardo, Formation of austenite in 1.5 pct Mn steels, *Metallurgical Transactions A.* 12 (1981) 521–530.
- [106] L. Kestens, A.C.C. Reis, W. Kaluba, Y. Houbaert, Grain Refinement and Texture Change in Interstitial Free Steels after Severe Rolling and Ultra-Short Annealing, *Materials Science Forum.* 467–470 (2004) 287–292.
- [107] L. Morsdorf, C.C. Tasan, D. Ponge, D. Raabe, 3D structural and atomic-scale analysis of lath martensite: Effect of the transformation sequence, *Acta Mater.* 95 (2015) 366–377.
- [108] S.-Y. Lu, K.-F. Yao, Y.-B. Chen, M.-H. Wang, N. Chen, X.-Y. Ge, Effect of quenching and partitioning on the microstructure evolution and electrochemical properties of a martensitic stainless steel, *Corros Sci.* 103 (2016) 95–104.

- [109] B. Deng, D. Yang, G. Wang, Z. Hou, H. Yi, Effects of Austenitizing Temperature on Tensile and Impact Properties of a Martensitic Stainless Steel Containing Metastable Retained Austenite, *Materials*. 14 (2021) 1000.
- [110] L. Morsdorf, O. Jeannin, D. Barbier, M. Mitsuhashi, D. Raabe, C.C. Tasan, Multiple mechanisms of lath martensite plasticity, *Acta Mater.* 121 (2016) 202–214.
- [111] H. Nakagawa, T. Miyazaki, Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel, *J Mater Sci.* 34 (1999) 3901–3908.
- [112] H. Godin, J.D. Mithieux, C. Parrens, G. Badinier, M. Sennour, A.F. Gourgues-Lorenzon, Effects of cooling path and resulting microstructure on the impact toughness of a hot stamping martensitic stainless steel, *Materials Science and Engineering A*. 742 (2019) 597–607.
- [113] T. Tsuchiyama, J. Tobata, T. Tao, N. Nakada, S. Takaki, Quenching and partitioning treatment of a low-carbon martensitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*. 532 (2012) 585–592.
- [114] J. Mola, B.C. Cooman, Quenching and partitioning (Q&P) processing of martensitic stainless steels, *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci.* 44 (2013) 946–967.
- [115] W. Bleck, X. Guo, Y. Ma, The TRIP Effect and Its Application in Cold Formable Sheet Steels, *Steel Res Int.* 88 (2017) 1700218.
- [116] C. Herrera, D. Ponge, D. Raabe, Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability, *Acta Mater.* 59 (2011) 4653–4664.
- [117] M. Soleimani, A. Kalhor, H. Mirzadeh, Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review, *Materials Science and Engineering: A*. 795 (2020) 140023.
- [118] H. Bhadeshia, R. Honeycombe, The Embrittlement and Fracture of Steels, in: *Steels: Microstructure and Properties*, Elsevier, 2017: pp. 303–341.

**ANEXO A: Sistema de escorregamento**

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```
cs= crystalSymmetry('432','Iron bcc');
```

```
ori = orientation.byEuler(26.2*degree,47.9*degree,335.2*degree,cs);
```

```
sS = slipSystem.bcc(cs,0.2)
```

```
sSAll = sS.symmetrise('antipodal')
```

```
sSGrain = ori * sSAll
```

```
r = stressTensor(diag([1 0 -1]))
```

```
SF = sSGrain.SchmidFactor(r)
```

```
[SFMax,id] = max(abs(SF))
```

```
sSAll(id)
```

## ANEXO B: Reconstrução austenita

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```

ebdsOriginal=ebds
ebds=ebds('Iron (Alpha)')
[grains,ebds.grainId] = calcGrains(ebds,'unitCell','angle',3*degree)
grains = smooth(grains,5);

csChild = ebds('Iron (Alpha)').CS
csParent = crystalSymmetry('432', [3.6 3.6 3.6], 'mineral', 'Iron (Gamma)', 'color',
[0.56 0.74 0.56])
p2c = orientation.byEuler(172.5*degree,46.6*degree,177.3*degree,csParent,csChild)
job = parentGrainReconstructor(ebds,grains,p2c)
job.calcParent2Child

[fit, c2cPairs] = job.calcGBFit;
[gB,pairId] = job.grains.boundary.selectByGrainId(c2cPairs);
job.calcGraph('threshold',4*degree,'tolerance',1*degree);
job.clusterGraph('inflationPower',1.6)
job.calcParentFromGraph
job.revert(job.grains.fit > 5*degree | job.grains.clusterSize < 5)

job.calcGBVotes
job.calcParentFromVote('minVotes',4)

for l = 1:2
job.calcGBVotes('noC2C')
job.calcParentFromVote('minFit',5*degree)
end

job.mergeSimilar('threshold',5*degree);
job.mergeInclusions('maxSize',500);

figure(1);
ipfKey = ipfTSLKey(ebds)
plot(job.parentGrains,ipfKey.orientation2color(job.parentGrains.meanOrientation))

parentEBSD = job.calcParentEBSD;
[parentGrains, parentEBSD.grainId] =
calcGrains(parentEBSD,'unitCell','angle',5*degree);

figure(2)
plot(parentEBSD('Iron (Gamma)'),ipfKey.orientation2color(parentEBSD('Iron
(Gamma)').orientations),'faceAlpha',0.5)
hold on
plot(parentGrains.boundary,'lineWidth',0.5)
hold off

```

## ANEXO C: Desvio angular médio – diferença de orientação entre as variantes do dado experimental e a relação de orientação cristalina teórica

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```

ebsd1=ebsd
ebsd=ebsd('Iron (Alpha)')
[grains,ebsd.grainId] = calcGrains(ebsd,'unitCell','angle',3*degree)

csChild = ebsd('Iron (Alpha)').CS
csParent = crystalSymmetry('432', [3.6 3.6 3.6], 'mineral', 'Iron (Gamma)', 'color',
[0.56 0.74 0.56])

p2c = orientation.byEuler(172.5*degree,46.6*degree,177.3*degree,csParent,csChild)

job = parentGrainReconstructor(ebsd,grains,p2c)

gB = job.grains.boundary(job.csChild,job.csChild)
gB_c2c = gB('Iron (Alpha)','Iron (Alpha)')
p2c_V = job.p2c.variants;
p2c_V = p2c_V(:);
c2c_variants = job.p2c * inv(p2c_V);
for k = 1:length(c2c_variants);
    misfit_c2c = angle_outer(gB_c2c.misorientation,c2c_variants);
    [min_misfit_c2c,variant] = min(misfit_c2c,[],2);
    min_misfit_c2c_degree = min_misfit_c2c./degree;
end

filetxt = strcat('Desvio','.txt');
fileID = fopen(filetxt,'w');
fprintf(fileID,'%5f \n', min_misfit_c2c./degree);

```

## ANEXO D: Diferença de orientação entre as variantes considerando a variante 1 como referência

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```
cs_fcc = crystalSymmetry('432','Iron fcc');
cs_bcc = crystalSymmetry('432','Iron bcc');
```

```
h_fcc = Miller({0,0,1},cs_fcc);
h_bcc = Miller({0,0,1},cs_bcc);
```

```
setMTEXpref('xAxisDirection','south');
setMTEXpref('zAxisDirection','outOfPlane');
```

```
Aus = orientation.byMiller([0 0 1],[1 0 0],cs_fcc);
```

```
OR = orientation.byEuler(174.4*degree,46.1*degree,176.0*degree, cs_bcc, cs_fcc);
```

```
V_M = variants(OR,Aus);
```

```
[variantId,packetId] = calcVariantId(Aus,V_M,OR);
```

```
[packetId] = [1;1;1;1;1;1;2;2;2;2;2;3;3;3;3;3;4;4;4;4;4];
```

```
color = ind2color(packetId);
figure(4)
plotPDF(V_M,color,h_bcc,'projection','stereo','MarkerSize',5,
'MarkerEdgeColor','k','linewidth',0.01);
hold on
```

```
for i = 1:24
plotPDF(V_M(i),'projection','stereo','label',i,'add2all','MarkerFaceColor','none','Marker
EdgeColor','none','linewidth',0.01);
end
hold off
```

```
for j=2:24
R = inv(V_M(1))*V_M(j)
[minang,id]=min(angle(R)/degree)
R(id)
R(id).axis
end
```



## ANEXO E: Identificação das variantes

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```

parentEBSD = job.calcParentEBSD;
parentEBSD.grainId = 0;
[parentGrains,parentEBSD.grainId] =
calcGrains(parentEBSD,'unitCell','angle',2*degree);
ebstd.grainId = parentEBSD.grainId;
parentEBSD('Iron (Alpha)').grainId = 0;
ebstd(ebstd.grainId & parentEBSD.grainId == 0) = [];
parentEBSD=parentEBSD('Iron (Gamma)');

parent_T = parentGrains(ebstd(ebstd.grainId ~= 0).grainId).meanOrientation;
daughter_T = ebstd(ebstd.grainId ~= 0).orientations;

N = length(parent_T);
warning('Packet ID calculation assuming {111}_p||{110}_c');
variantId = zeros ([N 1]);
packetId = zeros ([N 1]);

for M = 1:N
    parent = parent_T(M,1);
    daughter = daughter_T(M,1);

    childVariants = variants(p2c, parent);
    if size(childVariants,1) == 1
        childVariants = repmat(childVariants,length(daughter),1);
    end

    d = dot(childVariants,repmat(daughter(:,1),size(childVariants,2)));
    [~,childVariantId1] = max(d,[],2);
    variantId(M) = childVariantId1;

    h1 = Miller({1,1,1},{1,-1,1},{-1,1,1},{1,1,-1},p2c.CS);
    h2 = Miller(1,0,1,p2c.SS);

    omega = dot(variants(p2c,h1),h2);
    [~,childPacketId] = max(omega,[],1);
    childPacketId1 = childPacketId(childVariantId1);
    packetId(M) = childPacketId1;
end

```

## ANEXO F: Identificação dos pacotes

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```
parentEBSD1 = parentEBSD;
```

```
[parentGrains,parentEBSD1.grainId] =  
calcGrains(parentEBSD1,'unitCell','angle',10*degree);
```

```
A = [parentEBSD1.grainId packetId];  
B = max (unique (parentEBSD1.grainId));
```

```
newPacketGrainId = zeros ([length(A) 1]);
```

```
for M = 1:length(A)  
  for N=1:1:B  
    if A (M,1) == N && A (M,2)==1  
      newPacketGrainId(M,1) = (N*10)+1;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==2  
      newPacketGrainId(M,1) = (N*10)+2;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==3  
      newPacketGrainId(M,1) = (N*10)+3;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==4  
      newPacketGrainId(M,1) = (N*10)+4;  
    end  
  end  
end
```

```
[packetsGrains, parentEBSD1.grainId] =  
parentEBSD1.calcGrains('custom',newPacketGrainId,'delta',1,'unitCell');
```

```
plot(parentEBSD1,packetId,'micronBar','off')  
hold on  
plot(packetsGrains.boundary,'lineWidth',0.1,'lineColor','magenta')  
hold on  
plot(parentGrains.boundary,'lineWidth',0.1,'lineColor','black')  
hold off
```

## ANEXO G: Identificação dos grupos Bain

MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```
parentEBSD2 = parentEBSD;
```

```
[parentGrains,parentEBSD2.grainId] =  
calcGrains(parentEBSD2,'unitCell','angle',10*degree);
```

```
A = [parentEBSD2.grainId variantId];  
B = max (unique (parentEBSD2.grainId));
```

```
newVariantGrainId = zeros ([length(A) 1]);
```

```
for M = 1:length(A)  
  for N=1:1:B  
    if A (M,1) == N && A (M,2)==1  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+1;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==2  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+2;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==3  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+3;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==4  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+4;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==5  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+5;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==6  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+6;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==7  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+7;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==8  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+8;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==9  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+9;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==10  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+10;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==11  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+11;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==12  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+12;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==13  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+13;  
    elseif A (M,1) == N && A (M,2)==14  
      newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+14;
```

```

elseif A (M,1) == N && A (M,2)==15
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+15;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==16
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+16;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==17
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+17;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==18
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+18;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==19
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+19;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==20
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+20;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==21
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+21;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==22
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+22;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==23
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+23;
elseif A (M,1) == N && A (M,2)==24
    newVariantGrainId(M,1) = (N*100)+24;
end
end
end

[variantGrains, parentEBSD2.grainId] =
parentEBSD2.calcGrains('custom',newVariantGrainId,'delta',1,'unitCell');

B1 = [1 4 8 11 13 16 21 24]';
B2 = [2 5 7 10 15 18 20 23]';
B3 = [3 6 9 12 14 17 19 22]';

BainGroups = [B1 B2 B3];

[~,idx] = ismember(variantId,BainGroups);
[~,BainId] = ind2sub(size(BainGroups),idx);

[NewGrainId, iA] = unique(parentEBSD2.grainId, 'first');
BainIdgrain = BainId(iA);

x = BainIdgrain;
xx = variantGrains.neighbors;
neigh_BainIds = x(xx);

mori = inv(variantGrains(xx(:,1)).meanOrientation) .*
variantGrains(xx(:,2)).meanOrientation;

```

```
conditions = neigh_BainIds(:,1) == neigh_BainIds(:,2) &  
mori.angle < 25*degree;  
mergelds = xx(conditions,:);
```

```
[Bain1, parentId] = merge(variantGrains,mergelds);
```

## ANEXO H: Determinação da largura aparente do bloco

Este código foi desenvolvido com base no código de determinação da largura do bloco do *Orientation relationship tools (ORTools)* - MTEX 5.7.0 *toolbox* e o software MATLAB.

```
% Diferença de orientação bloco
[grains,ebsd.grainId] = calcGrains(ebsd,'unitCell','angle',8*degree)

% Id do bloco
grain_subset = grains('id',[1407])

% Planos
hh = Miller({1,1,0},{1,0,1},{0,1,1},{-1,1,0},{-1,0,1},{0,-1,1},ebsd.CS);
n110 = grain_subset.meanOrientation*hh;
n110.antipodal=1;

figure(1)
ipfKey =ipfTSLKey(ebsd)
plot(ebsd,ipfKey.orientation2color(ebsd.orientations))
hold on
plot(grains.boundary,'lineWidth',0.5,'lineColor','black')
for i = 1:length(n110)
hold on
quiver(grain_subset,cross(n110(:,i),zvector))
end

%Plotar plano de hábito
figure(2)
ipfKey =ipfTSLKey(ebsd)
plot(ebsd,ipfKey.orientation2color(ebsd.orientations))
hold on
quiver(grain_subset,h4);
hold on
plot(grains.boundary,'lineWidth',0.5,'lineColor','black')
hold off

%plano de hábito do bloco
h = cross(n110(:,4),zvector)
v = rotate(cross(n110(:,4),zvector),rotation.byAxisAngle(zvector,90*degree));

% Lista dos vertices
V = grain_subset.V;
% Lista dos Ids dos vertices
poly = grain_subset.poly;
ce= grain_subset.centroid;
```



```

Vg = V(poly{1},:);

% Linhas da lista dos vertices (variável Vg)
s = 130;
d = 115;
f = 70;
j = 55;
k = 40;
K = 411;
J = 395;
F = 377;
D = 361;
S = 339;

Vg1 = [Vg(s,1)-ce(1,1) Vg(s,2)-ce(1,2);
       Vg(d,1)-ce(1,1) Vg(d,2)-ce(1,2);
       Vg(f,1)-ce(1,1) Vg(f,2)-ce(1,2);
       Vg(j,1)-ce(1,1) Vg(j,2)-ce(1,2);
       Vg(k,1)-ce(1,1) Vg(k,2)-ce(1,2);
       Vg(S,1)-ce(1,1) Vg(S,2)-ce(1,2);
       Vg(D,1)-ce(1,1) Vg(D,2)-ce(1,2);
       Vg(F,1)-ce(1,1) Vg(F,2)-ce(1,2);
       Vg(J,1)-ce(1,1) Vg(J,2)-ce(1,2);
       Vg(K,1)-ce(1,1) Vg(K,2)-ce(1,2)];

a = v(1).y/v(1).x;
b = -1;
c = Vg1(:,2) - Vg1(:,1)*a;

p = (a*Vg1(:,2) - b*Vg1(:,1))./sqrt(a^2+b^2);
px = (-a*c)/(a^2+b^2);
py = (-b*c)/(a^2+b^2);

figure(3)
plot(ebsd(grain_subset),ipfKey.orientation2color(ebsd(grain_subset).orientations))
hold on
plot(grains.boundary(grain_subset),'lineWidth',0.5,'lineColor','black')
hold on
V = grain_subset.V;
poly = grain_subset.poly;
ce = grain_subset.centroid;
Vg = V(poly{1},:);
Vg1 = [Vg(s,1) Vg(s,2);
       Vg(d,1) Vg(d,2);
       Vg(f,1) Vg(f,2);
       Vg(j,1) Vg(j,2);
       Vg(k,1) Vg(k,2);
       Vg(S,1) Vg(S,2);
       Vg(D,1) Vg(D,2);

```

```
Vg(F,1) Vg(F,2);  
Vg(J,1) Vg(J,2);  
Vg(K,1) Vg(K,2);  
plot([(px+ce(1))';Vg1(:,1)'],[(py+ce(2))';Vg1(:,2)'])  
hold on  
quiver(grain_subset,h)  
legend('off')  
hold off
```

```
p = abs(p(:,1))
```

```
M = [p(1,1)+p(10,1);p(2,1)+p(9,1);p(3,1)+p(8,1);p(4,1)+p(7,1);p(5,1)+p(6,1)]
```

```
% Largura aparente  
db = mean (M)
```