

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
CIÊNCIA DE MATERIAIS - MESTRADO

JAMIL MARTINS GUIMARÃES JUNIOR

TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO
EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS AISI 304 E AISI 316
DEFORMADOS POR DIFERENTES PROCESSOS

Ponta Grossa

2016

JAMIL MARTINS GUIMARÃES JUNIOR

TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO
EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS AISI 304 E AISI 316
DEFORMADOS POR DIFERENTES PROCESSOS

Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Orientador:

Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo

Coorientador:

Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar

Ponta Grossa

2016

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

Guimarães Junior, Jamil Martins
G963 Transformação martensítica induzida por
deformação em aços inoxidáveis austeníticos
AISI 304 e AISI316 deformados por
diferentes processos/ Jamil Martins
Guimarães Junior. Ponta Grossa, 2016.
109f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e
Ciência de Materiais - Área de
Concentração: Desenvolvimento e
Caracterização de Materiais),
Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Marcio
Ferreira Hupalo.

Coorientador: Prof. Dr. Denilson
José Marcolino de Aguiar.

1.Aços inoxidáveis austeníticos.
2.Laminação. 3.Limagem. 4.Compressão.
5.Austenita. I.Hupalo, Marcio Ferreira.
II. Aguiar, Denilson José Marcolino de.
III. Universidade Estadual de Ponta
Grossa. Mestrado em Engenharia e
Ciência de Materiais. IV. T.

CDD: 620.11

JAMIL MARTINS GUIMARÃES JUNIOR

TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO
EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS AISI 304 E AISI 316
DEFORMADOS POR DIFERENTES PROCESSOS

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre em Engenharia e
Ciência de Materiais na Universidade Estadual de Ponta Grossa, Área de
Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Ponta Grossa, 08 de Julho de 2016.



Professor Dr. Marcio Ferreira Hupalo – Orientador
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Professor Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Professor Dr. Marcelo Vasconcelos de Carvalho
Doutor em Engenharia Aeronáutica e Mecânica
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

AGRADECIMENTOS

A Deus, por todos os momentos felizes e por todo o sucesso que Ele já me proporcionou.

Ao Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo pela paciência, pela amizade e por ter aceitado prontamente o grande desafio proposto no decorrer deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Denilson de Aguiar, pelas inúmeras vezes em que me auxiliou com sábias orientações.

Aos professores Dr. Osvaldo Cintho e MSc. Selaucio Vurobi Jr pela ajuda e atenção durante diversos experimentos.

À Engenheira Marina Dropa, ao Sr. Almerindo e todos os gestores que de alguma forma contribuíram para que as análises de ferritoscopia pudessem ser realizadas na Electro Aço Altona S.A.

À minha namorada, Fernanda, e toda a sua família. Por uma ajuda e carinho tão grandes que me emocionaram ao redigir este texto.

Aos meus amigos, Eng. Pedro Henrique Oliveira e Eng. Dr. Edson Cezar Grzebielucka, pela amizade e por constantes auxílios.

Aos alunos da graduação e amigos, Jadiel Almeida, Gustavo Moissa e João Otavio da Silva, pelo auxílio em alguns experimentos.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela bolsa concedida.

RESUMO

Aços inoxidáveis com propriedades que permitam alta conformabilidade aliada a resistência mecânica satisfatória devido a transformações de fase vêm sendo destaque nas indústrias e centros de pesquisa de metalurgia. Para tanto, os fenômenos relacionados ao encruamento devem ser compreendidos e dominados, pois os processos de deformação desempenham uma função extremamente importante na transformação de fases desses materiais. As investigações são conduzidas com deformações plásticas nos aços inoxidáveis por meio de laminação, compressão a 60% de redução da altura e laminação a níveis de 12%, 31%, 50%, 70%, 80% e 90% de redução. Para fins comparativos, são conduzidas análises microestruturais por meio de: microscopia óptica, EDS, EBSD, difração de raios X, medidas de dureza e ferritoscopia. Percebeu-se uma dureza acima do esperado nos materiais inicialmente caracterizados devido ao fato de os mesmos não estarem na condição de recozidos. Baixos níveis de redução na espessura promoveram elevados índices de transformação da austenita para martensita ϵ , enquanto que altos níveis de redução resultaram em elevado alongamento dos grãos e as maiores frações de martensita α' entre todas as condições de deformação. Deformação por meio de laminação e por meio de compressão promoveram altos índices de transformação da austenita em martensita α' para o aço inoxidável AISI 304, porém quando submetido à compressão, o aço AISI 316 não apresentou consideráveis frações de martensita na microestrutura. Sendo assim, conclui-se que o aumento de dureza do aço AISI 316 se deu por mecanismos clássicos de endurecimento, e não pela formação de martensita induzida por deformação. Isso porque a tendência em formar martensita induzida por deformação é dependente da EDE, e consequentemente, da composição química do material.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis austeníticos. Laminação. Lamagem. Compressão. Austenita. Martensita.

ABSTRACT

Stainless steels with properties which allow high conformability and satisfactory mechanical resistance due to phase transformations are becoming prominently active for industries and metallurgical research centers. Therefore, the phenomena related to the work hardening must be understood and mastered, once the strain has an extremely important function on the phase transformation of these materials. For the investigations, are conducted different kinds of strains on the stainless steels by filing, compression and cold rolling at 12%, 31%, 50%, 70%, 80% and 90% reduction levels. In order to compare the materials, are conducted the following technics: optical microscopy, EDS, EBSD, X ray diffraction, hardness measurements and ferritoscope. The high hardness presented by these as received materials is attributed to the fact that they were not annealed. Low rolled steels showed high transformation into ϵ -martensite, and high rolled levels (like 90%) showed high grain elongation and very high α' - martensite fractions. Filing and compression also showed high α' - martensite fractions for the AISI 304. However, the AISI 316 didn't show a significant fraction of α' - martensite after the compression test. Therefore, the high hardness showed by AISI 316 steel after the compression test is certainly due to classic work hardening mechanisms, not due to a α' - martensite transformation, which depends on the Stacking Fault Energy (SFE).

Keywords: Austenitic stainless steels. Rolling. Filing. Compression. Austenite. Martensite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Classificação dos aços modificados a partir do aço inoxidável austenítico AISI 304	18
Figura 2 – Imagens reais de Microscopia Eletrônica de Transmissão para a distribuição de discordâncias em grãos encruados. À esquerda: arranjo de discordâncias homogeneamente distribuídas, como num grão de baixa EDE; À direita: arranjo celular de discordâncias, como num grão de alta EDE	23
Figura 3 - Imagens de microscopia eletrônica de transmissão comparando a martensita em forma de ripas (à esquerda) e em forma de placas (à direita)	26
Figura 4 - Temperaturas de início da formação de martensita e sua morfologia em função da porcentagem em massa de carbono (33)	26
Figura 5 – Em (a): relação entre a célula CFC com a tetragonal de corpo centrado da austenita. Em (b): célula unitária tetragonal de corpo centrado da austenita sofrendo deformação de Bain no seu parâmetro para CCC da martensita.	27
Figura 6 – Aspectos fenomenológicos teóricos da cristalografia da martensita. (a) representa o cristal de austenita (c), (d) e (e) têm estrutura cúbica de corpo centrado. (b) tem uma estrutura intermediária entre CCC e CFC (ou tetragonal de corpo centrado). (c) tem estrutura cúbica de corpo centrado, mas a forma é inconsistente. Aplicando-se uma linha de deformação invariante (por maclação ou deslizamento) é capaz de corrigir os equívocos, resultando na forma e estrutura corretas.	28
Figura 7 – Microscopia óptica do aço inoxidável AISI 304 contendo 0,04% de martensita (à esquerda) e contendo 4,3% de martensita (à direita)	30
Figura 8 – Imagem de microscopia eletrônica de transmissão, ilustrando blocos de ripas de martensita induzida por deformação na austenita do aço 4140 (à esquerda) e 304 LN (à direita).....	30
Figura 9 - Fluxograma dos procedimentos experimentais realizados	32
Figura 10 – Imagem de MEV para uma região rica em ferrita delta onde foi realizada análise química	34
Figura 11 – Região onde foi realizada a análise química linear para o aço AISI 304 e a variação da porcentagem em peso dos elementos de acordo com a posição.....	36
Figura 12 - Geometria dos cortes realizados nos discos. AISI 304 (à esquerda) e AISI 316 (à direita)	37
Figura 13 – Laminador de laboratório Fenn, instalado no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa	39
Figura 14 – Cilindros usinados para o ensaio de compressão uniaxial	44
Figura 15 – Geometria dos materiais após o ensaio de compressão uniaxial	44
Figura 16 – Esquema representando picos de difração de raios X. A – representação dos picos de um cristal livre de deformações. B – representação dos picos de cristais deformados	50
Figura 17 – Microdurômetro Leica, instalado no DEMA, na Universidade Estadual de Ponta Grossa.....	52
Figura 18 – Microestrutura do aço AISI 304 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY	53
Figura 19 – Microestrutura do aço AISI 304 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY	54

Figura 20 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY	54
Figura 21 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY	55
Figura 22 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY	55
Figura 23 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção transversal. Reagente metalográfico FRY	56
Figura 24 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção transversal. Reagente metalográfico FRY	56
Figura 25 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção transversal. Reagente metalográfico FRY	57
Figura 26 – Microestrutura do aço AISI 304 solubilizado mostrando maclas e ferrita delta não dissolvida. Reagente metalográfico Carpenter	58
Figura 27 – Microestrutura do aço AISI 316 solubilizado mostrando grãos poligonais. Reagente metalográfico Carpenter	59
Figura 28 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 12% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	60
Figura 29 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 12% de redução na espessura mostrando bandas de deformação e maclas. Reagente metalográfico Carpenter	61
Figura 30 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 12% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	62
Figura 31 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 12% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	62
Figura 32 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 31% de redução na espessura mostrando maclas no material. Reagente metalográfico Carpenter	63
Figura 33 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 31% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	64
Figura 34 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 31% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	64
Figura 35 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 50% de redução na espessura mostrando o alongamento dos grãos sob esse nível de deformação. Reagente metalográfico Carpenter	65
Figura 36 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 50% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	66
Figura 37 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 50% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	66
Figura 38 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 70% de redução na espessura mostrando regiões de ferrita delta não dissolvida durante a solubilização. Reagente metalográfico Carpenter	67
Figura 39 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 70% de redução na espessura mostrando o alongamento dos grãos. Reagente metalográfico Carpenter	67
Figura 40 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 70% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	68
Figura 41 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 80% de redução na espessura mostrando pites de corrosão devido ao ataque químico. Reagente metalográfico Carpenter	69

Figura 42 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 80% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara	69
Figura 43 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 80% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter	70
Figura 44 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 90% de redução na espessura mostrando o alongamento dos grãos. Reagente metalográfico Behara.....	71
Figura 45 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 90% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara	71
Figura 46 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 90% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara	72
Figura 47 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 90% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara	72
Figura 48 – Microestrutura da seção transversal à compressão do aço AISI 304 mostrando as maclas na microestrutura do material. Reagente metalográfico Carpenter	73
Figura 49 – Microestrutura da seção transversal à compressão do aço AISI 316 mostrando os diferentes tamanhos de grãos. Reagente metalográfico Carpenter	74
Figura 50 – Microestrutura da seção longitudinal à compressão do aço AISI 304. Reagente metalográfico Carpenter	75
Figura 51 – Microestrutura da seção longitudinal à compressão do aço AISI 316 mostrando a deformação sofrida pelos grãos. Reagente metalográfico Carpenter	75
Figura 52 – Gráfico de comparação para a dureza dos materiais em todas as condições.....	80
Figura 53 - Gráfico de comparação para o percentual de fase magnética dos materiais em todas as condições	80
Figura 54 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução.....	81
Figura 55 - Mapa de fases para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução (em azul a fase martensítica).....	82
Figura 56 – À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores	83
Figura 57 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução.....	84
Figura 58 - Mapa de fases para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução (em azul a fase martensítica).....	85
Figura 59 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores	86
Figura 60 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução.....	87
Figura 61 - Mapa de fases para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução (em azul a fase martensítica).....	88
Figura 62 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores	89
Figura 63 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução.....	90

Figura 64 - Mapa de fases para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução (em azul a fase martensítica).....	91
Figura 65 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores	92
Figura 66 - Figura de difração do aço AISI 304 como recebido. Radiação CuK α	93
Figura 67 - Figura de difração do aço AISI 316 como recebido. Radiação CuK α	93
Figura 68 - Figura de difração do aço AISI 304 solubilizado. Radiação CuK α	94
Figura 69 - Figura de difração do aço AISI 316 solubilizado. Radiação CuK α	95
Figura 70 - Figura de difração do aço AISI 304 laminado com 12% de redução da espessura. Radiação CuK α	96
Figura 71 - Figura de difração do aço AISI 316 laminado com 12% de redução da espessura. Radiação CuK α	96
Figura 72 - Figura de difração do aço AISI 304 laminado com 50% de redução da espessura. Radiação CuK α	97
Figura 73 - Figura de difração do aço AISI 316 laminado com 50% de redução da espessura. Radiação CuK α	98
Figura 74 - Figura de difração do aço AISI 304 laminado com 90% de redução da espessura. Radiação CuK α	99
Figura 75 - Figura de difração do aço AISI 316 laminado com 90% de redução da espessura. Radiação CuK α	99
Figura 76 - Figura de difração do aço AISI 304 deformado por limagem. Radiação CuK α	100
Figura 77 - Figura de difração do aço AISI 316 deformado por limagem. Radiação CuK α	101
Figura 78 - Figura de difração do aço AISI 304 deformado por compressão. Radiação CuK α	102
Figura 79 - Figura de difração do aço AISI 316 deformado por compressão. Radiação CuK α	103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química dos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316.....	21
Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316 no estado recozido	22
Tabela 3 – Fração média dos elementos em peso obtida pelas análises químicas quantitativas	33
Tabela 4 – Média dos resultados de análise química pontual para o aço AISI 304	35
Tabela 5 – Número de passe e controle das espessuras para o aço inoxidável austenítico AISI 304 ..	41
Tabela 6 – Número de passe e controle das espessuras para o aço inoxidável austenítico AISI 316 ..	42
Tabela 7 – Valores médios de dureza para todas as amostras no estado como recebido	76
Tabela 8 – Percentuais de fase magnética para as amostras no estado como recebido	76
Tabela 9 – Valores médios de dureza para as amostras no estado solubilizado.....	77
Tabela 10 – Percentuais de fase magnética para as amostras no estado solubilizado	77
Tabela 11 – Valores médios de dureza para as amostras deformadas por compressão	78
Tabela 12 – Percentuais de fase magnética para as amostras deformadas por compressão	78
Tabela 13 – Valores comparativos de dureza e fração magnética em volume para todas as condições	79
Tabela 14 – Estimativa da fração de fase martensítica contida em ambos os aços	101

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação (1)	20
Equação (2)	25
Equação (3)	39
Equação (4)	39
Equação (5)	48
Equação (6)	48
Equação (7)	48
Equação (8)	48

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
C-LABMU	Complexo de Laboratórios Multiusuários
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
CIPP	Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-graduação
DEMA	Departamento de Engenharia de Materiais
DL	Direção longitudinal
DRX	Difração de Raios X
DT	Direção Transversal
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
FEG	Field Emission Guns (microscópio)
HC	Hexagonal Compacta
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MO	Microscopia Óptica
PRE	Pitting Resistance Equivalent
SENAI	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
SFE	Stacking Fault Energy
TRIP	Transformation Induced Plasticity
TWIP	Twinning Induced Plasticity
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	15
2.	REVISÃO DA LITERATURA	17
2.1.	Aços inoxidáveis austeníticos	19
2.2.	Aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316	21
2.3.	Mecanismos de deformação plástica	22
2.4.	Energia de Defeito de Empilhamento	24
2.5.	Martensita induzida por resfriamento rápido	25
2.6.	Martensita induzida por deformação	28
2.7.	Textura cristalográfica	31
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1.	Caracterização inicial dos aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316	33
3.2.	Métodos utilizados para deformação das amostras	38
3.2.1.	Laminação	38
3.2.2.	Limagem	43
3.2.3.	Compressão	43
3.3.	Técnicas de análise microestrutural utilizadas	45
3.3.1.	Microscopia óptica	45
3.3.2.	Análises químicas e de textura	45
3.3.3.	Determinação de tamanho de grão	47
3.3.4.	Difração de raios X	48
3.3.5.	Ferritoscopia	51
3.3.6.	Curvas de dureza para as amostras laminadas	51
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	53
4.1.	Microscopia óptica	53
4.1.1.	Amostras no estado como recebido	53
4.1.2.	Amostras solubilizadas	58
4.1.3.	Amostras deformadas por laminação	59
4.1.4.	Amostras deformadas por compressão	73
4.2.	Medidas de dureza e ferritoscopia	76
4.2.1.	Amostras no estado como recebido	76
4.2.2.	Amostras solubilizadas	77
4.2.3.	Amostras deformadas por compressão	78
4.3.	EBSD	81
4.4.	Difração de raios X	92
4.4.1.	Amostras no estado como recebido	92
4.4.2.	Amostras solubilizadas	94

4.4.3.	Amostras laminadas com 12% de redução na espessura:	95
4.4.4.	Amostras laminadas com 50% de redução na espessura:	97
4.4.5.	Amostras laminadas com 90% de redução na espessura:	98
4.4.6.	Amostras deformadas por limagem	100
4.4.7.	Amostras deformadas por compressão	102
5.	CONCLUSÕES	104
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	105

1. INTRODUÇÃO

Este trabalho tem como proposta avaliar a transformação da fase austenítica em fase martensítica em aços inoxidáveis austeníticos das classes AISI 304 e AISI 316, com o intuito de desenvolver novas possibilidades de aplicação destes materiais, ampliando o leque já existente de situações nas quais eles possam ser utilizados. Algumas aplicações nos dias atuais estão relacionadas aos seguintes fenômenos:

- TRIP (termo em inglês para *Transformation Induced Plasticity*, traduzida como “Plasticidade Induzida por Transformação”), onde a plasticidade do material é fruto de uma transformação de fases.
- TWIP (termo em inglês para *Twinning Induced Plasticity*, traduzida como “Plasticidade Induzida por Maclação”), onde a plasticidade é fruto de maclas de deformação contidas na microestrutura do material.

Algumas ligas que apresentam propriedades TRIP ou TWIP também podem ser chamadas de ligas com memória de forma, pois devido a esses fenômenos elas possuem a habilidade de retornar a um formato ou tamanho prévio quando submetidas a um ciclo térmico adequado ou quando a carga aplicada é removida (1).

Esse tipo de material pode ser utilizado na construção de atuadores leves e silenciosos nos campos da robótica, substituindo solenoides, por exemplo (2), além de aplicações em mancais para máquinas rotativas, com o objetivo de controlar a vibração do sistema (3), filtros de coágulos sanguíneos, onde o metal é fixado às paredes das veias expandindo-se ao atingir a temperatura do corpo humano em que é implantado (4), implantes de placas ósseas que auxiliam na recuperação de ossos quebrados ou fraturados mantendo os ossos unidos devido à compressão em que o metal está submetido (5), e na indústria aeronáutica, substituindo os sistemas hidráulicos dos *flaps* por metais com propriedades TRIP nas asas dos aviões, o que reduz o custo e o peso das estruturas (6).

Embora os metais com plasticidade induzida por transformação de fases possam ser aplicados em todas as situações acima descritas, uma aplicação específica para os materiais utilizados neste trabalho merece destaque: o uso em indústrias automobilísticas, aliando alta resistência mecânica e boa conformabilidade, mantendo ainda um preço competitivo no mercado. Isso permite a

redução na quantidade de material utilizado, tornando possível o uso de chapas mais finas, principalmente nas etapas de estampagem (7).

Companhias automobilísticas vêm obtendo bons resultados ao aplicar aços inoxidáveis austeníticos processando-os inicialmente por meio de laminação a frio em diversas estruturas e peças, o que comprova a importância deste trabalho no que diz respeito a aplicações industriais (8).

Sendo assim, o presente estudo tem como objetivo geral:

- Avaliar o efeito das deformações na microestrutura de dois aços inoxidáveis austeníticos de diferentes composições químicas.

Como objetivos específicos, pode-se citar:

- Avaliar a microestrutura inicial de ambos os aços inoxidáveis austeníticos.
- Avaliar a susceptibilidade de ambos os materiais à formação de martensita induzida por diferentes tipos de deformação.

Justifica-se o desenvolvimento deste trabalho por meio das muitas lacunas de conhecimento em relação aos mecanismos envolvidos na transformação martensítica induzida por deformação, embora estudiosos se direcionem cada vez mais para este tema atualmente.

2. REVISÃO DA LITERATURA

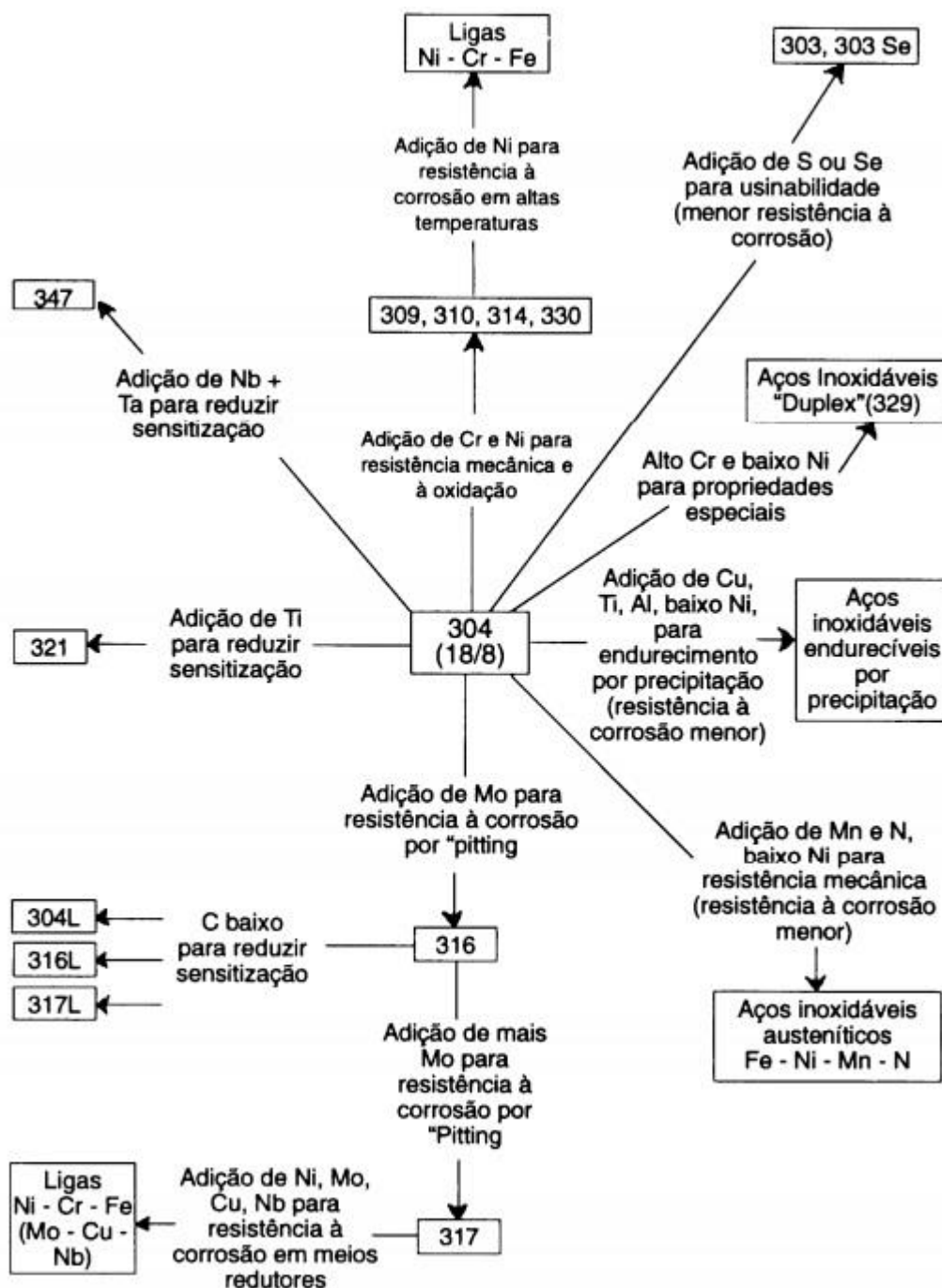
Os aços inoxidáveis são ligas ferrosas que apresentam na sua composição química pelo menos 10,5% de cromo. O que ocorre, na realidade é que estes aços não são completamente inoxidáveis, e sim, mais resistentes à corrosão que outros tipos de aços (9).

A importância dos aços inoxidáveis reside na grande gama de aplicações possíveis para este tipo de material, como por exemplo, em utensílios domésticos, móveis, na indústria automobilística, no corpo humano, e até mesmo aplicações aeroespaciais (10).

Uma forma de se explicar a melhor resistência desses aços quando comparados a outras ligas ferrosas está relacionada ao fato de a superfície do metal reagir com um agente oxidante, em geral, o oxigênio, formando um fino filme de óxido de cromo, aderente na superfície do aço. Esse filme não pode ser visto a olho nu, e é de dissolução lenta e contínua em pontos discretos, mas imediatamente regenerável, funcionando como uma barreira entre o metal e o meio, e retardando a corrosão sofrida pelo metal. Uma vez que o carbono está presente, e facilita a corrosão, maiores teores de cromo, ou então outros elementos de liga como níquel e molibdênio, precisam também estar presentes para evitar o fenômeno de sensitização, que resulta da formação de carbeto metálicos causadores de corrosão intergranular (11). Outra perspectiva sugere que a película ou camada é adsorvida quimicamente, normalmente de oxigênio ou íons passivadores, diminuindo a velocidade de reação de corrosão (10).

Os aços inoxidáveis ganham cada vez mais espaço nos estudos de pesquisadores de diferentes áreas, e cada país apresenta em suas normas dezenas de composições para este tipo de material, cada qual deve ser utilizado em um tipo de aplicação, como mostra a Figura 1 para os aços da norma americana AISI segundo (Padilha, 1994) (10).

Figura 1 – Classificação dos aços modificados a partir do aço inoxidável austenítico AISI 304



Fonte: (PADILHA, 1994)

Aços inoxidáveis são frequentemente utilizados devido à sua resistência à corrosão. Mas, além disso, são materiais estruturais que apresentam significativa resistência mecânica, podendo fornecer valores de tensão, deformação, ductilidade e resiliência bastante interessantes. Essa combinação de elevada resistência mecânica aliada à resistência à corrosão facilita a conformabilidade e a

soldabilidade, dando ductilidade a esses materiais mesmo a baixas temperaturas. Como consequência, muitas vezes é possível utilizar esses materiais em aplicações criogênicas, além de tradicionais aplicações em indústrias de bebidas e alimentícias, na construção civil e arquitetura, e na indústria de transportes (12).

É muito comum uma classificação dos aços inoxidáveis que os divide nas seguintes classes, de acordo com a sua microestrutura (9; 11; 12):

- Austeníticos;
- Ferríticos;
- Martensíticos;
- Dúplex (Austeníticos-ferríticos);
- Endurecíveis por precipitação;

A classe dos aços inoxidáveis austeníticos terá grande importância neste trabalho, relacionando esses aços a alguns conceitos de metalurgia física e processamento de materiais metálicos. Tais conceitos tratam dos mecanismos de deformação plástica, textura e principais fases encontradas nos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316. Uma atenção especial será prestada à transformação da fase austenítica para a fase martensítica, resultante de deformações sofridas pelos materiais estudados.

2.1. Aços inoxidáveis austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos foram desenvolvidos inicialmente na Alemanha, onde também tiveram o domínio da tecnologia de sua produção muito desenvolvido (12). A classe dos austeníticos é a classe de aços de maior utilização dentre todos os aços inoxidáveis, exaustivamente utilizados em indústrias de transporte (devido às propriedades mecânicas (13)), de construção civil (devido à sua resistência à corrosão causada pelas condições ambientais (14; 15; 16)), como filtros ou próteses expansíveis na indústria médica (17), ou ainda na forma de contentores de substâncias químicas e radioativas, pois sua resistência à corrosão interessa muito a esses segmentos industriais, entre outros.

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem estrutura cristalina do tipo CFC, são paramagnéticos, com porcentagem de cromo geralmente entre 16% e 30% em massa, tornando-os excelentes no que diz respeito à resistência a corrosão. Níquel, elemento gamagênico (que estabiliza a fase austenita), é adicionado em

proporções de 8% a 20 % em massa para estabilizar a austenita nas temperaturas desejadas, uma vez que o cromo é um elemento alfacênico, facilitando a formação da ferrita (18). A quantidade de carbono (também gamagênico) presente, tange os valores entre 0,03% em massa e 0,1% em massa, pois um excesso deste elemento pode levar o aço à sensitização devido à precipitação de carbeto preferencialmente nos contornos de grão (19). Outros elementos como molibdênio, titânio e manganês, estão sempre presentes, pois podem fornecer resistência mecânica mais elevada ou até aumentar a resistência aos mecanismos de corrosão localizada no aço, como corrosão galvânica (18).

Quando comparados aos outros aços inoxidáveis, percebe-se uma alta ductilidade e alta tenacidade nos austeníticos, mesmo a baixas temperaturas, o que nos mostra a inexistência de uma transição dútil-frágil nestes aços inoxidáveis. Além disso, os aços inoxidáveis possuem baixa temperabilidade (devido às porcentagens pequenas de carbono presentes) e alto coeficiente de expansão térmica, quando comparados às outras classes de aços inoxidáveis, necessitando de atenção quando o objetivo for aplicá-los em ambientes com alta variação de temperatura (20).

A laminação é o processamento mais comumente aplicado ao se produzir esses aços, e resulta em grãos alongados tridimensionalmente, a fim de acomodá-los uns sobre os outros da forma mais compacta possível (21).

Para se avaliar a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis, emprega-se o índice chamado PRE (termo em inglês de *Pitting Resistance Equivalent*), que mede a resistência à corrosão por *pitting* baseada na composição química dos aços conforme a Equação (1) (22).

$$PRE = \% \text{ peso Cr} + 3,3 * \% \text{ peso Mo} + 16 * \% \text{ peso N}$$

Equação (1)

2.2. Aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 diferenciam-se pelas porcentagens em peso dos elementos cromo, níquel e molibdênio, como mostra a tabela abaixo, obtida de (KLÖCKNER & CO, 2013) (23):

Tabela 1 - Composição química dos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316

Tipo	Composição química (%)								
	C _{máx}	Mn _{máx}	Si _{máx}	P _{máx}	S _{máx}	Cr _{máx}	Ni _{máx}	Mo _{máx}	N _{máx}
304	0.08	2,0	1,0	0,045	0,030	18,0 a 20,0	8,0 a 10,5	-	0,1
316	0.08	2,0	1,0	0,045	0,030	16,0 a 20,0	10,0 a 14,0	2,0 a 3,0	0,1

Fonte: (KLÖCKNER & CO, 2013)

A porcentagem em peso restante para se alcançar os 100% é constituída de átomos de ferro. Com base nesta composição química, é possível estimar o índice PRE para estes dois materiais, que correspondem a 20,6 para o aço inoxidável austenítico AISI 304 e 27,9 para o aço inoxidável austenítico AISI 316. Uma vez que o molibdênio é adicionado ao aço AISI 304 para aumentar a corrosão por *pitting*, como ilustra a Figura 1, era de se esperar que o índice PRE calculado para o aço AISI 316 seja maior.

Na literatura são listados valores comuns de resistência mecânica como os seguintes para estes dois materiais:

Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 316 no estado recozido

Material	Tensão de escoamento	Limite de resistência à tração	Alongamento	Dureza
AISI 304 recozido	205 MPa	515 MPa	40%	150 HV
AISI 316 recozido				

Fonte: (KLÖCKNER & CO, 2013)

2.3. Mecanismos de deformação plástica

Estudos realizados durante a década de 1930 tentavam entender por que a resistência mecânica experimental dos metais era na grande maioria das vezes menor do que a calculada. Quando surgiu o conceito de discordância e a teoria de discordâncias, obteve-se uma resposta para essa questão tão pertinente aos estudiosos, uma vez que discordâncias facilitam a deformação plástica dos metais (24).

A deformação plástica macroscopicamente observada é o resultado do movimento de muitas discordâncias, já que cada discordância deforma o material em apenas uma distância interatômica. Este movimento pode ser associado ao deslocamento de uma lagarta, que se move de forma sequencial, elevando pequenas regiões do seu corpo de cada vez (25).

O escorregamento que gera a deformação ocorre mediante a quebra de ligações atômicas, que posteriormente são refeitas entre outros átomos em planos preferenciais, e principalmente, em direções preferenciais, chamados de sistemas de escorregamento. Em materiais policristalinos, este movimento ocorre no sistema de escorregamento com orientação mais favorável em cada grão. Como consequência, ocorre uma rotação do reticulado na direção da deformação.

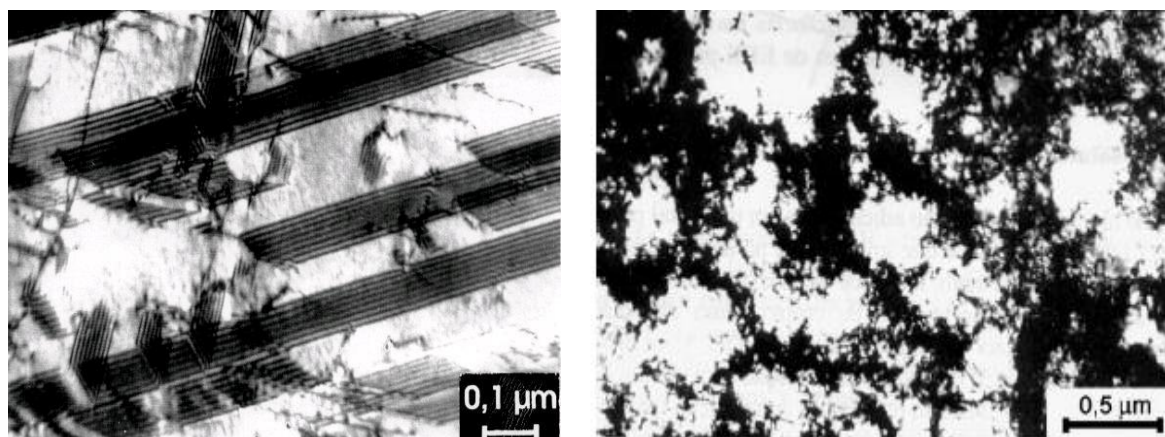
Durante a deformação plástica, muitos defeitos cristalinos são introduzidos no material, pois as discordâncias se multiplicam em até 100 mil vezes durante a

deformação. Interações entre as discordâncias são responsáveis pela queda na sua mobilidade média e consequente encruamento, além de um aumento na dureza e uma diminuição na ductilidade sempre que um metal é deformado (26).

Ainda durante a deformação plástica de um metal sujeito a processamento, os grãos ficam alongados, alterando sua morfologia, e os contornos de grão têm um grande aumento no número de discordâncias, já que os contornos de grão são regiões com frequentes lacunas de átomos e a propagação das discordâncias pelos contornos de grão exige que essas alterem seu plano de deslizamento. Em situações como estas de deformações, a microestrutura é fragmentada, formando grãos extremamente finos. E quanto maior o trabalho a frio, mais refinada a microestrutura fica, além de dar origem a uma orientação preferencial chamada de textura (26).

A forma como as discordâncias se organizam dentro de um grão tem uma relação muito forte com a estrutura cristalina do material e sua EDE. Materiais com estrutura cúbica de face centrada e baixa EDE (por exemplo, a fase austenítica de um aço), têm as suas discordâncias distribuídas homogeneamente, enquanto materiais de alta EDE (por exemplo, a fase ferrítica de um aço), que possui estrutura do tipo cúbica de corpo centrado, têm as suas discordâncias distribuídas de forma heterogênea, resultando em uma estrutura celular, como mostrado na Figura 2 (27).

Figura 2 – Imagens reais de Microscopia Eletrônica de Transmissão para a distribuição de discordâncias em grãos encruados. À esquerda: arranjo de discordâncias homogeneamente distribuídas, como num grão de baixa EDE; À direita: arranjo celular de discordâncias, como num grão de alta EDE



Fonte: (PADILHA, 2005)

A deformação plástica nos metais pode ser causada por diferentes tipos de processamento. Alguns deles são: limagem, moagem de alta energia, laminação a frio e a quente, forjamento, compressão, trefilação, tração, extrusão e estampagem (24). Como mostrado mais adiante, este trabalho tem foco nas deformações plásticas obtidas por laminação, compressão e limagem, de forma que seja possível comparar as características dos metais antes e após esses processamentos.

2.4. Energia de Defeito de Empilhamento

Ao se deformar um metal plasticamente, é possível produzir falhas na sequência de empilhamento dos átomos, criando nessa região uma energia chamada de Energia de Defeito de Empilhamento (EDE).

Essa energia age no sentido de recombinar as linhas de átomos, tentando eliminar as falhas. Quanto mais alta for a EDE, mais próximas estarão as discordâncias (linhas de átomos) parciais, e mais estreita é a falha de empilhamento.

A EDE influencia significativamente na deformação plástica dos metais, pois aqueles metais que possuem defeitos de empilhamento mais largos, ou seja, com menor EDE, encruam mais rapidamente que aqueles que apresentam defeitos de empilhamento mais estreitos, ou seja, com maior EDE. Tratando a mesma situação pela perspectiva contrária, podemos afirmar que materiais com alta EDE são mais difíceis de encruar, pois a probabilidade de aniquilação das discordâncias é grande (26).

Para o aço inoxidável AISI 304, aqui abordado, o valor da EDE citada por Murr (28) corresponde a $16,8 \text{ mJ/m}^2$, o que pode ser visto como um valor muito baixo quando comparado a outros metais de estrutura cúbica de face centrada, como o alumínio (166 mJ/m^2), níquel (128 mJ/m^2) ou cobre (78 mJ/m^2) (28; 29). Já o aço inoxidável AISI 316, possui uma EDE correspondente a 40 mJ/m^2 segundo o mesmo autor. É importante salientar que os valores de EDE podem sofrer uma pequena variação na literatura devido aos parâmetros utilizados por cada autor ao realizar a medida.

A energia de defeito de empilhamento da austenita dos aços inoxidáveis 304 e 316 poderá ser estimada com o auxílio da Equação (2), proposta por Schramm e Reed (30) válida para aços inoxidáveis austeníticos, a seguir:

$$\text{EDE (mJ/m}^2\text{)} = - 53 + 6,2(\% \text{Ni}) + 0,7(\% \text{Cr}) + 3,2(\% \text{Mn}) + 9,3(\% \text{Mo}) \quad \text{Equação (2)}$$

Esta equação não leva em consideração os elementos presentes em menor porcentagem, tais como carbono, silício, fósforo ou enxofre, pois eles não teriam uma grande influência no cálculo da EDE, ou então se mantém em uma concentração relativamente constante, não alterando esses cálculos (30).

De acordo com a composição química teórica apresentada pela Tabela 1, aplicando-se a Equação (2) para os materiais aqui estudados, estima-se uma EDE de 23,7 mJ/m² para o aço AISI 304 e de 63,6 mJ/m² para o aço AISI 316.

2.5. Martensita induzida por resfriamento rápido

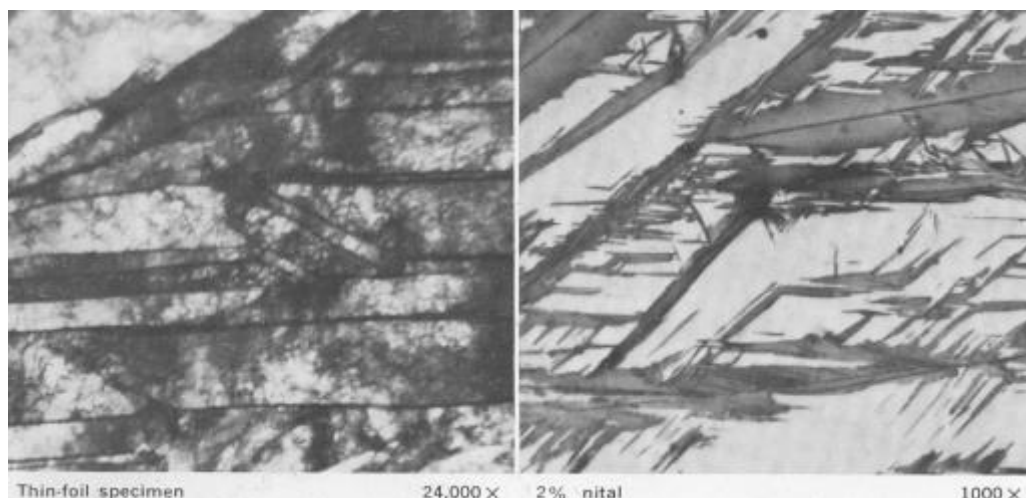
Dependendo da temperatura em que o material é processado, transformações causadas pela difusão atômica são inibidas, ocorrendo apenas transformações adifusionais. Nestas transformações, uma elevada taxa de cisalhamento se faz presente na rede cristalina, permitindo que a nucleação e o crescimento aconteçam numa velocidade próxima à velocidade do som, ou seja, cerca de 330m/s, no interior da austenita metaestável (31).

Esta transformação é chamada de transformação martensítica, uma reação que acontece no estado sólido, e por meio de movimentos coordenados e cooperativos onde os átomos se movem em distâncias menores que o parâmetro de rede, resultando numa microestrutura chamada de martensítica. A estrutura martensítica possui grande densidade de discordâncias e alta resistência mecânica devido à combinação de vários mecanismos de endurecimento (10).

Quando a martensita se forma somente pela variação da temperatura, ela é denominada martensita maclada, em placas ou martensita tipo *twinned*. Nesta fase ela apresenta 24 variantes, isto é, 24 subtipos com orientações cristalográficas diferentes (32).

A morfologia da martensita obtida por resfriamento rápido apresenta aspecto lamelar, com linhas centrais denominadas *midribs*, como mostra a comparação entre os dois tipos de martensita, a seguir:

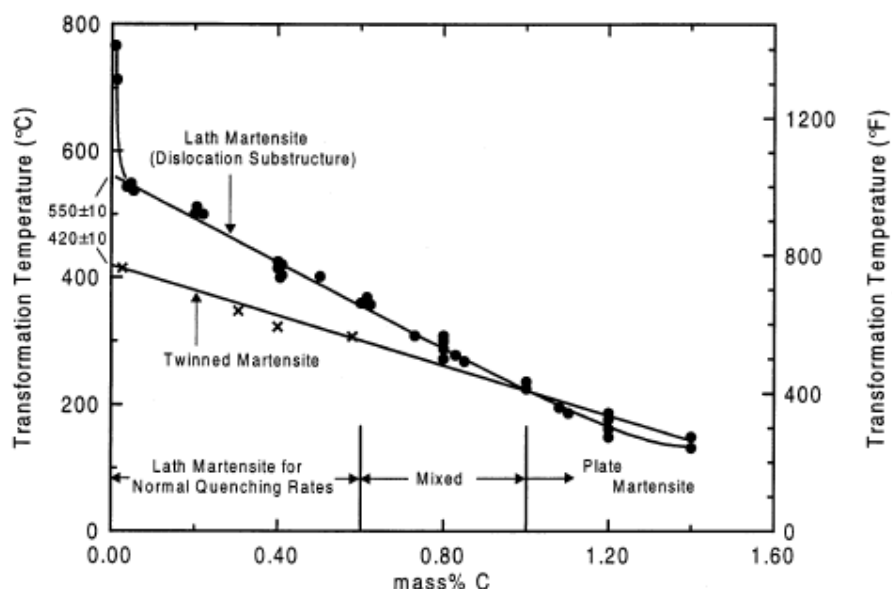
Figura 3 - Imagens de microscopia eletrônica de transmissão comparando a martensita em forma de ripas (à esquerda) e em forma de placas (à direita)



Fonte: (KRAUSS, 1999)

Além disso, martensita com morfologia em placas é formada em aços de médio e alto teor de carbono, necessitando de temperaturas relativamente baixas para que seja formada, o que é possível verificar no gráfico de temperatura de transformação x teor de carbono:

Figura 4 - Temperaturas de início da formação de martensita e sua morfologia em função da porcentagem em massa de carbono (33)

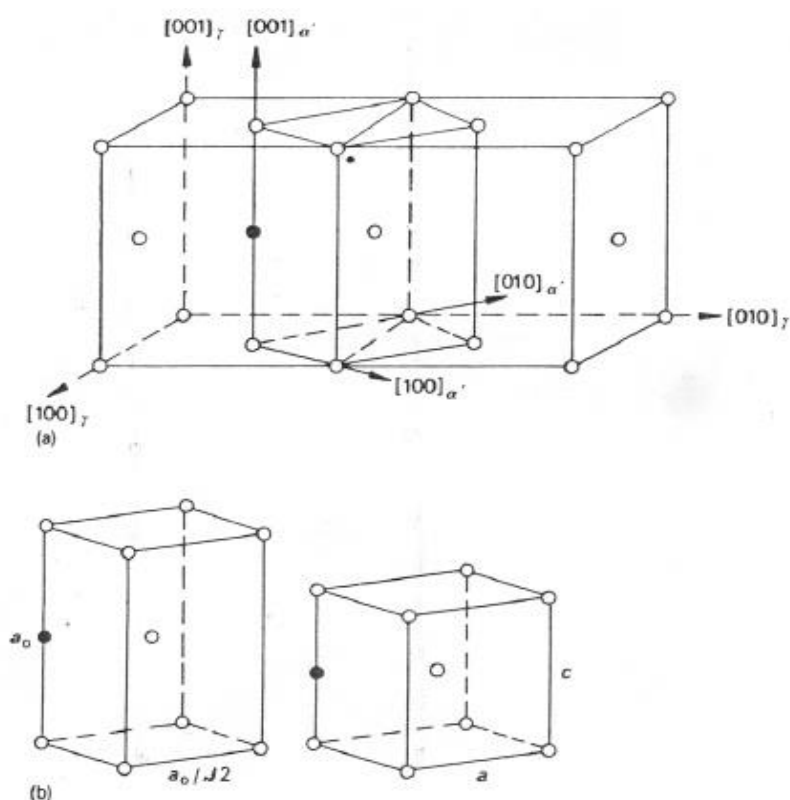


Fonte: (KRAUSS, 1999)

A transformação martensítica pode ser entendida pela combinação da deformação de Bain com uma rotação do corpo rígido onde existe ao menos uma linha de deformação invariante. Bain mostrou a existência de uma célula unitária

tetragonal de corpo centrado no interior de duas células adjacentes de austenita (cúbica de face centrada). O que é chamado de deformação de Bain é a deformação que converte uma estrutura cúbica de face centrada em uma estrutura cúbica de corpo centrado por meio de uma tetragonal de corpo centrado, como esquematizado na Figura 5 (34).

Figura 5 – Em (a): relação entre a célula CFC com a tetragonal de corpo centrado da austenita. Em (b): célula unitária tetragonal de corpo centrado da austenita sofrendo deformação de Bain no seu parâmetro para CCC da martensita.

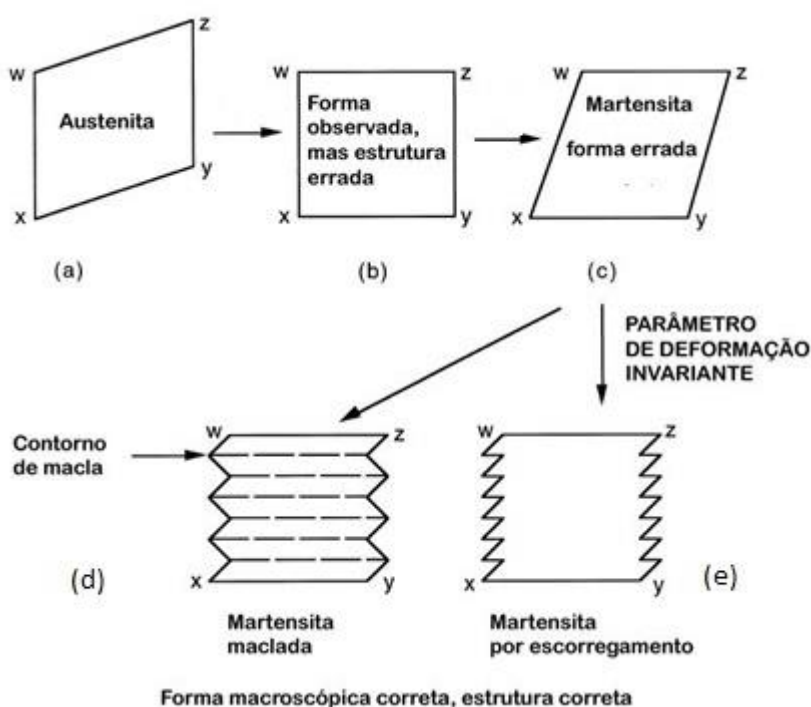


Fonte: (LO, 2010)

A célula unitária acaba por se achatar aproximadamente 20% em um determinado eixo, expandindo-se nos outros dois eixos aproximadamente 12%, sem ocorrência de difusão, com os átomos se movendo a distâncias menores que uma distância interatômica. Além da deformação de Bain, é necessário que haja uma rotação do corpo rígido, onde há deformação homogênea com uma linha invariante macroscopicamente invisível, mas microscopicamente possível de se ver, onde tanto a forma quanto a estrutura estejam corretas. Este parâmetro invariante acontece por maclação ou por deslizamento, resultando em martensita, cheia de degraus lembrando várias camadas sobrepostas, causada pela presença de n

discordâncias como ilustrado na Figura 6. Ao contrário do que acontece em aços inoxidáveis dúplex, de acordo com LO et al. (35), a martensita nos aços inoxidáveis austeníticos pode ser formada pelo choque térmico causado durante o resfriamento rápido a partir de altas temperaturas, embora este choque de temperaturas não seja tão facilmente obtido, na prática.

Figura 6 – Aspectos fenomenológicos teóricos da cristalografia da martensita. (a) representa o cristal de austenita (c), (d) e (e) têm estrutura cúbica de corpo centrado. (b) tem uma estrutura intermediária entre CCC e CFC (ou tetragonal de corpo centrado). (c) tem estrutura cúbica de corpo centrado, mas a forma é inconsistente. Aplicando-se uma linha de deformação invariante (por maclação ou deslizamento) é capaz de corrigir os equívocos, resultando na forma e estrutura corretas.



Fonte: (BHADESHIA, H.K.D.H., 2001)

2.6. Martensita induzida por deformação

Quando a martensita é induzida por deformação devido a um processamento (como a laminação, imagem ou compressão neste trabalho), as 24 variantes da martensita maclada se reorientam na direção mais favorável à tensão aplicada, ocorre então a formação de martensita em morfologia de ripas (32). Este tipo de martensita, também denominado de martensita α' , é frequentemente obtido em aços de baixo carbono (36). Sua estrutura cristalina é cúbica de corpo centrado, e é neste tipo de martensita que este trabalho tem seu foco.

A austenita de aços inoxidáveis austeníticos permite a formação de uma estrutura martensítica intermediária do tipo hexagonal compacta, chamada martensita épsilon (ϵ), que pode ser precursora da martensita alfa linha (α') e diminui sua quantidade à medida que a martensita α' tem seu volume na microestrutura aumentado.

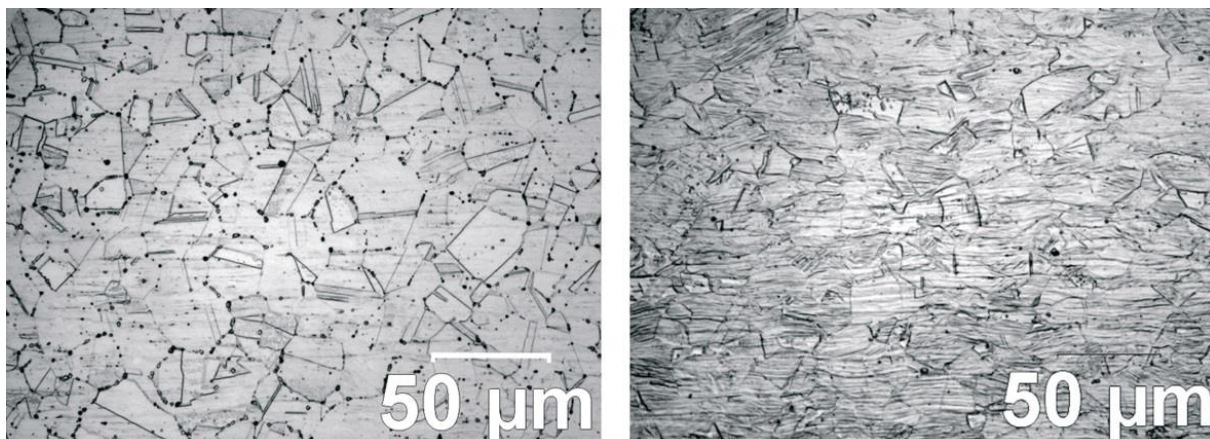
Em aços inoxidáveis austeníticos a facilidade em se obter martensita induzida por deformação está associada com a diminuição da EDE, ou seja, quanto menor a EDE, maior a facilidade em se obter martensita induzida por deformação (37; 38). É correto afirmar, também, que quanto mais metaestável for a austenita do aço inoxidável estudado, maior será a quantidade de martensita induzida por deformação obtida em um determinado nível de deformação (39).

Olson e Cohen (40) afirmaram por meio de estudos realizados na década de 70, que o espaçamento causado pelo defeito de empilhamento e a temperatura estão relacionados de forma que quanto maior for o espaçamento entre as discordâncias parciais, maior também será a temperatura para nucleação espontânea da martensita. Isso ocorre porque, como já mencionado, pequenas distâncias entre as parciais geram grandes EDEs, diminuindo a energia térmica necessária para a nucleação da martensita.

A martensita induzida por deformação consiste de arranjos paralelos de regiões de martensita. Em aços de baixo carbono a maioria dessas regiões em grupos paralelos possui a mesma orientação e os grupos paralelos são chamados de blocos (36).

A martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis é muito difícil de ser visualizada, como mostram as imagens de um estudo realizado por Galindo et al. (41) comparando um aço inoxidável austenítico AISI 304 recozido, contendo 0,04% de martensita ao mesmo aço com 37,5% de redução por laminação, onde se obteve 4,3% de martensita. Nessas imagens de microscopia óptica não é possível distinguir a martensita induzida por deformação:

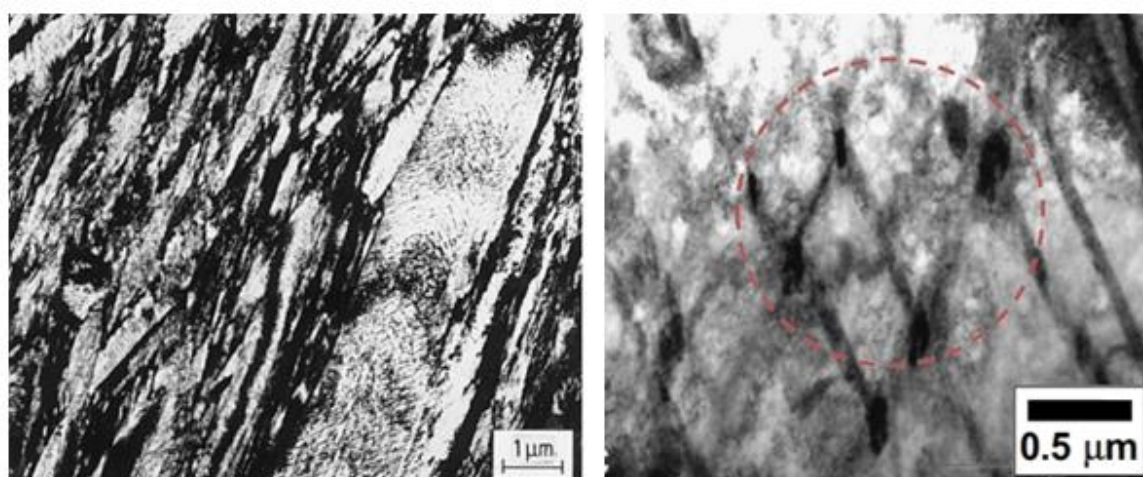
Figura 7 – Microscopia óptica do aço inoxidável AISI 304 contendo 0,04% de martensita (à esquerda) e contendo 4,3% de martensita (à direita)



Fonte: (GALINDO, 2016)

Mesmo em microscópios eletrônicos de varredura, há dificuldade em se observar a martensita induzida por deformação, devido à sua morfologia muito fina. Apesar disso, existem registros por microscopia eletrônica de transmissão, mostrando blocos que contêm finas ripas, como os mostrados na Figura 8 (42; 43).

Figura 8 – Imagem de microscopia eletrônica de transmissão, ilustrando blocos de ripas de martensita induzida por deformação na austenita do aço 4140 (à esquerda) e 304 LN (à direita)



Fonte: (KRAUSS, 1999)

Dessa forma, não será possível visualizar a martensita induzida pelas deformações aplicadas por meio das imagens de microscopia óptica obtidas neste trabalho.

2.7. Textura cristalográfica

De textura, é chamada a orientação cristalográfica que aparece em maior ou menor quantidade quando comparada a uma referência (44). Quando um metal é deformado a quente, o principal mecanismo de deformação atuante consiste no deslizamento de planos atômicos de orientações preferenciais, resultando na chamada textura de deformação.

A textura final de um material depende da mudança de forma imposta durante a deformação, da temperatura na qual ocorreu a conformação, e ainda, no caso particular de pequenas deformações, da orientação inicial dos grãos antes da deformação (45). O mesmo aço inoxidável austenítico 304 pode, por exemplo, ter diferentes texturas para condições de laminação e tratamento térmico diferentes, resultando em propriedades mecânicas que variam de acordo com o sentido da solicitação aplicada. O mesmo se aplicaria para o aço inoxidável austenítico 316 (46).

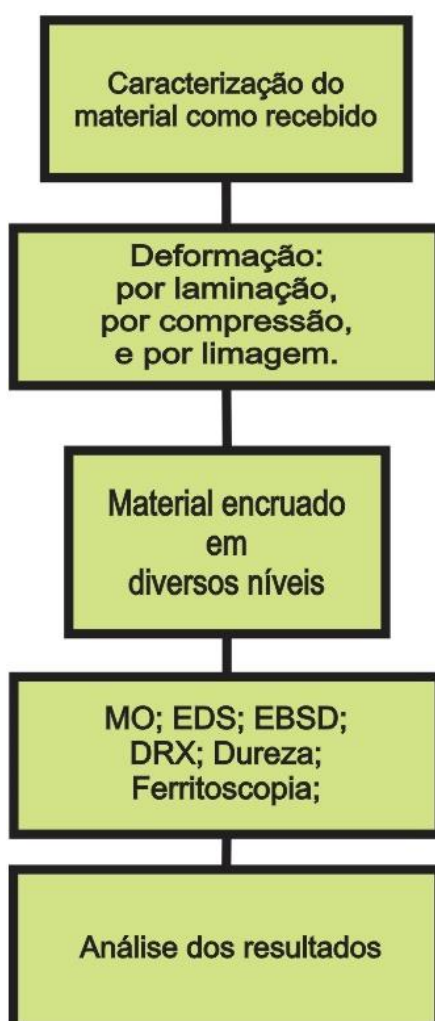
Há duas maneiras clássicas de se abordar as heterogeneidades de deformação, sendo uma por meio da abordagem mecânica e outra por uma abordagem microestrutural (47). Esta segunda está baseada na evolução das estruturas de discordâncias e na seleção dos sistemas de escorregamento preferenciais para a ocorrência dessas heterogeneidades, o que está fortemente relacionado com a textura dada ao material (48).

A partir da técnica do EBSD (sigla para o termo em inglês Electron Backscatter Diffraction), técnica que será detalhada adiante, é possível conhecer a rede cristalina e determinar a orientação dos domínios cristalinos, ou seja, fazer uma análise detalhada da micro e da mesotextura do material a ser examinado, considerando que a microtextura consiste em orientações individuais relacionadas a detalhes da microestrutura e a mesotextura consiste na orientação preferencial entre grãos ou geometria dos contornos de grãos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram investigadas diversas características da estrutura dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316, tendo-se uma atenção maior à transformação parcial da austenita em martensita induzida por deformação plástica. Para esta investigação, foram processados dois aços inoxidáveis austeníticos de diferentes composições químicas, comparando-se os materiais no estado encruado. A caracterização inicial dos materiais como recebidos foi realizada antes da deformação dos aços por meio de três métodos distintos: laminação, compressão e imagem. O fluxograma a seguir mostra os procedimentos realizados durante a parte prática deste trabalho.

Figura 9 - Fluxograma dos procedimentos experimentais realizados



Fonte: O AUTOR

3.1. Caracterização inicial dos aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 utilizados neste trabalho também são chamados popularmente de 18/8 (devido à composição química) e naval (devido à frequente aplicação em águas salgadas), respectivamente (49).

A fim de se comprovar a composição química destes materiais, foram realizadas análises de espectroscopia por dispersão de energia (EDS) em regiões distintas da microestrutura austenítica dos materiais. A Tabela 3 apresenta a média de duas análises quantitativas realizadas em cada aço e, como esperado, os dados experimentais estão de acordo com a literatura para todos os elementos químicos apresentados.

Tabela 3 – Fração média dos elementos em peso obtida pelas análises químicas quantitativas

Elemento	Porcentagem em peso	
	AISI 304	AISI 316
Si	0,4	0,3
Cr	19,5	17,6
Mn	1,7	1,8
Fe	69,9	67,6
Ni	8,3	10,1
Mo	-	2,3

Fonte: O AUTOR

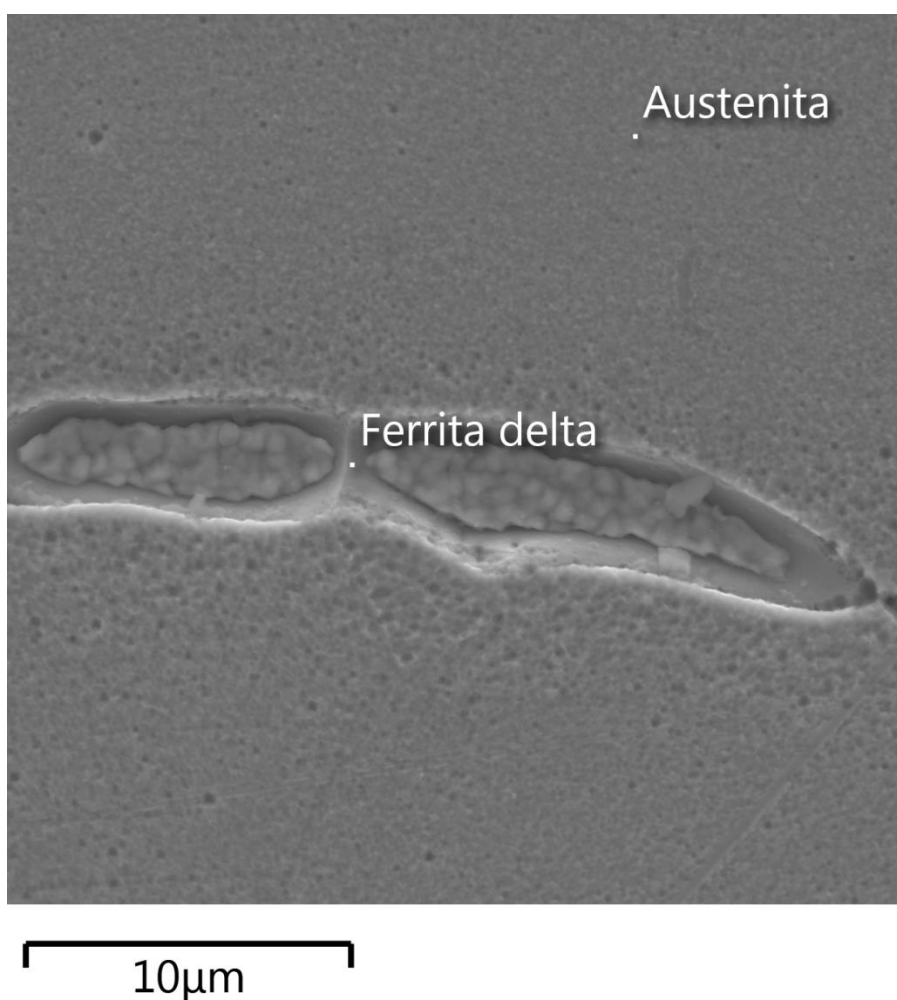
A partir destes resultados, é possível calcular a EDE dos materiais, uma vez que a EDE é dependente da composição química, como mostra a Equação (2). Aplicando-se esta equação, foi possível calcular um valor experimental de EDE igual a $18,02 \text{ mJ/m}^2$ para o aço AISI 304 e de $50,07 \text{ mJ/m}^2$ para o aço AISI

316, em conformidade com os valores relatados por Murr (28) e com os valores teóricos calculados no item 2.4.

Além disso, os resultados de análise química nos permitem calcular o índice PRE para ambos os materiais a partir da Equação (1), que fornece valores experimentais de PRE iguais a 19,5 e 25,4 para os aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316, respectivamente.

Também foram realizadas análises de dispersão de energia em regiões possivelmente compostas por ferrita delta segundo as micrografias obtidas, a fim de se comprovar quimicamente a composição dessas regiões. Tais regiões estão explícitas nas Figuras 10 e 11.

Figura 10 – Imagem de MEV para uma região rica em ferrita delta onde foi realizada análise química



Fonte: O AUTOR

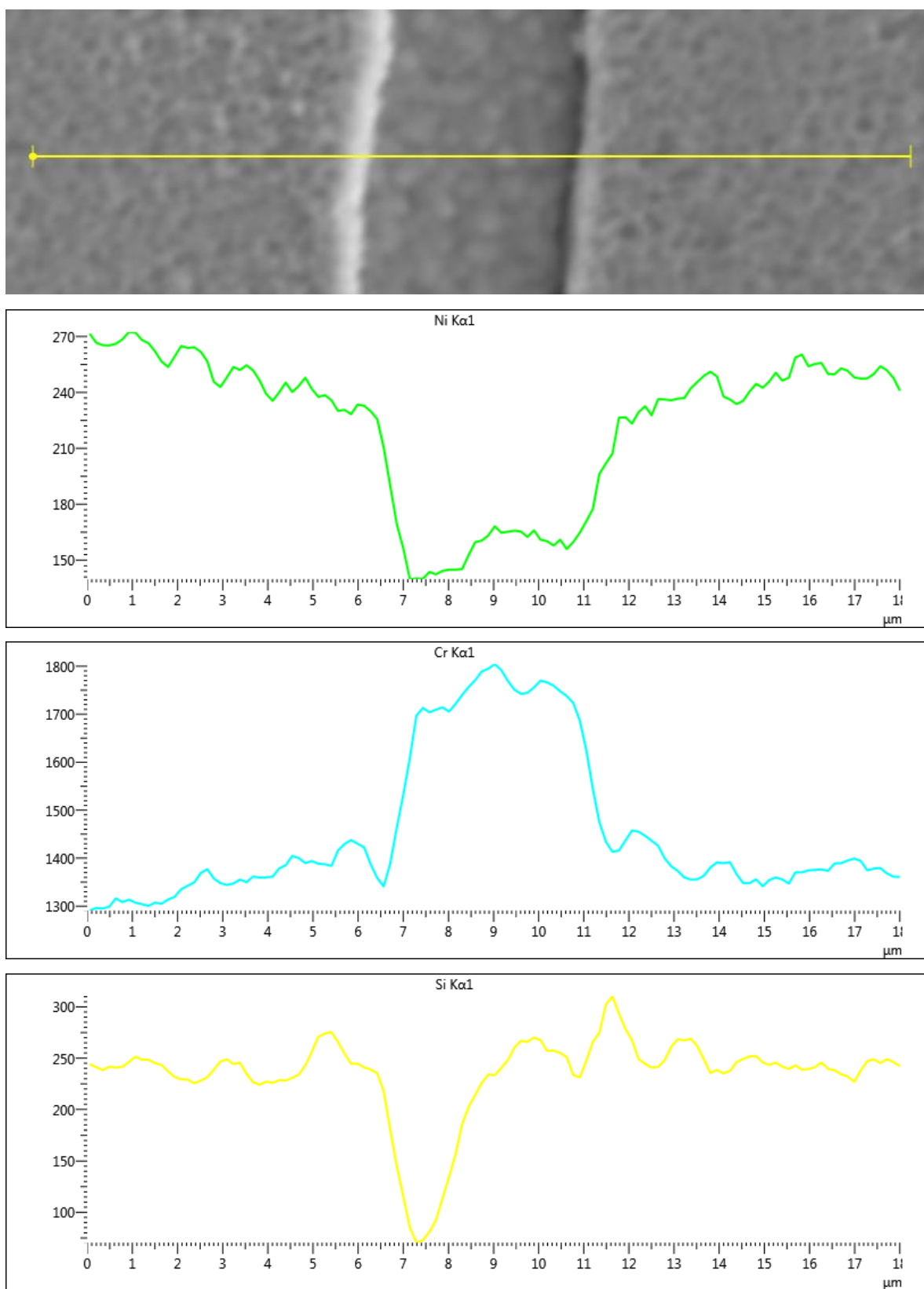
Utilizando-se de análises pontuais e em linha, foi possível comprovar que essas regiões eram de fato compostas por ferrita delta, uma vez que a porcentagem em peso de cromo é maior e as porcentagens em peso de níquel e silício são consideravelmente menores nessas regiões. O resultado pode ser visto tanto na Tabela 4 quanto na Figura 11, referentes à região de análise verificada apenas para o aço AISI 304:

Tabela 4 – Média dos resultados de análise química pontual para o aço AISI 304

Elemento	Porcentagem em peso
Si	0,4
Cr	26,6
Mn	1,6
Fe	67,1
Ni	4,2

Fonte: O AUTOR

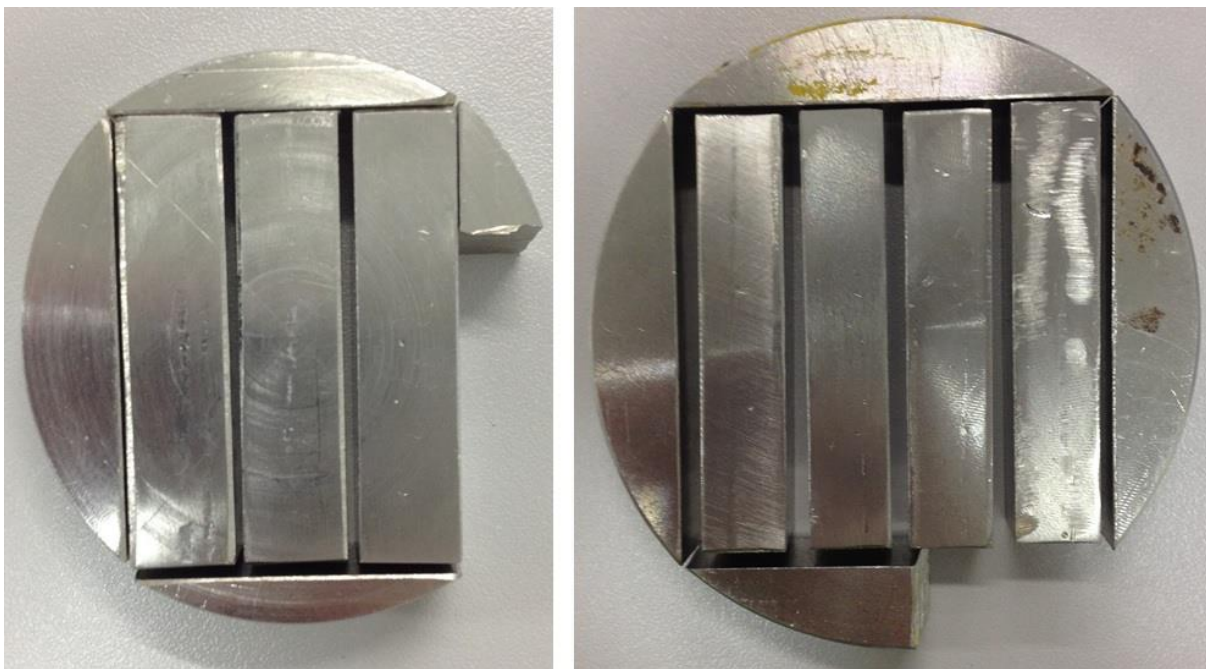
Figura 11 – Região onde foi realizada a análise química linear para o aço AISI 304 e a variação da porcentagem em peso dos elementos de acordo com a posição



Fonte: O AUTOR

Ambos os aços inoxidáveis austeníticos (AISI 304 e AISI 316) encontravam-se na forma de discos, que foram cortados a partir de tarugos laminados a quente, não solubilizados, com espessura de 14,85mm. O material como recebido foi cortado em uma serra do tipo fita, dividindo cada disco como nas imagens abaixo:

Figura 12 - Geometria dos cortes realizados nos discos. AISI 304 (à esquerda) e AISI 316 (à direita)



Fonte: O AUTOR

A fotografia mostra os discos após a retirada de regiões da borda para a caracterização inicial, a qual foi realizada pelas técnicas de microscopia óptica, EDS, medidas de dureza, ferritoscopia e difração de raios X. Para a preparação metalográfica, foi realizado lixamento até a gramatura # 1200, seguido de polimentos mecânico ou eletrolítico, variando-se para cada condição a fim de comparação.

Para as amostras polidas mecanicamente foi utilizada suspensão de diamante 1 μ m, e para as amostras polidas em meio eletrolítico, foi usado ácido perclórico como eletrólito com uma corrente de aproximadamente 1,5A por 20 segundos. Para a observação em microscopia óptica as amostras foram atacadas com os reagentes metalográficos Fry, Behara e Carpenter.

3.2. Métodos utilizados para deformação das amostras

3.2.1. Laminação

Para deformar plasticamente os materiais aqui estudados, promovendo a formação de martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis, os mesmos foram submetidos à laminação, compressão, e limagem, de forma não sucessiva.

A laminação consiste em um processo de conformação onde o material é forçado a passar entre dois cilindros que giram com a mesma velocidade, em sentidos opostos, distanciados entre si de um valor menor que a espessura do material a ser deformado. Para obter-se a espessura desejada, deve-se proceder com vários passes, diminuindo a distância entre os cilindros a cada passe, ou seja, a cada passagem do material (21).

Ao passar entre os cilindros, o metal sofre deformação plástica. A espessura é reduzida e o comprimento e a largura são aumentados, pois o volume será sempre conservado.

O inconveniente desse processamento está no fato de que é gerada uma forte orientação preferencial no material (textura). Isso pode dificultar a quantificação pela análise de difração de raios X, confundindo o analista.

Os tipos de laminadores mais encontrados, de acordo com o número e a disposição dos cilindros são: duo simples, duo reversível, trio, quadruo, Sendzimir e universal. O último é capaz de laminar as bordas, além das faces superior e inferior do material. Foi utilizado no processo um laminador duo reversível atuando como duo simples.

Tanto as amostras de aço inoxidável austenítico 304, quanto as de aço inoxidável austenítico 316 foram cortadas formando chapas retangulares de aproximadamente: 45,5 mm x 15,0 mm para as do aço 304, que foram usinadas reduzindo sua espessura até 10,5 mm, e 57,1 mm x 15,0 mm para as do aço 316, que foram usinadas reduzindo sua espessura até 11,1mm.

As laminações à temperatura ambiente foram realizadas em um laminador americano Fenn, modelo 042/4 – 046 com diâmetro de cilindro laminador de 108 mm. A literatura apontou bons resultados de laminação em aços inoxidáveis dúplex para este equipamento utilizando-se frequência igual a 30 rotações por minuto e velocidade periférica (linear) correspondente de 10,17 metros por minuto (50). O laminador utilizado encontra-se em um dos laboratórios

do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) na Universidade Estadual de Ponta Grossa / PR (UEPG).

Figura 13 – Laminador de laboratório Fenn, instalado no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa



Fonte: O AUTOR

O fator delta é um fator geométrico que depende de três variáveis: espessura de entrada, espessura de saída e arco de contato. Este é dependente do raio do cilindro usado para a laminação, portanto, o fator delta depende indiretamente do raio do cilindro. Mais precisamente, pode-se obter o valor do fator delta multiplicando-se a diferença entre a espessura inicial e a espessura final pelo arco de contato e depois dividindo-se o resultado por 2. O arco de contato pode ser obtido pela raiz quadrada da multiplicação entre o raio do cilindro e a diferença entre as espessuras inicial e final, como mostrado nas seguintes equações:

$$\text{Arco de contato: } a_c = \sqrt{r(e_i - e_f)} \quad \text{Equação (3)}$$

$$\text{Fator delta} = \frac{e_i - e_f}{2a_c} \quad \text{Equação (4)}$$

Quando os passes possuem um fator delta maior que 1,0, é possível que ocorra uma deformação heterogênea do material e como consequência, pode ser obtida uma microestrutura com diferentes deformações entre o centro e a superfície (51).

Mantendo-se a atenção para este valor de fator delta, a deformação para a redução de 90% desejada neste trabalho ficaria mais próxima de um processo homogêneo, possuindo poucas variações no sentido da espessura. Apesar disso, sempre existem heterogeneidades presentes, e na prática, não foi possível manter um fator delta menor que 1,0 nos primeiros passes, uma vez que os cilindros utilizados neste trabalho possuem um raio de 54mm, como mostram as duas tabelas seguintes.

As tabelas indicam o número de passes realizados, a espessura inicial, e a espessura final para os aços inoxidáveis austeníticos. Os valores marcados com asterisco correspondem às amostras retiradas para a posterior caracterização:

Tabela 5 – Número de passe e controle das espessuras para o aço inoxidável austenítico AISI 304

AISI 304	Espessura inicial	Espessura final	Fator delta
Passe	(Ei) (mm)	(Ef) (mm)	
1	10,5	9,9	1,7
2* (12% redução)	9,9	9,2	1,5
3	9,2	8,6	1,5
4	8,6	7,9	1,3
5* (31% redução)	7,9	7,2	1,2
6	7,2	6,6	1,2
7	6,6	5,9	1,0
8* (50% redução)	5,9	5,3	0,9
9	5,3	4,8	0,9
10	4,8	4,4	0,9
11	4,4	4,1	1,0
12	4,1	3,5	0,6
13* (70% redução)	3,5	3,1	0,7
14	3,1	2,9	0,9
15	2,9	2,7	0,8
16	2,7	2,5	0,8
17	2,5	2,3	0,7
18	2,3	2,1	0,6
19* (80% redução)	2,1	2	0,8
20	2	1,8	0,6
21	1,8	1,6	0,5
22	1,6	1,5	0,6
23	1,5	1,4	0,6
24	1,4	1,2	0,4
25	1,2	1,1	0,5
26* (90% redução)	1,1	1	0,5

Fonte: O AUTOR

Tabela 6 – Número de passe e controle das espessuras para o aço inoxidável austenítico AISI 316

AISI 316	Espessura inicial	Espessura final	Fator delta
Passe	(Ei) (mm)	(Ef) (mm)	
1	11,1	10,4	1,7
2* (12% redução)	10,4	9,7	1,6
3	9,7	9,1	1,6
4	9,1	8,4	1,4
5* (31% redução)	8,4	7,7	1,3
6	7,7	7	1,2
7	7	6,2	1
8* (50% redução)	6,2	5,5	0,9
9	5,5	4,8	0,8
10	4,8	4,4	0,9
11	4,4	4	0,9
12	4	3,7	0,9
13* (70% redução)	3,7	3,3	0,7
14	3,3	2,9	0,6
15	2,9	2,6	0,7
16* (80% redução)	2,6	2,2	0,5
17	2,2	1,8	0,4
18	1,8	1,5	0,4
19	1,5	1,3	0,4
20	1,3	1,2	0,5
21* (90% redução)	1,2	1,1	0,5

Fonte: O AUTOR

3.2.2. Limagem

O processamento do material por limagem permite a formação de um cavaco devido ao desgaste causado pela raspagem da ferramenta no metal. A lima é uma ferramenta geralmente fabricada em aço temperado, e possui ranhuras que podem ser obtidas por fresa nas suas faces.

Essas ranhuras geram o cavaco que pode ter suas dimensões variadas de acordo com a geometria da lima utilizada. Aqui, foi utilizada uma lima murça, ou seja, com finas ranhuras, de 8" x 200mm, que permitiu a obtenção de partículas (cavaco) bastante finas, as quais foram utilizadas para caracterização.

Este processo permite eliminar a forte textura cristalográfica possivelmente presente no material como recebido, além da obtenção de grandes proporções de martensita induzida por deformação, segundo Machado et al. (52).

3.2.3. Compressão

Em um ensaio de compressão, aplica-se uma tensão uniaxial compressiva, no sentido de prensar o corpo de prova a partir das suas extremidades fixadas na máquina, possibilitando a extração de diferentes propriedades mecânicas do material ensaiado.

O ensaio de compressão em metais pode apresentar inconvenientes como flambagem do corpo de prova ou problemas com o atrito entre ele e a máquina de ensaio, por esse motivo deu-se uma atenção especial aos parâmetros e ao posicionamento do corpo de prova durante sua realização.

Neste trabalho, tal ensaio foi aplicado com a finalidade de se verificar teorias da literatura que relatam a não formação de martensita tipo α' em materiais deformados somente por compressão. A razão para isso seria a necessidade de um aumento no volume para a formação da martensita α' , o qual é impedido pela tensão de compressão imposta sobre o material. Já a martensita do tipo ϵ está relacionada com uma diminuição do volume do material, o que permite a sua formação quando o mesmo está submetido a uma tensão compressiva (53).

Os corpos de prova ensaiados foram usinados com geometria cilíndrica, a partir das bordas dos discos da Figura 12. Após solubilizados a 1050°C por 30 minutos, os cilindros com dimensões de 6,5 mm de diâmetro e 10,6 mm de altura

foram submetidos ao ensaio de compressão uniaxial que resultou em amostras com 60% de redução na altura. Portanto, os corpos de prova após o ensaio passaram a medir 4,25 mm de altura. Os materiais antes e após o ensaio de compressão são apresentados nas figuras a seguir:

Figura 14 – Cilindros usinados para o ensaio de compressão uniaxial



Fonte: O AUTOR

Figura 15 – Geometria dos materiais após o ensaio de compressão uniaxial



Fonte: O AUTOR

3.3. Técnicas de análise microestrutural utilizadas

Durante todas as etapas deste trabalho, foram caracterizadas amostras por meio de diferentes técnicas. A seguir, tem-se uma descrição breve destas técnicas de caracterização utilizadas.

3.3.1. Microscopia óptica

A microscopia óptica é uma das técnicas mais comumente utilizadas para se estudar as microestruturas dos materiais, e para tanto é utilizado o equipamento chamado de microscópio óptico de luz refletida (54).

Embora trabalhosa, a preparação das amostras para análise é relativamente simples. Ela consiste no lixamento e polimento das amostras, seguida de um ataque metalográfico que evidencia regiões específicas dos materiais caracterizados. A resolução neste tipo de microscópio pode ser considerada baixa, por consequência do comprimento de onda da luz visível, que está entre 400 e 800 nm (54).

As lentes chamadas de oculares e objetivas se combinam de forma a ampliar a imagem dando ao observador a impressão de um aumento na área visualizada devido à luz que é refletida na superfície metálica polida e atacada. Daí a importância de se ter uma amostra bem preparada (54). Sua faixa de utilização compreende um aumento entre 1 e 1500 vezes, permitindo a observação de defeitos cristalinos como contornos de grão, contornos de macla e constituintes maiores que 0,5 μm (55).

Neste trabalho foi utilizado um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51, com câmera digital acoplada Q-Color3 de 3 mega pixels de resolução e sinal de saída ligado a um computador controlado pelo software Image-Plus 5.1, que se encontra no Laboratório de Microscopia Óptica do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

3.3.2. Análises químicas e de textura

Para aumentar a resolução de um microscópio é necessário utilizar-se de uma radiação com comprimento de onda menor do que a luz visível. Sendo assim,

um microscópio eletrônico de varredura, que utiliza um feixe de elétrons no lugar de fótons e permite a produção de um poder de resolução alto quando submetido a uma voltagem suficientemente alta, como por exemplo, 50 kV entre lentes magnéticas, pode ser requerido em alguns casos (56).

Para análise da microestrutura, tais elétrons podem ser usados de duas formas:

- Secundários – é o método mais utilizado, gerando contraste de relevo, e subdividindo-se ainda em três tipos de elétrons secundários, que não serão detalhados.
- Retroespalhados – usado para contraste de massa ou número atômico. Quanto mais pesado for o elemento químico, mais clara é a imagem formada por esses elétrons(55).

Nos microscópios eletrônicos de varredura é possível realizar também uma análise de dispersão de energia devido a um acessório em que os raios X emitidos da microrregião analisada da amostra têm as suas energias determinadas por detectores de silício dopado com lítio. Cada elemento encontrado no material gera um tipo específico de pico, permitindo uma análise qualitativa confiável dos elementos químicos presentes (55).

Determinando-se a dispersão de energia, pode-se determinar o comprimento de onda (λ) dos raios X característicos, e conseqüentemente, os átomos que os emitiram. A intensidade da energia é proporcional à concentração daquele tipo de átomo presente, e a partir da composição química da austenita é possível avaliar a sua energia de defeito de empilhamento (EDE) e, claro, sua propensão à formação de martensita induzida por deformação (30).

A análise por EDS, ou seja, espectroscopia por dispersão de energia permite identificar qualitativamente a composição de materiais condutores e semicondutores em pontos específicos da imagem (57). Ao incidir sobre o material metálico, o feixe de elétrons excita os elétrons mais externos dos átomos, que ao retornarem para a posição inicial, emitem fótons medidos por um detector. Como cada átomo emite fótons com níveis energéticos diferentes, é possível descobrir quais átomos estão presentes.

Embora a difração de raios X seja uma técnica muito conhecida e útil em estudos cristalográficos, ela costuma ser incapaz de determinar a orientação de um grão em particular, exceto se esse fizer parte de uma granulometria

extremamente grosseira. Isso nos leva à técnica de EBSD (Electron Backscatter Diffraction), ou difração de elétrons retroespalhados, que possibilita uma descrição completa da microestrutura e a obtenção de dados com representatividade estatística de forma que se possa conhecer a rede cristalina e determinar a textura do material a níveis microscópicos por meio de medidas pontuais das orientações cristalográficas (58). Sua limitação consiste na dificuldade de se obter resultados em amostras muito deformadas, pois estas têm sua microestrutura fragmentada, formando subgrãos de tamanhos diminutos.

Três fatores contribuem para uma boa detecção dos elétrons retroespalhados de alta energia que formam as imagens nessa técnica: número atômico dos átomos presentes na superfície do material avaliado, ângulo de inclinação da amostra e, a um nível menor de importância, energia do feixe incidente (controlada pela diferença de potencial aplicada) (27).

Neste trabalho, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (MEV/FEG) da marca Tescan, modelo Mira 3, com sistema de microanálise por dispersão de energia. O acessório de análise de dispersão de energia acoplado ao MEV é da marca Oxford, e esse equipamento está instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-LABMU), do Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação (CIPP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

3.3.3. Determinação de tamanho de grão

Para a determinação do tamanho de grão em casos de microestruturas orientadas, no presente caso grãos não equiaxiais, pode ser utilizado o método dos interceptos em direções aleatórias. Esta metodologia é baseada na norma ASTM E 112 (55).

O método foi aplicado para as amostras no estado solubilizado, de forma que linhas de comprimento conhecido foram desenhadas na microestrutura do material sob essa condição. Em seguida, contou-se a quantidade de grãos interceptados por cada linha e dividiu-se o comprimento da linha pela média do número de grãos interceptados. Por fim, esse resultado foi dividido pela amplificação linear das micrografias, como exemplificado pelas equações (5) e (6) (59).

$$X = L / (N_{\text{médio}}) \quad \text{Equação (5)}$$

onde L é o comprimento conhecido das linhas traçadas, e $N_{\text{médio}}$ é a média da quantidade de grãos interceptados pelas linhas.

Ao se obter o valor de X , o diâmetro médio de grão é calculado pela divisão entre esse valor e a amplificação, como a seguir (6) (59):

$$D_{\text{médio}} = X / A \quad \text{Equação (6)}$$

onde A é a amplificação utilizada para a obtenção da imagem.

3.3.4. Difração de raios X

Ao ocorrer a incidência de um feixe monocromático e coerente (ou seja, em fase) de raios X, com comprimento de onda λ , em um ângulo θ de um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d entre esses planos, ocorrerá o fenômeno de difração se a distância extra percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de λ que é chamado de n . William H. Bragg e seu filho W. L. Bragg fizeram essa afirmação, desenvolvendo assim a Lei de Bragg, que pode ser descrita pela equação (7) (60).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{Equação (7)}$$

Os espaçamentos entre os planos (h k l) possuem relações com os parâmetros de rede e os ângulos do reticulado cristalino. Para sistemas cúbicos é válida a Equação (8) (60).

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad \text{Equação (8)}$$

Os picos de raios X verificados nas figuras de difração não são exatamente linhas verticais. Fatores como tensões e deformações residuais, presença de defeitos cristalinos formando contornos de baixo ângulo, ou calibração do equipamento são responsáveis por pequenos desvios na forma de alargamento dos picos. Sendo assim, o que é observado em figuras de difração

são picos aproximadamente triangulares. A quantificação de fases, portanto, pode ser realizada comparando-se a proporção da área contida nos picos de cada fase. A técnica consiste basicamente na medição da largura à meia altura e subsequente multiplicação pela intensidade dos picos (60).

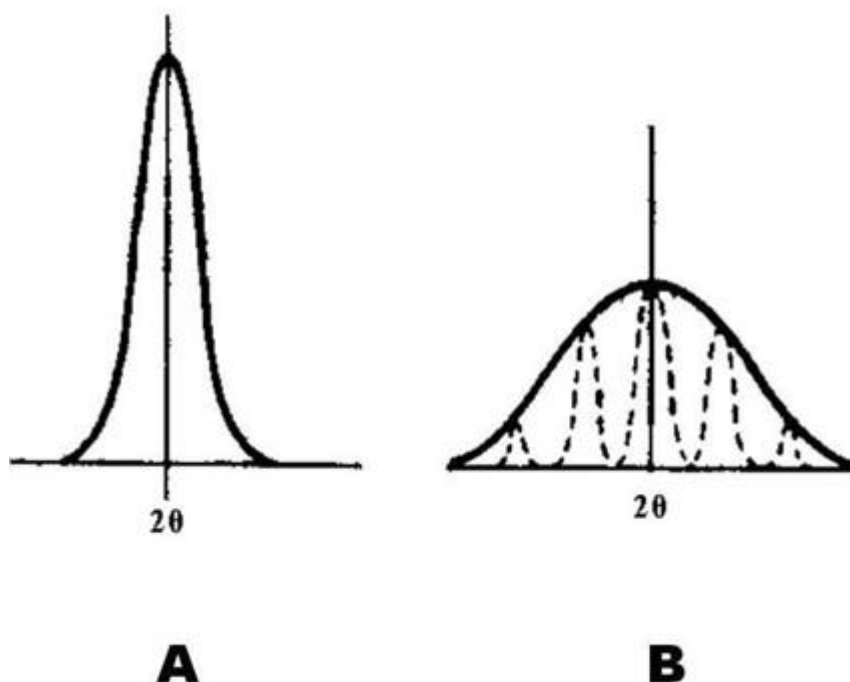
A intensidade dos picos gerados é dependente dos seguintes fatores (61):

- Intensidade do feixe incidente;
- Área da secção do feixe incidente;
- Comprimento de onda;
- Raio do círculo do difratômetro;
- Carga do elétron;
- Massa do elétron;
- Fator de estrutura;
- Fator de multiplicidade;
- Ângulo de difração;
- Fator de temperatura;
- Coeficiente de absorção linear;
- Volume da célula unitária;

A relação entre esses fatores pode ser encontrada com facilidade na literatura, porém não será detalhada aqui, uma vez que tal nível de detalhamento foge do escopo deste trabalho.

Quando um material é deformado, campos de compressão causam um aumento do ângulo 2θ e campos de tração causam uma diminuição do ângulo 2θ . Com isso, o pico que deveria ser bem definido (como apresentado na Figura 16A), passa a ter menor intensidade e maior alargamento (como mostrado na Figura 16B). Um cristal que não sofreu deformações teria picos mais intensos, como os da figura 16A (60).

Figura 16 – Esquema representando picos de difração de raios X. A – representação dos picos de um cristal livre de deformações. B – representação dos picos de cristais deformados



Fonte: (CULLITY, 1957)

Assim como as microdeformações, também são responsáveis pelo alargamento dos picos de difração algumas regiões chamadas de cristalitos ou subgrãos, que são pequenos blocos individuais com mesma orientação cristalográfica, sistematicamente agrupados para formar um domínio coerente de difração (62). Cada região de um material policristalino é constituída por inúmeros cristalitos, justapostos uns aos outros com diferentes orientações quando comparados aos cristalitos vizinhos, e as regiões entre eles são as paredes constituídas de discordâncias (60). É o tamanho dos cristalitos que possui a influência no alargamento dos picos de difração, além das microdeformações (63).

Para realizar a caracterização por difração de raios X, foi utilizado um difratômetro da marca Rigaku, modelo Ultima IV, com radiação Cu K α , instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-LABMU), do Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação (CIPP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa, além de um equipamento do qual não foi possível ter acesso ao modelo, cuja propriedade é do Instituto SENAI de Tecnologia. Foram realizadas análises de modo contínuo com 2θ entre diferentes intervalos, sempre a 1°/minuto, e no modo *step scan*, com passo/tempo de 0,02s.

3.3.5. Ferritoscopia

Análises magnéticas são comuns em materiais metálicos, pois de acordo com a resposta a um campo magnético, é possível prever quais fases estão presentes, já que algumas fases são magnéticas e outras são paramagnéticas.

Uma indução magnética é responsável pelas medidas do ferritoscópio, de forma que um campo magnético gerado por uma bobina interage com as fases magnéticas. As alterações no campo magnético geram uma voltagem proporcional à quantidade de fase magnética em uma segunda bobina (64).

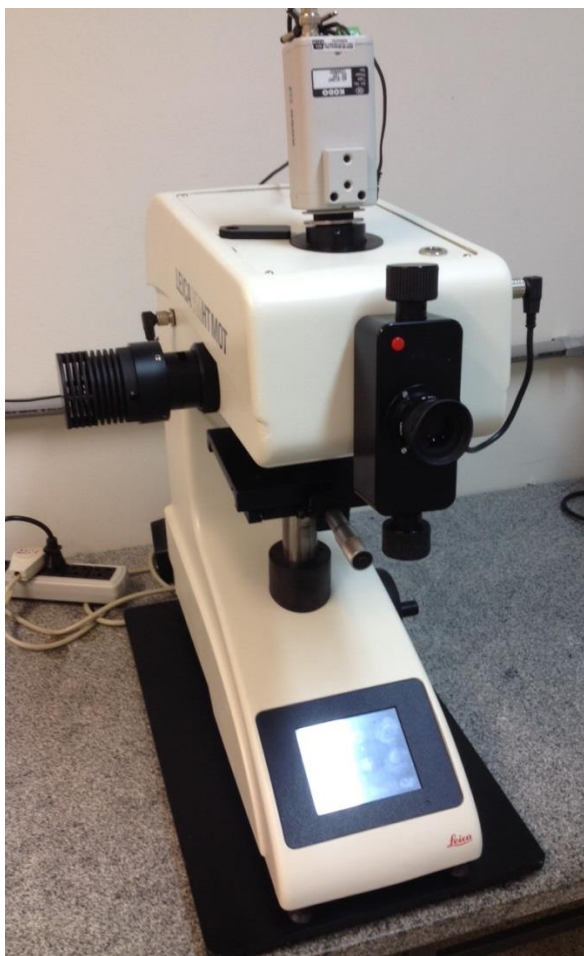
No caso dos aços inoxidáveis austeníticos estudados neste trabalho, serão de interesse as respostas dadas pela fase martensita α' (ferromagnética) e austenita (paramagnética). Os ensaios magnéticos mais empregados são os obtidos por ferritoscópio, e por magnetômetro de amostra vibrante. A ferritoscopia foi utilizada para este trabalho seguindo-se a norma ASTM A342 (65), de forma a promover uma interação entre o equipamento e as componentes magnéticas da amostra (50).

3.3.6. Curvas de dureza para as amostras laminadas

As amostras laminadas foram cortadas em tiras menores para analisar as faces longitudinais (espessura), e preparadas metalograficamente até suspensão de diamante de 1 μm , conforme recomendação da norma ASTM E 384 (66). Segundo a distribuidora de aços Klöckner & Co (23), e diversas outras fontes, o valor de dureza esperada para esses aços no estado recozido é próximo de 150 HV.

As medidas de dureza foram realizadas em um equipamento de testes de dureza Vickers a nível microscópico da marca Leica, modelo VMHT MOT apresentado na imagem a seguir, com aplicação da carga de 500gf por 15 segundos.

Figura 17 – Microdurômetro Leica, instalado no DEMA, na Universidade Estadual de Ponta Grossa



Fonte: O AUTOR

O equipamento está instalado no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) na Universidade Estadual de Ponta Grossa /PR. Cada amostra, e em cada condição de laminação foi submetida a seis medições, e os resultados foram expressos por meio de gráficos e desvios estatísticos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Microscopia óptica

4.1.1. Amostras no estado como recebido

Por meio das análises de microscopia óptica realizadas, podem-se aferir informações de interesse sobre a existência e quantidade de ferrita delta, possíveis maclas de recozimento e bandas de deformação presentes no material como recebido, assim como avaliar a morfologia dos grãos, comparando-se a microestrutura com a possível origem do material.

As imagens a seguir representam as microestruturas obtidas a fim de destacar algumas características de interesse pertencentes aos aços inoxidáveis em estudo. Assim como nos estudos desenvolvidos por (GALINDO, 2016) (41), em nenhuma imagem de microscopia óptica, sob qualquer condição de deformação, será possível visualizar a fase martensítica, pois suas dimensões são extremamente pequenas. Para todas as imagens, a direção de laminação durante o processo de fabricação dos aços na indústria corresponde à direção horizontal:

Figura 18 – Microestrutura do aço AISI 304 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY

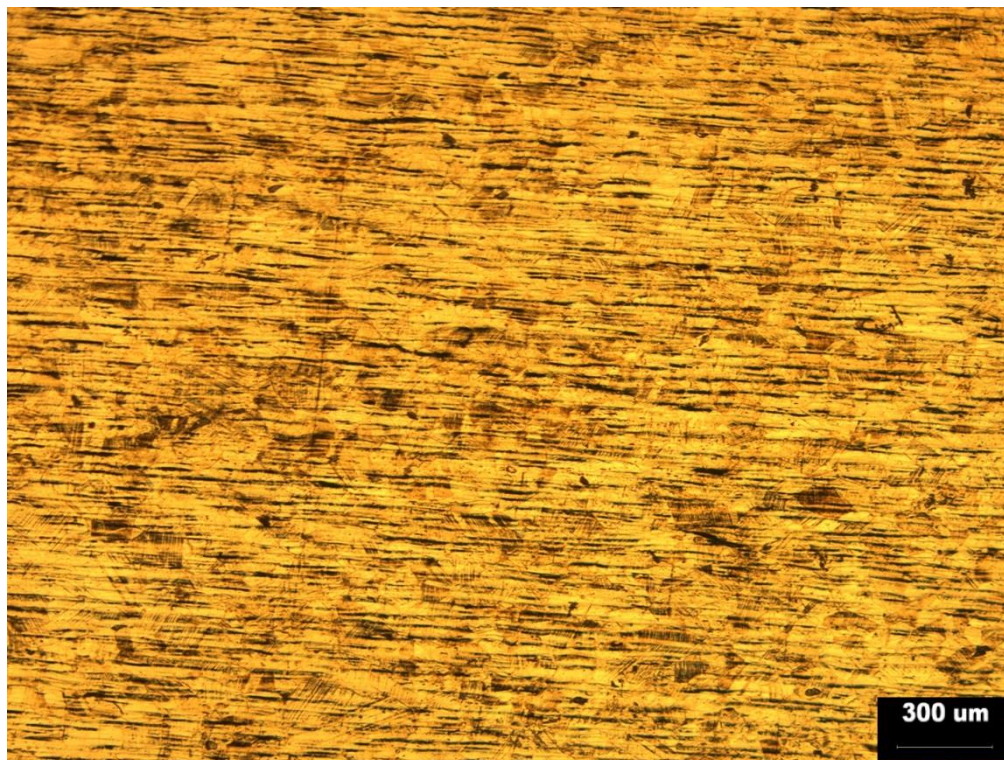
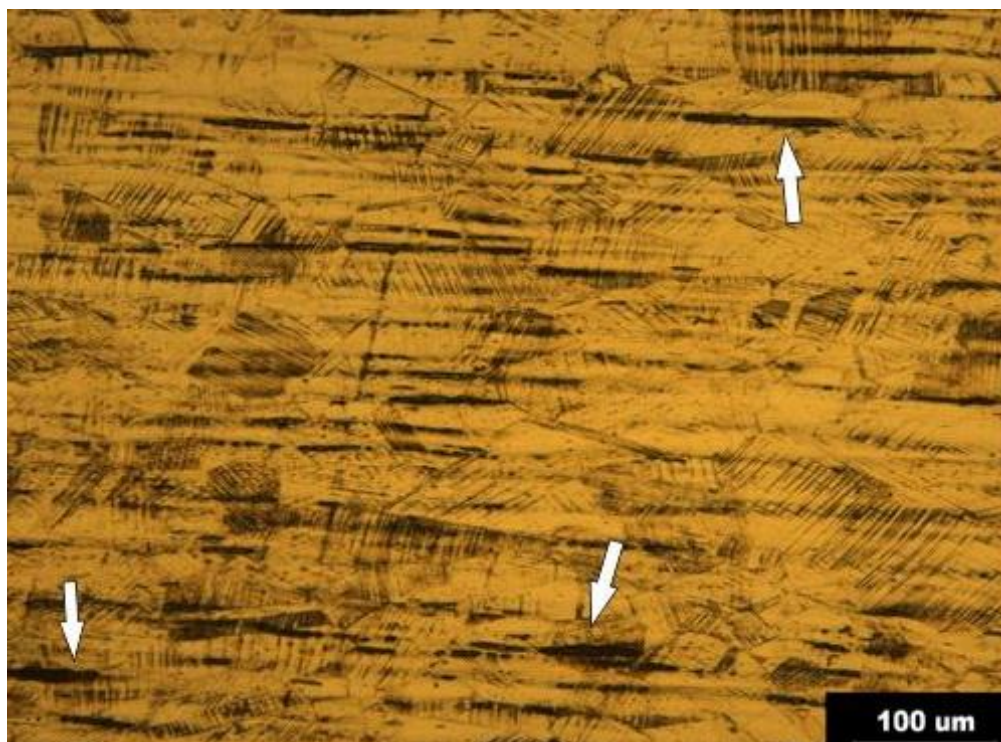
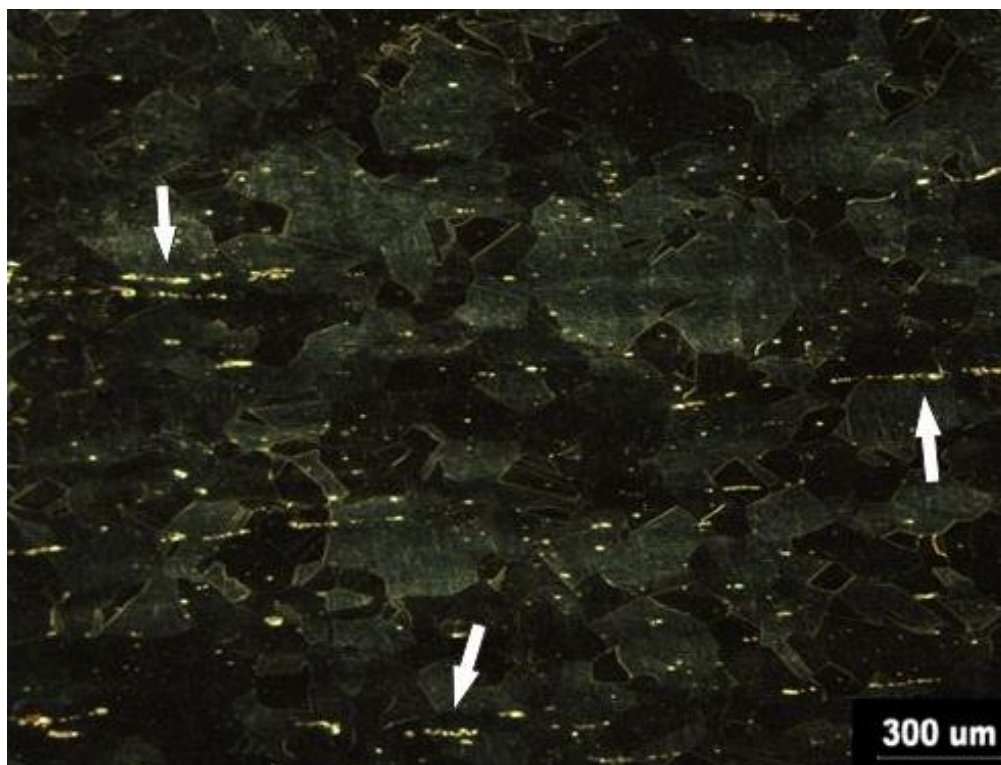


Figura 19 – Microestrutura do aço AISI 304 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY



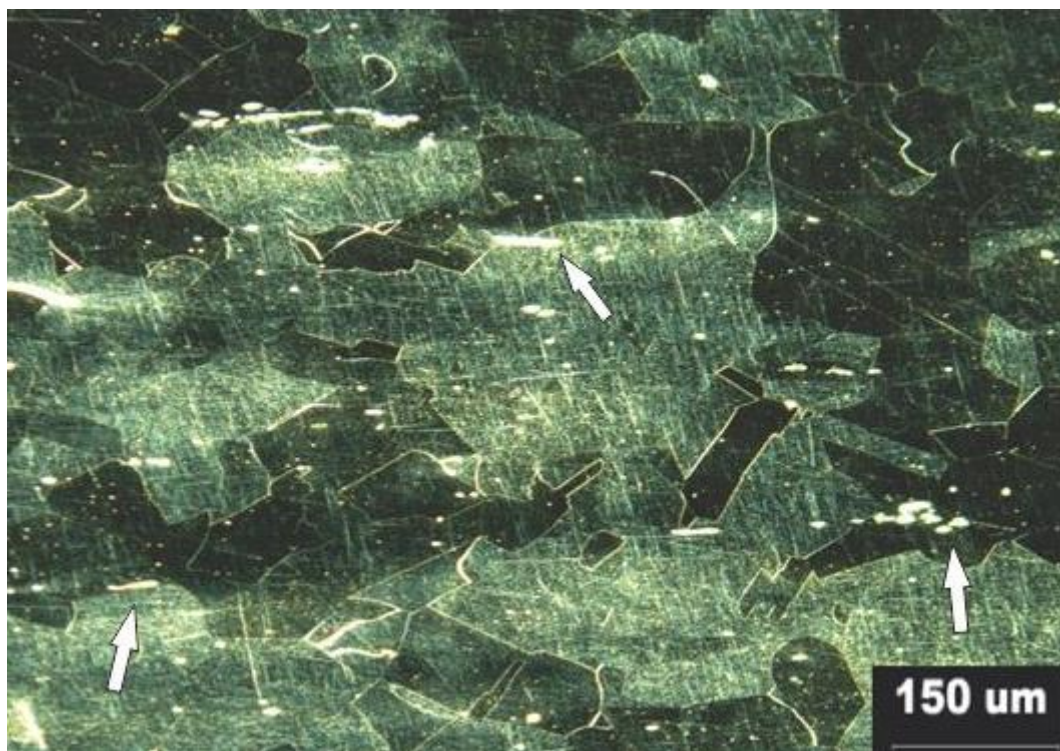
Fonte: O AUTOR

Figura 20 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY



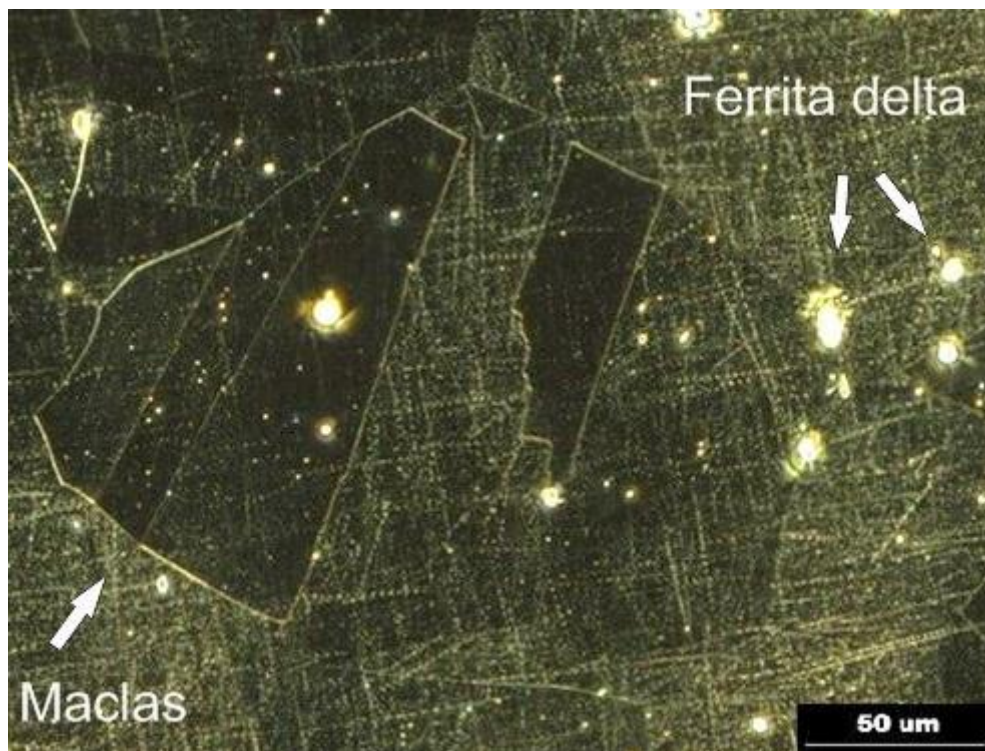
Fonte: O AUTOR

Figura 21 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY



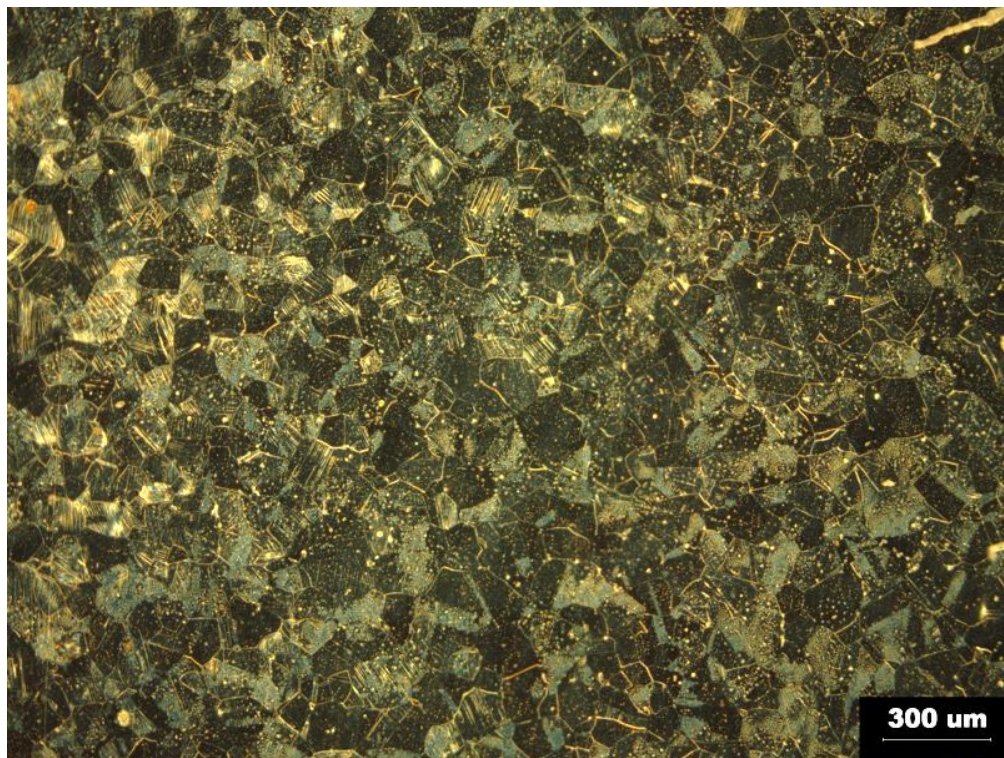
Fonte: O AUTOR

Figura 22 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção longitudinal. Reagente metalográfico FRY



Fonte: O AUTOR

Figura 23 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção transversal. Reagente metalográfico FRY



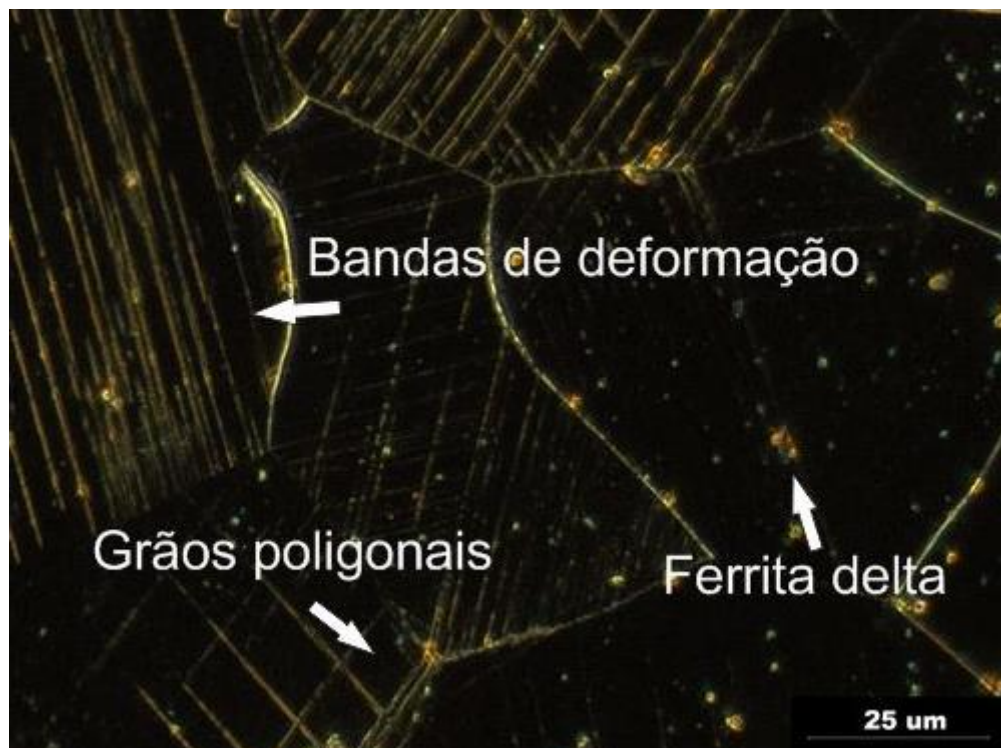
Fonte: O AUTOR

Figura 24 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção transversal. Reagente metalográfico FRY



Fonte: O AUTOR

Figura 25 – Microestrutura do aço AISI 316 na direção transversal. Reagente metalográfico FRY



Fonte: O AUTOR

Todas as imagens apresentadas neste item foram obtidas antes do tratamento térmico de solubilização. Isso explica a forte presença de ferrita delta que aparece, por exemplo, nas figuras 18, 19 e 20 como linhas horizontais, as quais estão paralelas ao sentido da laminação realizada para obtenção de ambos os tipos de aço. Nas figuras 21 e 22, embora a ferrita delta também esteja paralela ao sentido de laminação, ela aparece em forma de partículas alongadas, apenas em virtude da magnitude do aumento utilizado no microscópio.

Nas imagens de cortes transversais à direção de laminação, a ferrita delta também se faz presente, porém em uma geometria puntiforme, já que o corte também é transversal à ferrita. Isso é perceptível na figura 24 na forma de pontos escuros, e nas figuras 23 e 25 na forma de pontos claros.

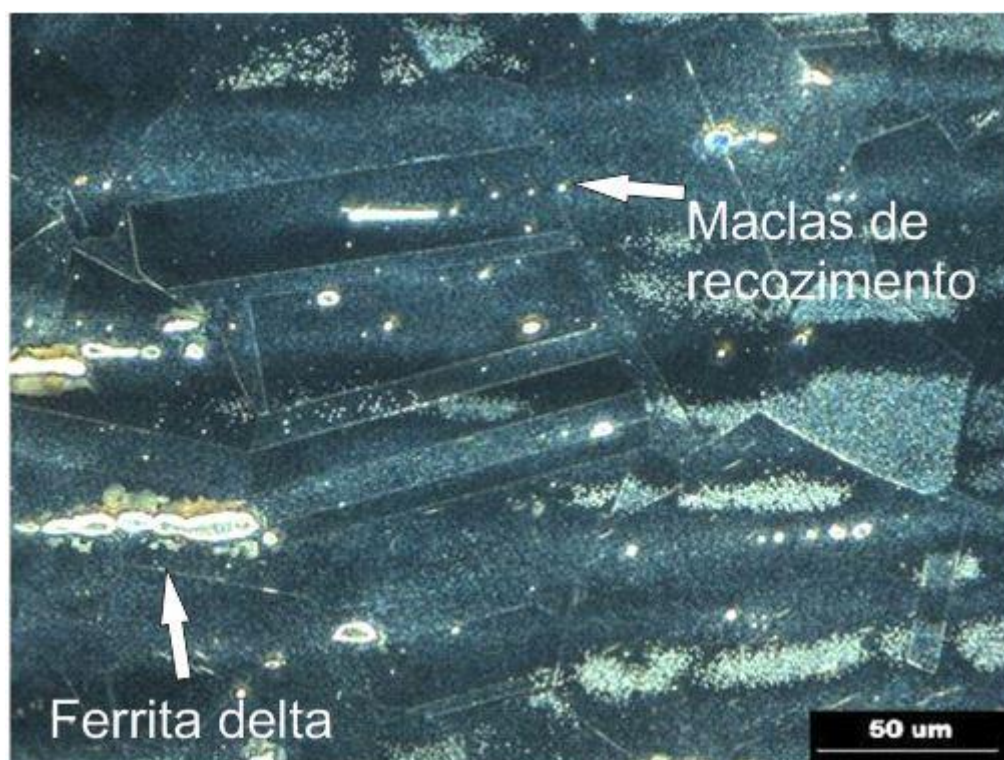
Em todas as imagens, fica evidente o caráter poligonal dos grãos austeníticos, assim como as heterogeneidades de deformação. As figuras 24 e 25, em particular, mostram com clareza as bandas de deformação dentro dos grãos, as quais reforçam a necessidade de solubilizar o material antes dos processamentos pretendidos.

Também é possível verificar nas imagens, especialmente nas figuras 21 e 22, as maclas de recozimento, que apresentam uma geometria retilínea em microscopia óptica. Tais maclas provavelmente foram geradas durante o processamento a quente dos perfis arredondados de onde foram cortados os discos (27). Por fim, a figura 22 apresenta contornos incoerentes de maclas, que são resultado da sua interrupção no interior dos grãos, e não nos contornos dos mesmos.

4.1.2. Amostras solubilizadas

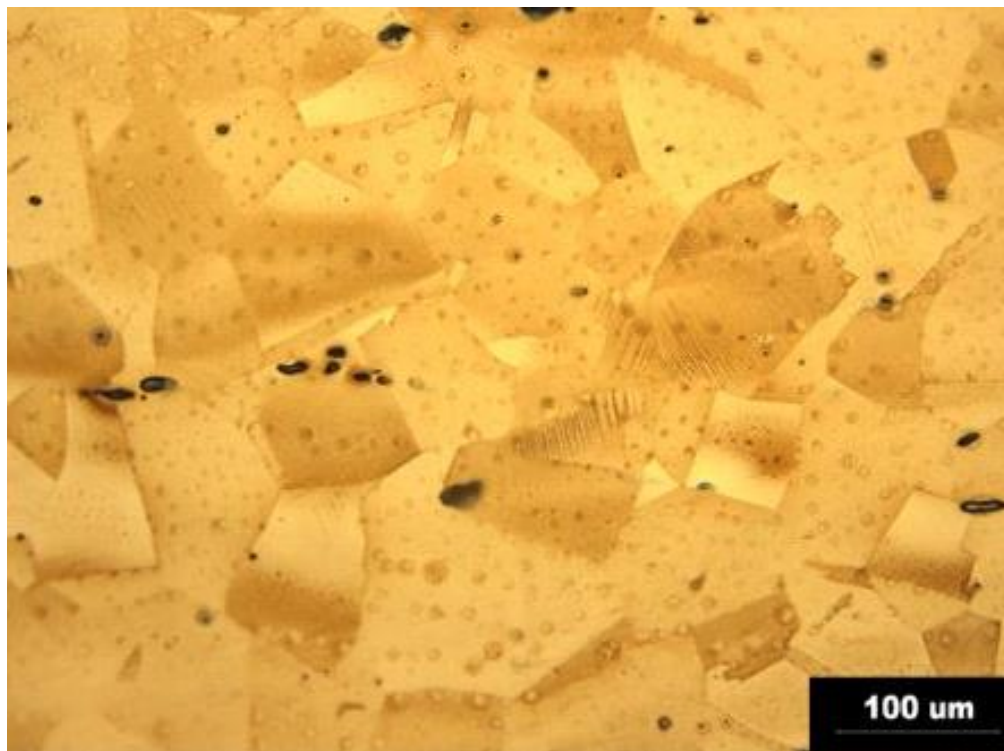
Por meio do método do intercepto linear, regulamentado pela norma ASTM E-112 (59), foi possível estimar o tamanho médio dos grãos para ambos os materiais após tratamento térmico de solubilização. Os valores de diâmetro médio estimados são de 41,1 μm para o aço AISI 304 e 65,3 μm para o AISI 316.

Figura 26 – Microestrutura do aço AISI 304 solubilizado mostrando maclas e ferrita delta não dissolvida. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

Figura 27 – Microestrutura do aço AISI 316 solubilizado mostrando grãos poligonais. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

Percebe-se que tanto para o aço inoxidável austenítico AISI 304 quanto para o aço inoxidável austenítico AISI 316, o tratamento térmico de solubilização não foi suficiente para dissolver a ferrita delta existente no material como recebido. A Figura 26 mostra com clareza as linhas de ferrita delta na direção horizontal. A mesma imagem também deixa evidente uma região com maclas de recozimento, que estão dispostas paralelamente umas às outras.

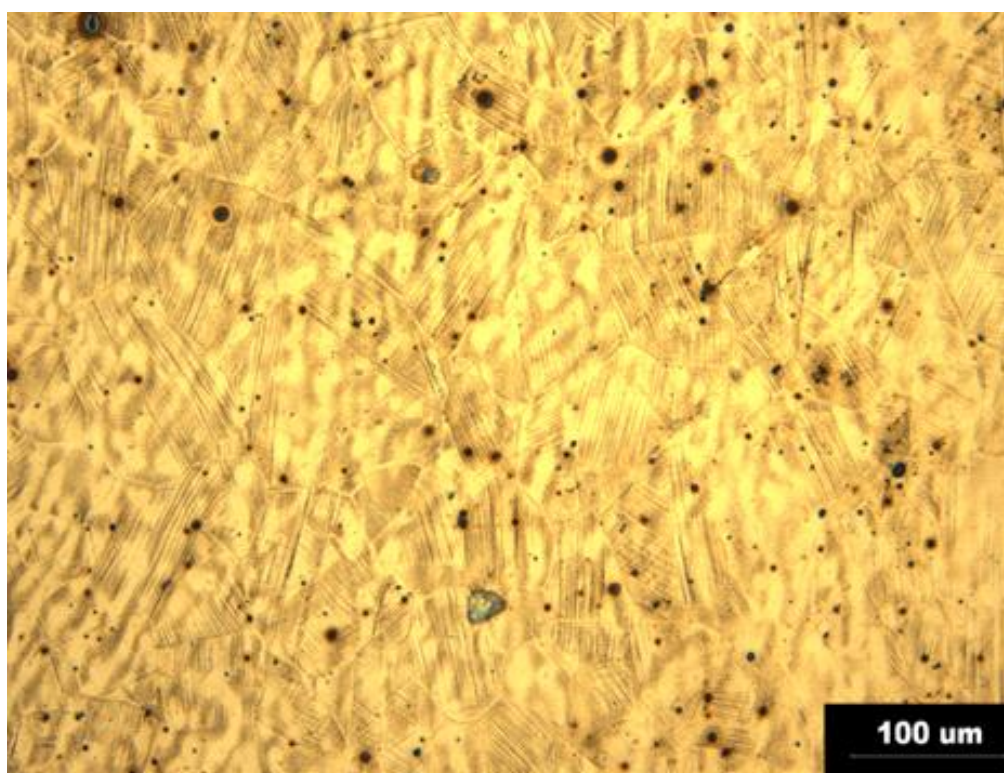
A Figura 27 mostra a geometria poligonal dos grãos austeníticos e as suas dimensões homogêneas após o tratamento térmico de solubilização a 1050°C.

4.1.3. Amostras deformadas por laminação

Os materiais solubilizados que foram submetidos à laminação até uma redução de espessura correspondente a 12% foram analisados tanto por microscopia óptica quanto por EBSD, o que permitiu uma comparação da microestrutura por ambas as técnicas.

As Figuras 28 e 29, referentes ao aço AISI 304 apresentam bandas de deformação, também chamadas de bandas de transição, geradas logo nos primeiros passes da laminação, como as bandas observadas por (PADILHA, 2005) (27) no estudo da superliga INCOLOY MA 956. Além disso, tais bandas de deformação mostram-se presentes no interior das maclas contidas na microestrutura do material. Para todas as imagens de microscopia óptica que caracterizam os aços laminados neste trabalho, a direção de laminação corresponde à direção horizontal.

Figura 28 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 12% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter.



Fonte: O AUTOR

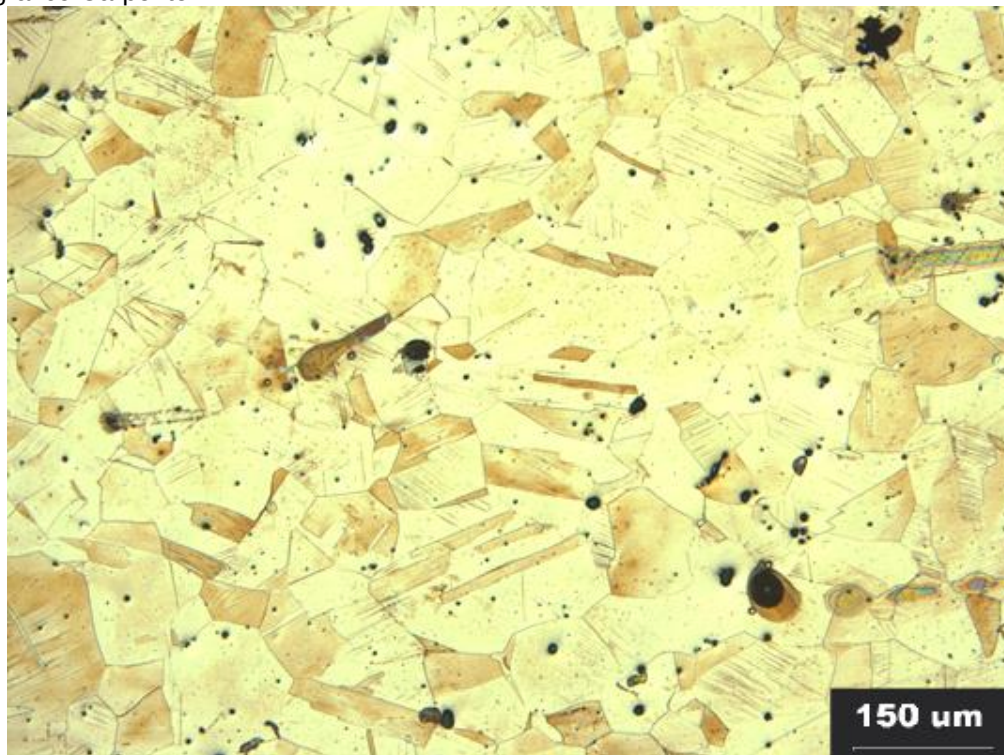
Figura 29 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 12% de redução na espessura mostrando bandas de deformação e maclas. Reagente metalográfico Carpenter.



Fonte: O AUTOR

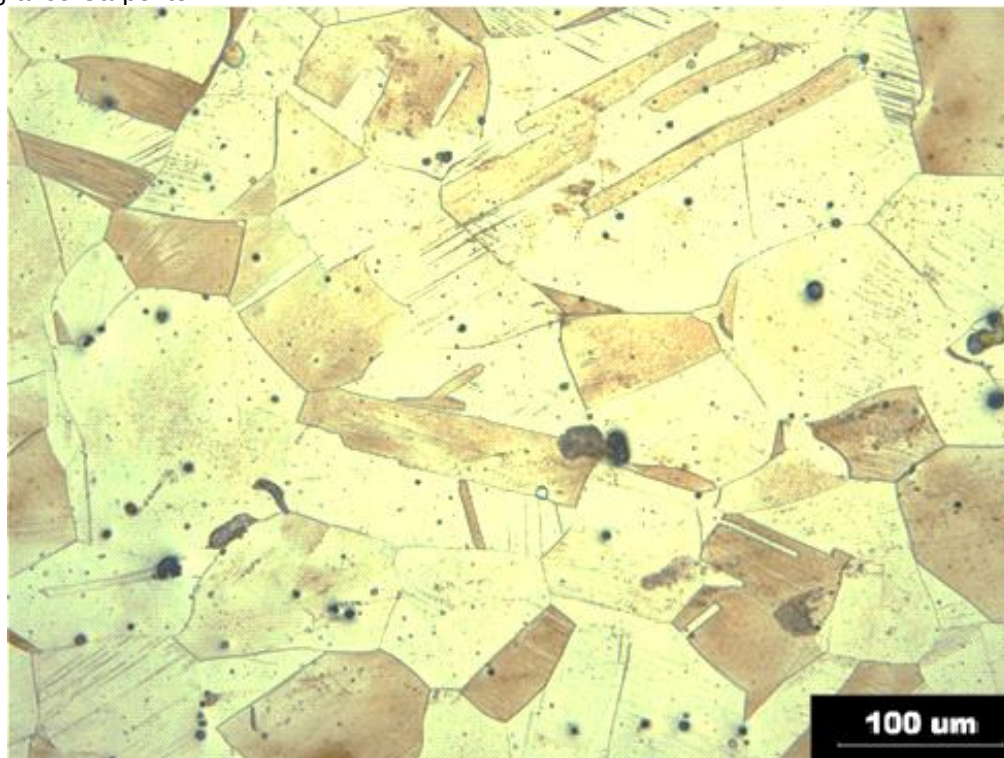
O caráter poligonal dos grãos é mantido para esse nível de laminação, como evidenciam as Figuras 30 e 31, correspondentes ao aço inoxidável austenítico AISI 316.

Figura 30 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 12% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

Figura 31 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 12% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter

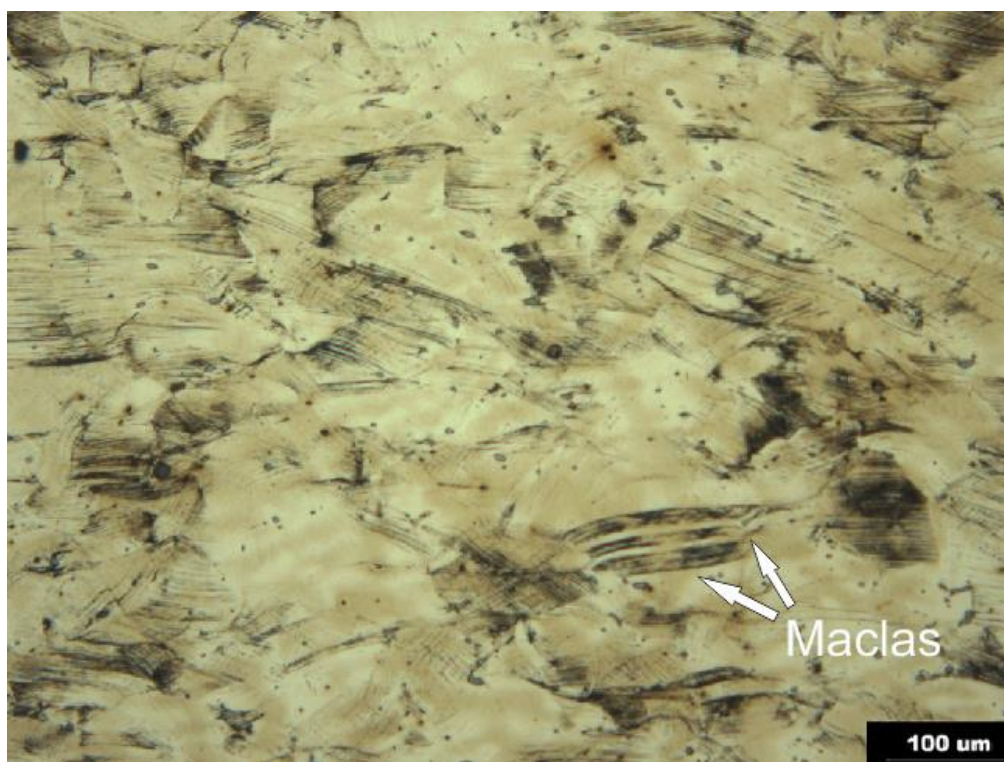


Fonte: O AUTOR

Nesses níveis de redução da espessura devido à laminação, há maior quantidade de martensita ϵ , transformada a partir de parte da austenita. Esta martensita ϵ não é visível a partir de microscopia óptica, porém pode ser comprovada por outras técnicas de caracterização, como a difração de raios X.

Quando submetidos a uma redução de 31% na sua espessura através da laminação (deformação real de 0,09), a microestrutura desses materiais sofreu alterações, de modo que os grãos passaram a se alongar, como mostrado nas Figuras 32 e 34 e nas imagens de EBSD que serão mostradas mais adiante. Além disso, a quantidade de bandas de deformação também sofreu acréscimo.

Figura 32 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 31% de redução na espessura mostrando maclas no material. Reagente metalográfico Carpenter



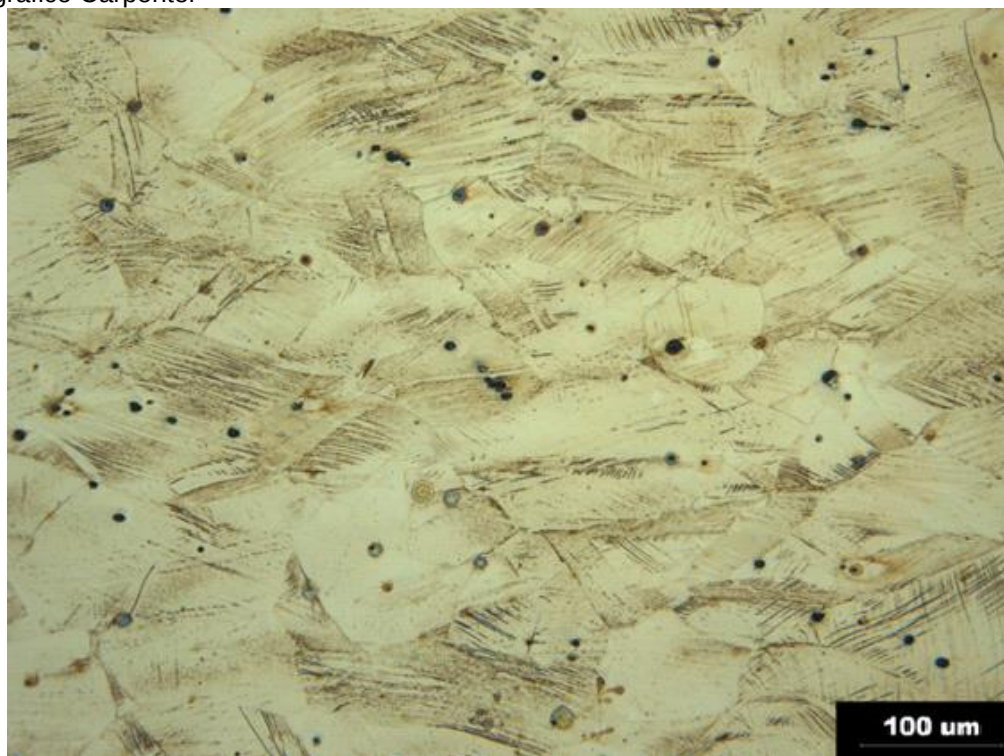
Fonte: O AUTOR

Figura 33 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 31% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

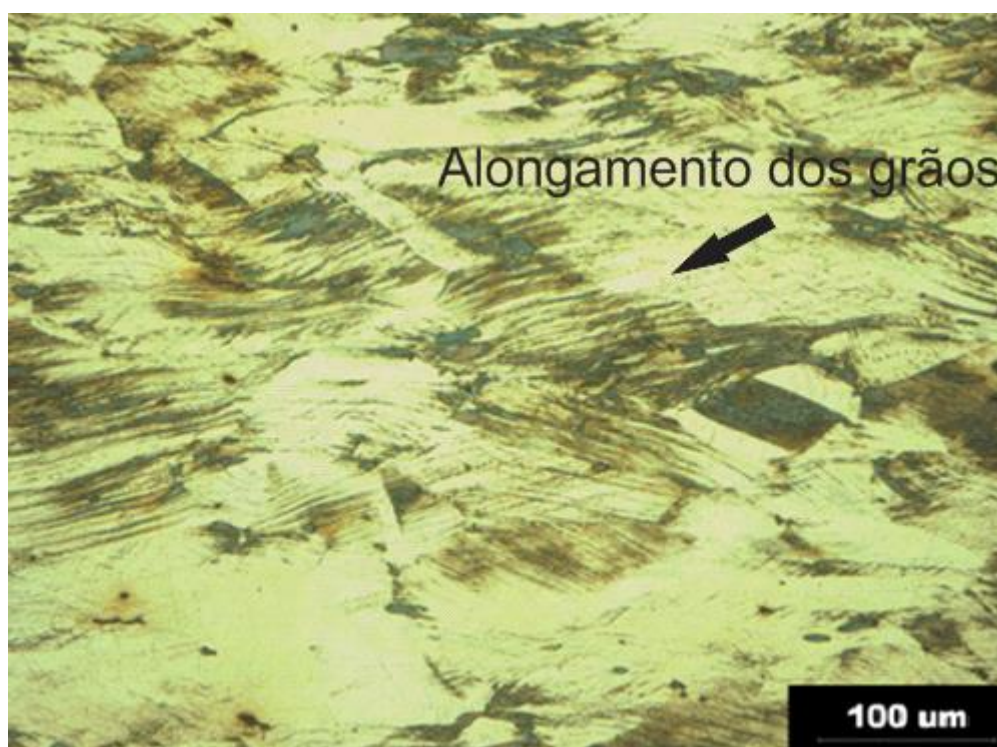
Figura 34 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 31% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

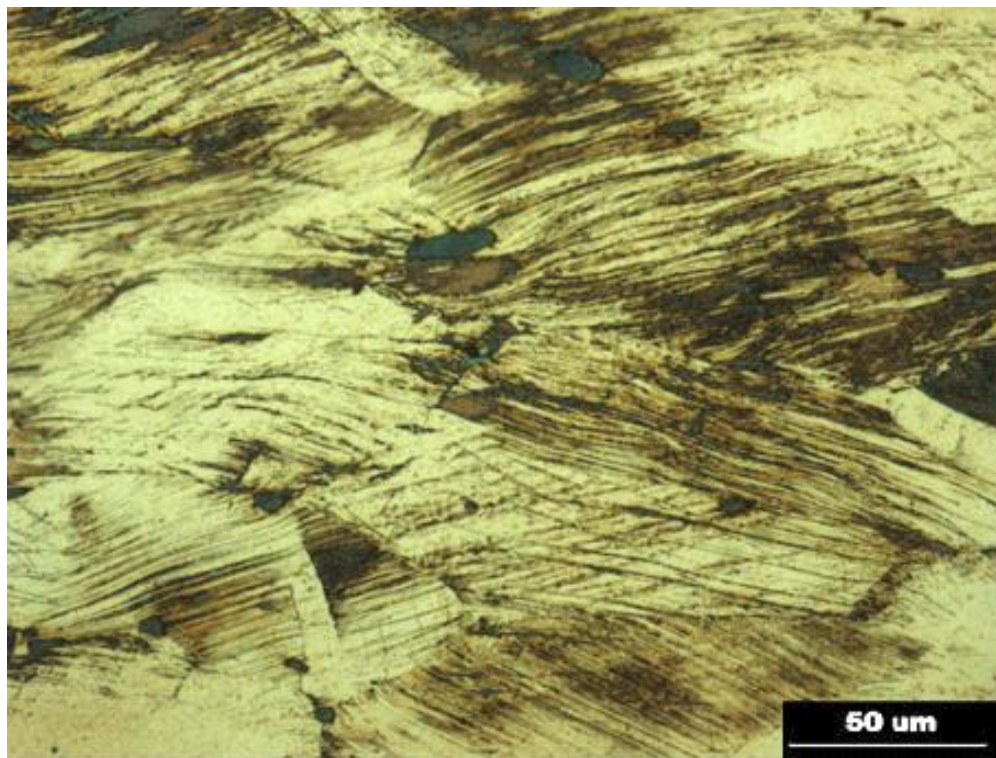
Os grãos continuaram sofrendo um alongamento sob níveis de redução correspondentes a 50% da espessura inicial. As bandas de deformação, que aparecem como linhas escuras nas Figuras 35 e 36 multiplicaram-se cada vez mais, e tornaram-se mais visíveis outros tipos de heterogeneidades de deformação, como por exemplo bandas de cisalhamento, que não se limitam a um determinado grão, como afirmado por (Sandim, 2001) (48).

Figura 35 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 50% de redução na espessura mostrando o alongamento dos grãos sob esse nível de deformação. Reagente metalográfico Carpenter



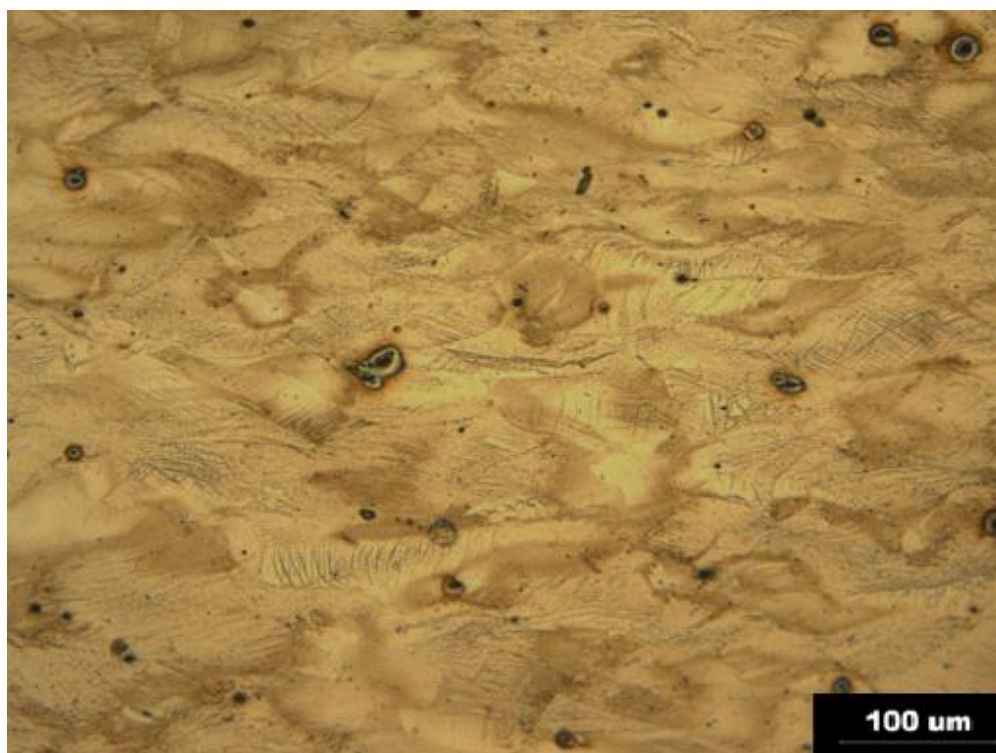
Fonte: O AUTOR

Figura 36 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 50% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

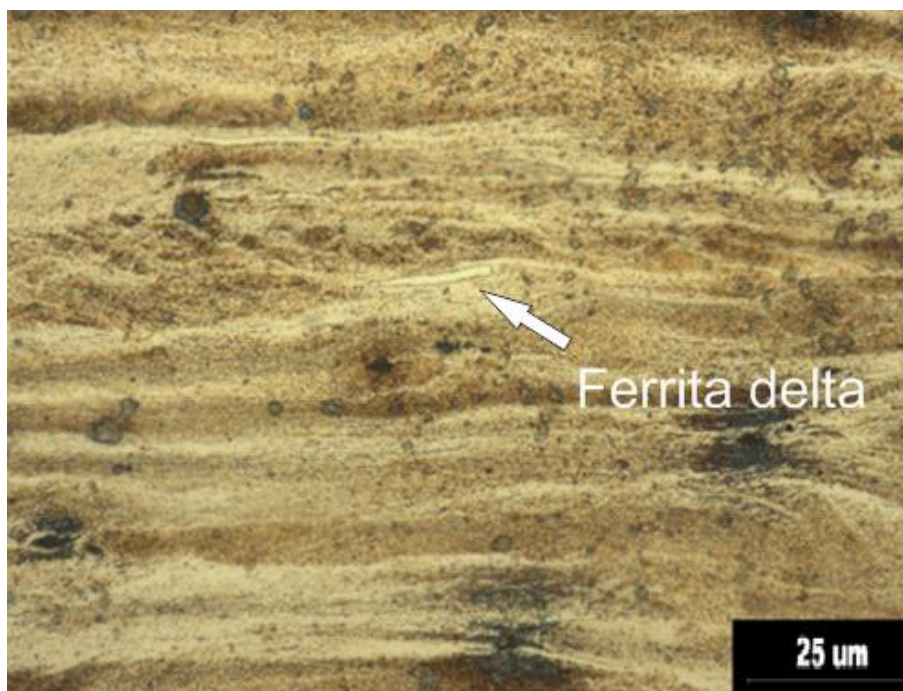
Figura 37 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 50% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

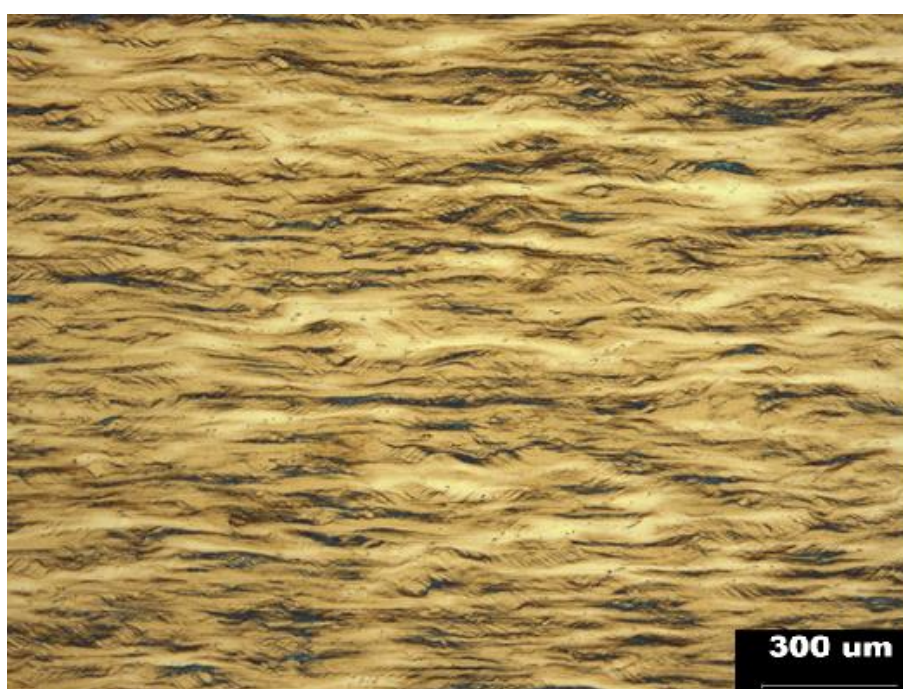
Em níveis de 70% de redução na espessura, mais nenhum caráter poligonal pode ser visualizado nos grãos. Estes acabam por se tornar completamente alongados na direção da laminação, como mostram as microestruturas seguintes:

Figura 38 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 70% de redução na espessura mostrando regiões de ferrita delta não dissolvida durante a solubilização. Reagente metalográfico Carpenter



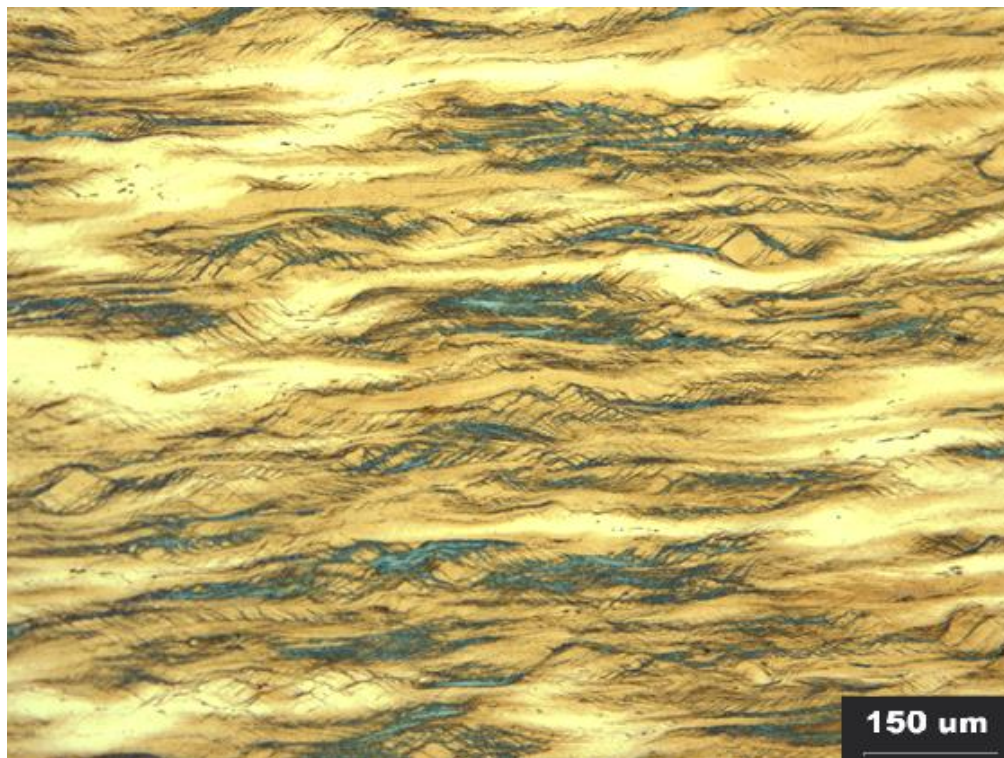
Fonte: O AUTOR

Figura 39 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 70% de redução na espessura mostrando o alongamento dos grãos. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

Figura 40 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 70% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

A Figura 38 mostra claramente algumas regiões ricas em ferrita delta, que certamente desprende-se da matriz austenítica, seja durante a deformação, ou durante a preparação metalográfica da amostra.

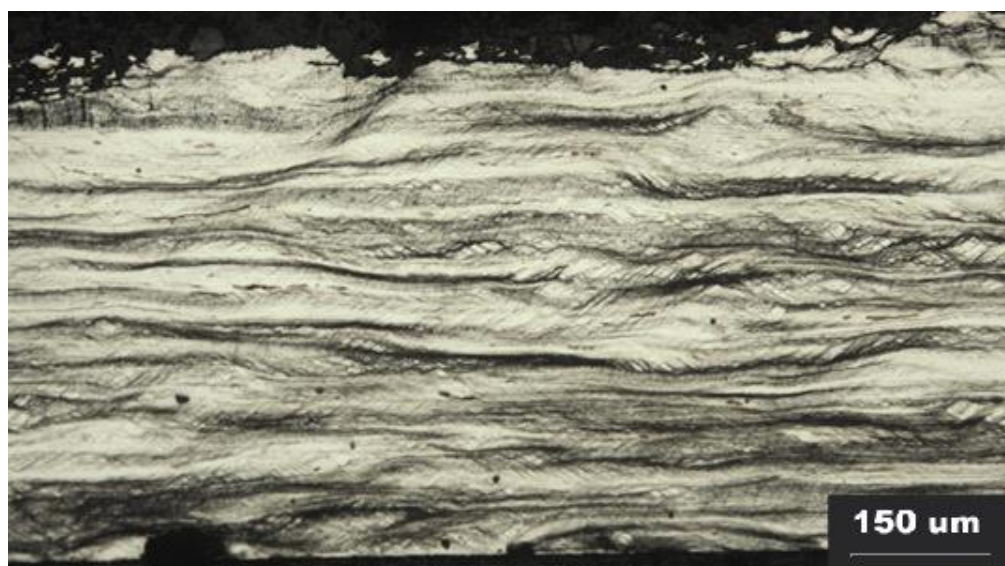
A resistência química destes aços inoxidáveis pode ser evidenciada pelo frequente aparecimento de pites de corrosão nas tentativas de ataque, principalmente a maiores níveis de redução, como mostrado na Figura 41.

Figura 41 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 80% de redução na espessura mostrando pites de corrosão devido ao ataque químico. Reagente metalográfico Carpenter



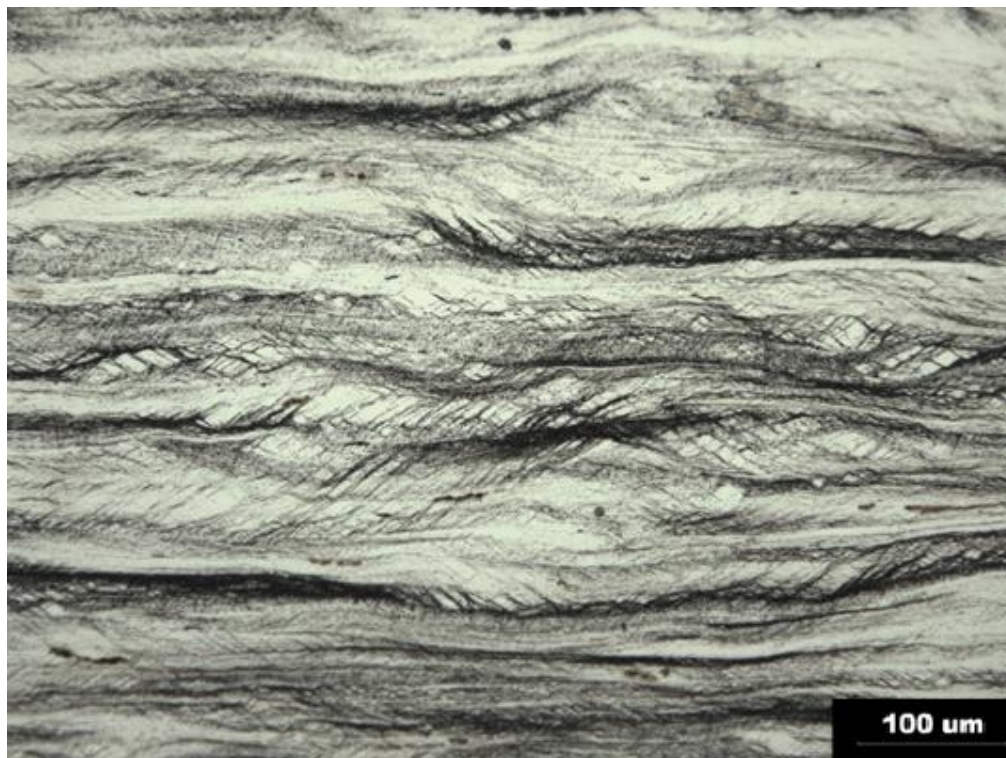
Fonte: O AUTOR

Figura 42 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 80% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara



Fonte: O AUTOR

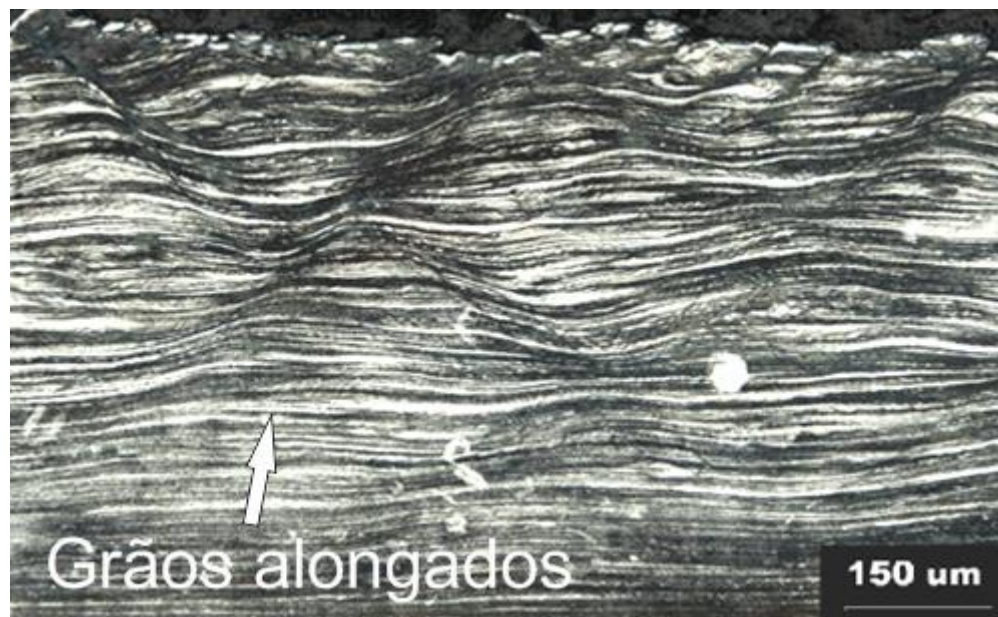
Figura 43 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 80% de redução na espessura. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

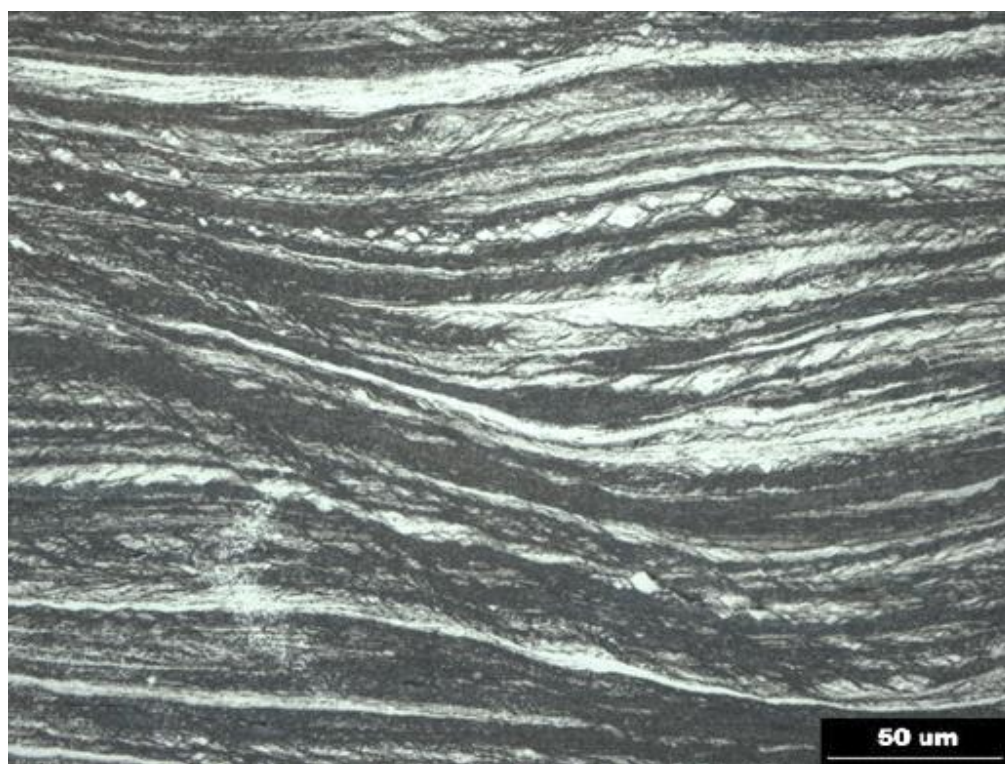
Com 90% de redução da espessura, os grãos mostram-se quase que totalmente alinhados na direção de laminação. Isso porque a tensão utilizada durante o processamento provoca uma deformação inevitável no material, que responde à solicitação com grandes rotações do reticulado, fragmentação da microestrutura e geração de uma enorme quantidade de heterogeneidades de deformação.

Figura 44 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 90% de redução na espessura mostrando o alongamento dos grãos. Reagente metalográfico Behara



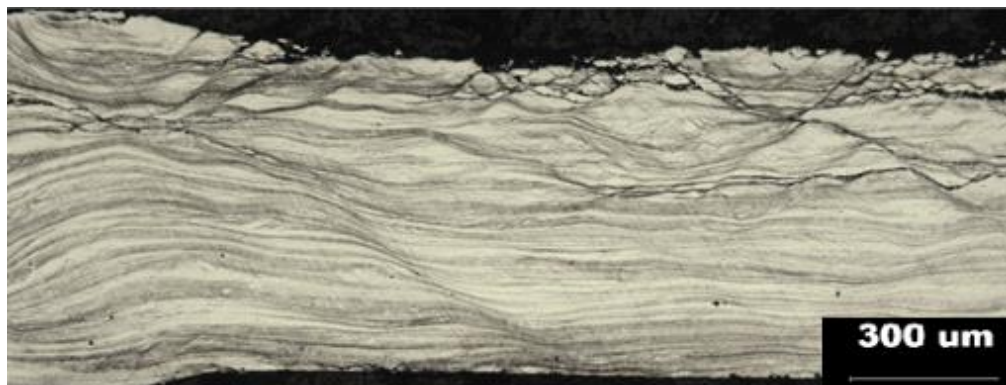
Fonte: O AUTOR

Figura 45 – Microestrutura do aço AISI 304 laminado com 90% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara



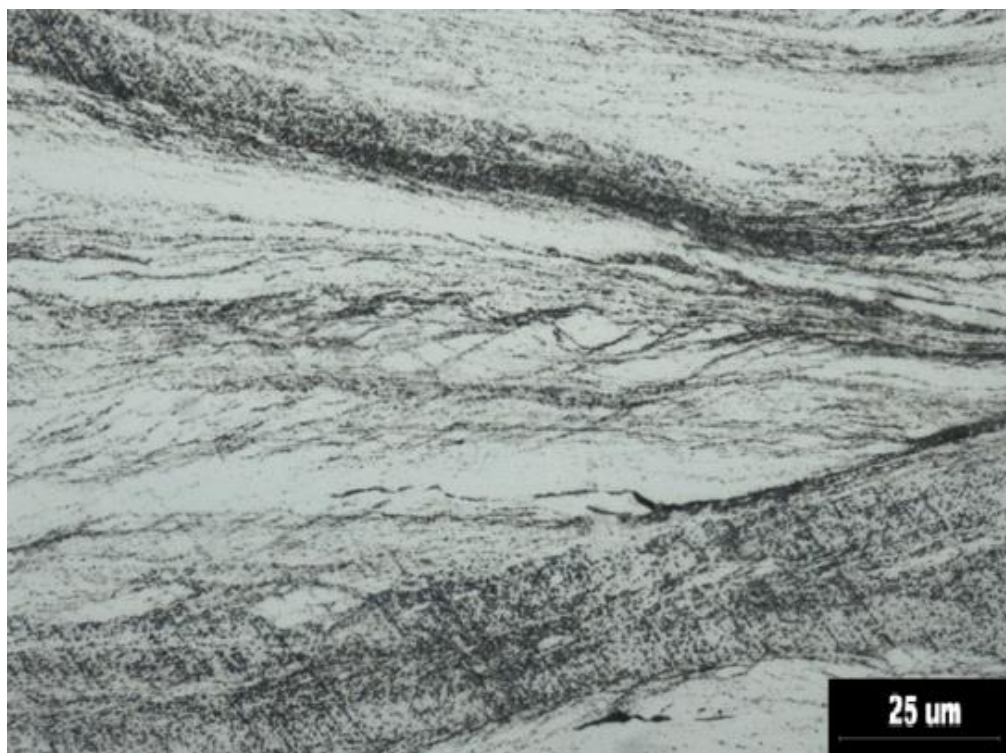
Fonte: O AUTOR

Figura 46 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 90% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara



Fonte: O AUTOR

Figura 47 – Microestrutura do aço AISI 316 laminado com 90% de redução na espessura. Reagente metalográfico Behara

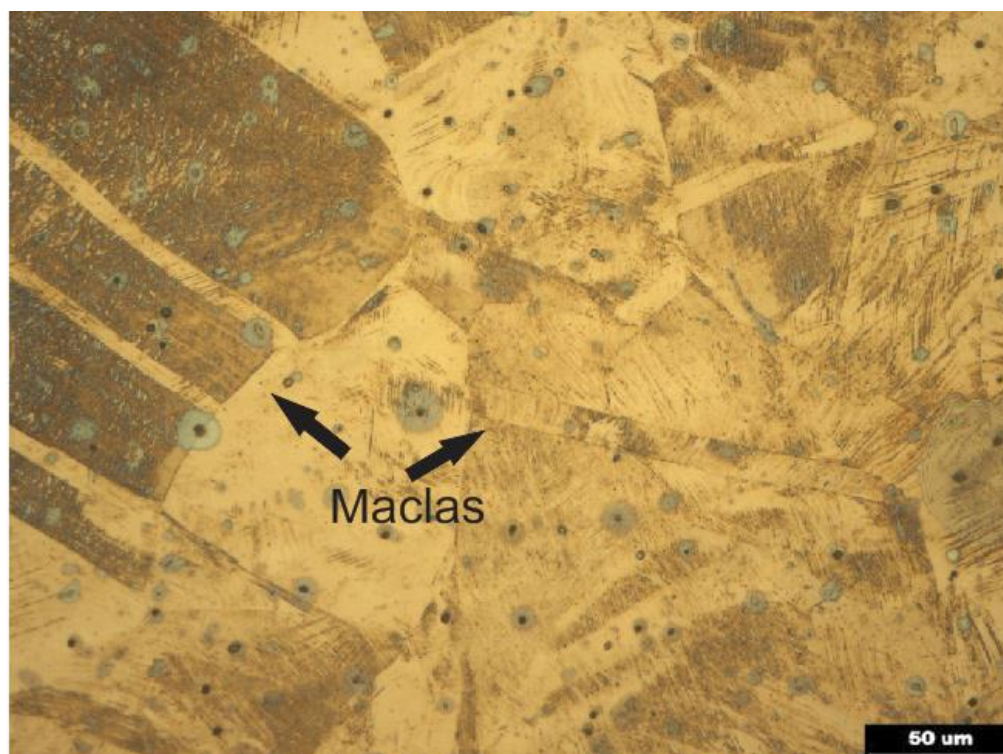


Fonte: O AUTOR

4.1.4. Amostras deformadas por compressão

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 após deformação por compressão tiveram as superfícies paralelas e transversais ao sentido da compressão uniaxial analisadas. Ambos os materiais, mas em especial o aço AISI 304, apresentou um grande número de maclas, as quais podem ser visualizadas na Figura 48.

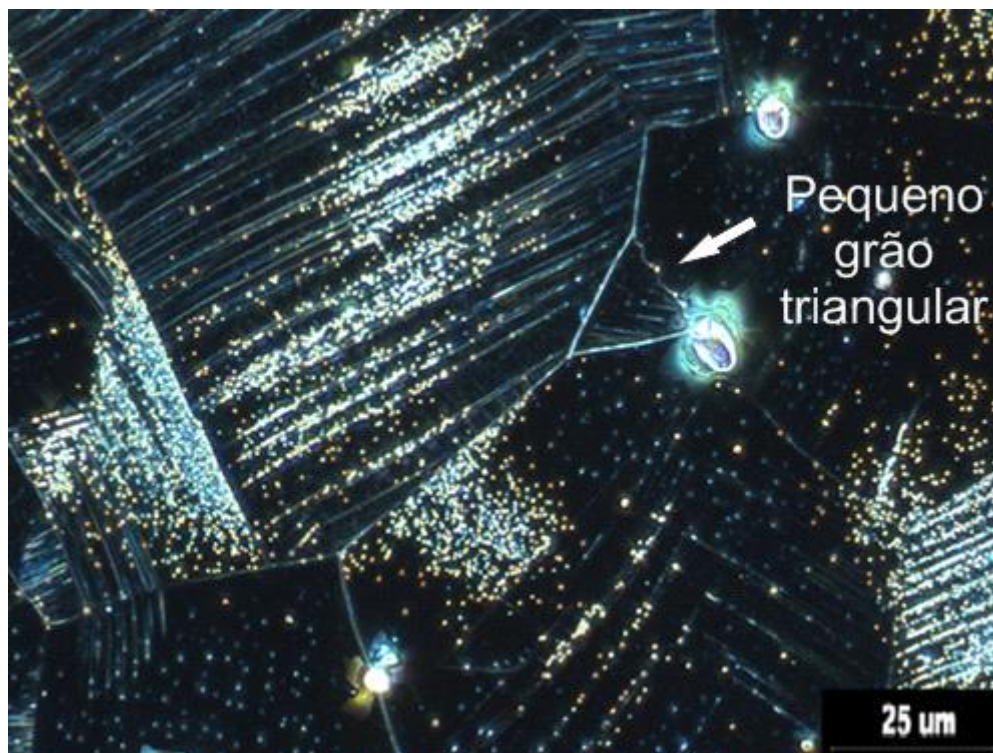
Figura 48 – Microestrutura da seção transversal à compressão do aço AISI 304 mostrando as maclas na microestrutura do material. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

Grãos de tamanhos diversificados foram resultado do processo de compressão ao qual os materiais foram submetidos, como se nota na Figura 49, que apresenta um grão de tamanho pequeno em meio a grãos poligonais de tamanho muito superior. Grãos pequenos e triangulares como este, normalmente são incorporados aos grãos maiores durante o fenômeno de crescimento de grãos em um recozimento, como observado nos estudos de um aço inoxidável austenítico AISI 316L de (Zhao, 2014) (67).

Figura 49 – Microestrutura da seção transversal à compressão do aço AISI 316 mostrando os diferentes tamanhos de grãos. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

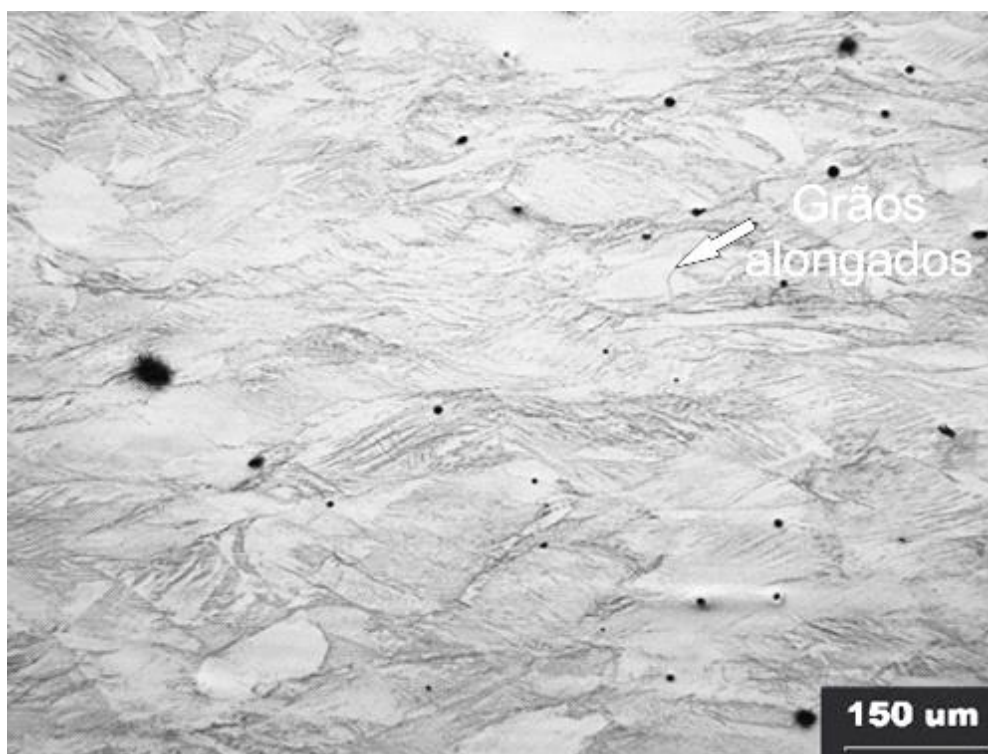
A seção longitudinal, ou seja, a direção paralela à compressão apresentou grãos visivelmente deformados na tentativa de acomodar as tensões impostas durante o ensaio. Para as imagens a seguir, a direção da compressão corresponde à direção vertical.

Figura 50 – Microestrutura da seção longitudinal à compressão do aço AISI 304. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

Figura 51 – Microestrutura da seção longitudinal à compressão do aço AISI 316 mostrando a deformação sofrida pelos grãos. Reagente metalográfico Carpenter



Fonte: O AUTOR

4.2. Medidas de dureza e ferritoscopia

4.2.1. Amostras no estado como recebido

As amostras do material como recebido não apresentaram grande variação de dureza entre si, com exceção da amostra de aço AISI 304 na direção longitudinal, quando medidas no microdurômetro com marcas do penetrador em regiões distintas das suas superfícies e a uma carga de 500gf por 15s. Seis medidas foram realizadas em cada uma das quatro amostras antes do tratamento de solubilização. Na tabela a seguir, DL representa a direção longitudinal ao processamento para obtenção do aço e DT representa a direção transversal ao mesmo. A tabela apresenta os valores de dureza Vickers obtidos:

Tabela 7 – Valores médios de dureza para todas as amostras no estado como recebido

Amostra	304 DL	304 DT	316 DL	316 DT
Média (HV)	224	202	197	204
Desvio padrão	15,7	4,3	2,9	7,6

Fonte: O AUTOR

Quando submetidos ao campo magnético gerado pela resistência contida em um ferritoscópio, os aços inoxidáveis austeníticos respondem a este campo magnético de acordo com as suas propriedades de permeabilidade magnética. Cinco medidas foram realizadas para cada face citada, e os valores explícitos nas tabelas correspondem à média global de todas as faces das amostras:

Tabela 8 – Percentuais de fase magnética para as amostras no estado como recebido

Material	Porcentagem de fase magnética	
	Média das medidas	Desvio Padrão
AISI 304	0,4	0,3
AISI 316	0,3	0,1

Fonte: O AUTOR

A técnica de ferritoscopia, que possui um limite de detecção de 0,1%, nos permite aferir especificamente dessas amostras, que a porcentagem de fase magnética presente nos materiais como recebidos é desprezível.

4.2.2. Amostras solubilizadas

Como citado por (KLÖCKNER & CO, 2013) (23), os valores de dureza média após a realização de 6 medidas em cada amostra solubilizada encontram-se próximos a 150HV para ambos os materiais, uma vez que o tratamento térmico de solubilização permitiu a ocorrência dos fenômenos de recuperação e recristalização do material, reduzindo muito o número de defeitos. Tal resultado é mostrado tanto na Tabela 9 quanto na Figura 52:

Tabela 9 – Valores médios de dureza para as amostras no estado solubilizado

Amostra	AISI 304	AISI 316
Média (HV)	159	153
Desvio padrão	4,1	3,4

Fonte: O AUTOR

Após solubilização, as amostras dos aços inoxidáveis austeníticos mantiveram uma porcentagem bastante baixa de fase magnética, uma vez que a fase austenítica é paramagnética e nenhum fenômeno físico ou químico capaz de induzir a formação de fases magnéticas ocorre durante este tratamento térmico:

Tabela 10 – Percentuais de fase magnética para as amostras no estado solubilizado

Material	Porcentagem de fase magnética	
	Média geral	Desvio Padrão
AISI 304	3,4	1,1
AISI 316	0,1	0,1

Fonte: O AUTOR

4.2.3. Amostras deformadas por compressão

Ambos os materiais sofreram grande aumento de dureza após deformação por compressão. Os resultados mostram que com deformações de 60% através de compressão, é possível praticamente dobrar a dureza do aço AISI 316, e aumentar a dureza do aço AISI 304 em aproximadamente 157% do valor inicial.

Tabela 11 – Valores médios de dureza para as amostras deformadas por compressão

Amostra	AISI 304	AISI 316
Média (HV)	409	305
Desvio padrão	19,6	29,1

Fonte: O AUTOR

Enquanto que o aço AISI 304 teve um grande aumento na porcentagem de fase magnética durante a deformação por compressão, o AISI 316 não teve significativo aumento, o que caracteriza nenhuma ou desprezível formação de martensita α' .

Tabela 12 – Percentuais de fase magnética para as amostras deformadas por compressão

Material	Porcentagem de fase magnética	
	Média geral	Desvio Padrão
AISI 304	13,5	1,2
AISI 316	0,6	0,1

Fonte: O AUTOR

A seguir, é apresentada uma tabela comparativa entre ambos os materiais relacionando-se os valores de dureza e ferritoscopia para todas as condições analisadas.

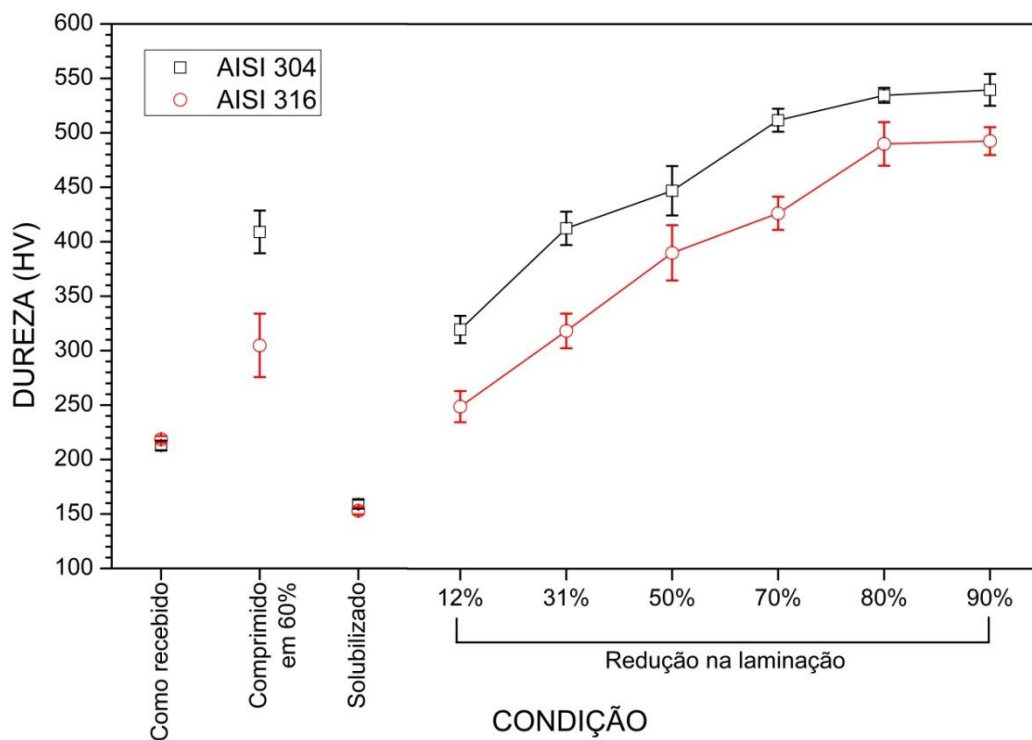
Tabela 13 – Valores comparativos de dureza e fração magnética em volume para todas as condições

Condição	AISI 304				AISI 316			
	Dureza média (HV)	Desvio padrão	Fração magnética em volume (%)	Desvio padrão	Dureza média (HV)	Desvio padrão	Fração magnética em volume (%)	Desvio padrão
Como recebido	213	4,4	0,4	0,3	219	2,9	0,1	0,1
Solubilizado	159	4,1	3,4	1,1	153	3,4	0,3	0,1
Limado	-	-	30,6	2,0	-	-	24,5	2,0
Comprimido	409	19,6	13,5	1,2	305	29,1	0,6	0,1
Laminado (12%)	320	12,5	1,1	0,3	249	14,3	0,1	0,1
Laminado (31%)	412	15,4	5,3	0,6	318	15,9	0,4	0,0
Laminado (50%)	447	22,7	11,7	0,4	390	25,4	2,7	0,2
Laminado (70%)	512	10,6	23,8	1,2	426	15,3	10,3	0,5
Laminado (80%)	535	6,9	28,5	1,4	490	19,9	15,4	0,7
Laminado (90%)	540	14,6	32,9	0,8	493	12,7	20,7	2,5

Fonte: O AUTOR

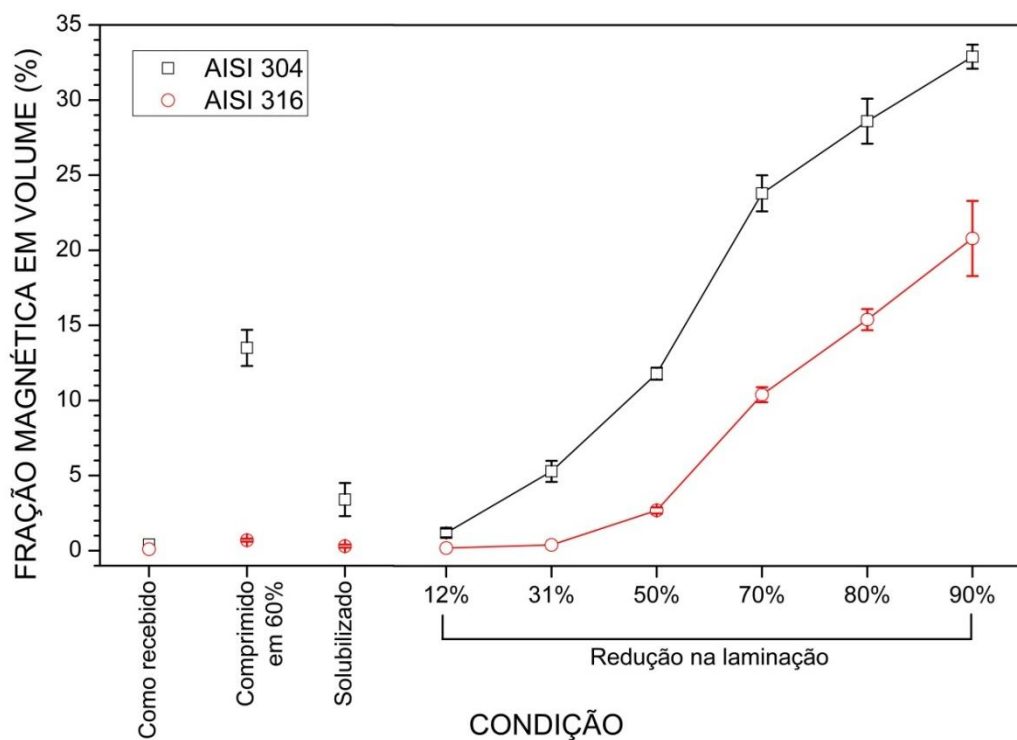
As figuras 52 e 53 trazem as curvas comparativas para todas as condições e seus respectivos desvios.

Figura 52 – Gráfico de comparação para a dureza dos materiais em todas as condições



Fonte: O AUTOR

Figura 53 - Gráfico de comparação para o percentual de fase magnética dos materiais em todas as condições



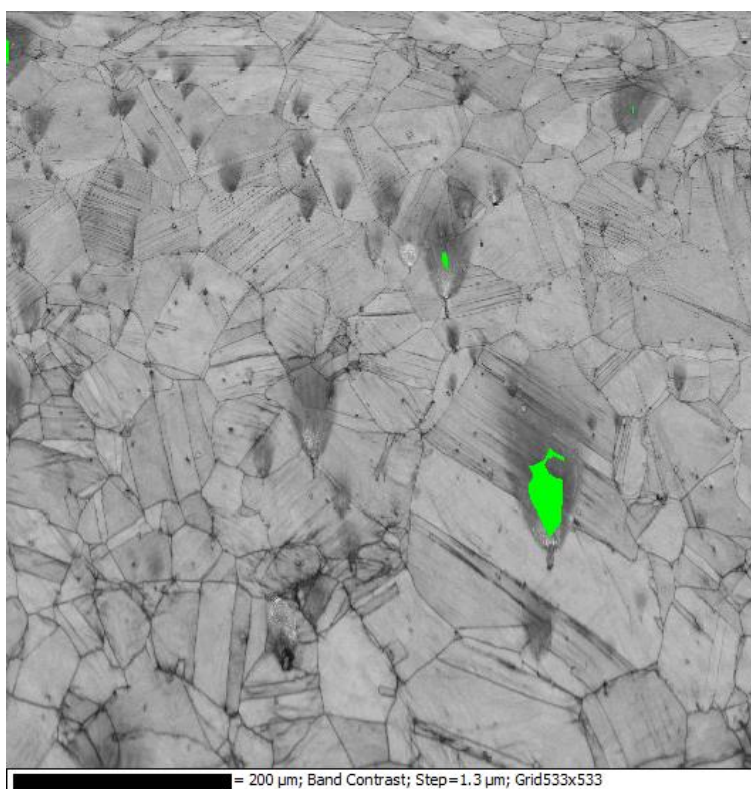
Fonte: O AUTOR

4.3. EBSD

A difração de elétrons retroespalhados foi realizada para as amostras laminadas com 12% de redução e 31% de redução, uma vez que níveis maiores de deformação comprometem as análises por meio desta técnica devido à grande quantidade de defeitos nas amostras.

A partir de um mapa de índice de qualidade resultante da técnica, tem-se que as regiões com tonalidade mais escura correspondem a regiões com maior quantidade de defeitos cristalinos, enquanto que regiões mais claras representam áreas com menor número de defeitos. As regiões de coloração verde são resultado de áreas não indexadas, ou seja, regiões em que o equipamento não conseguiu gerar dados devido a um número ainda maior de defeitos ou superfícies não identificadas durante a varredura. Para todas as imagens obtidas por EBSD, a direção de laminação corresponde à direção vertical.

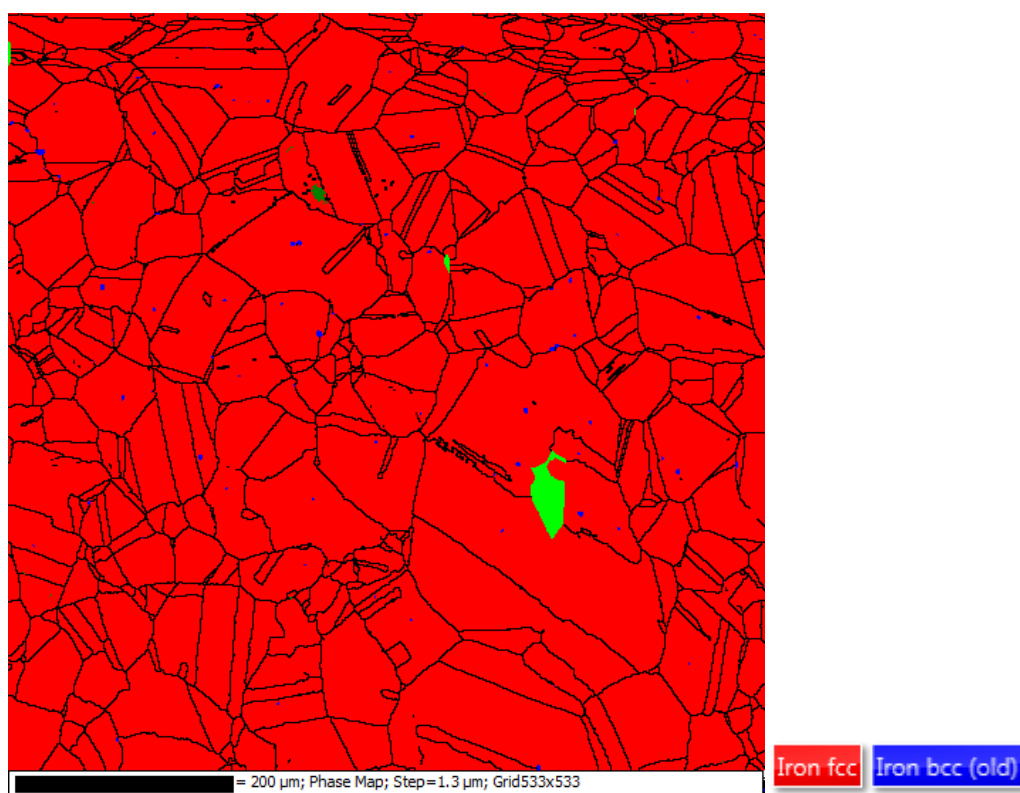
Figura 54 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução



Fonte: O AUTOR

Um mapa de fases fornece informações sobre quais fases estão presentes nos grãos do material a partir de aspectos cristalográficos, de forma que uma estrutura cúbica de face centrada pode ser mostrada com coloração distinta de uma cúbica de corpo centrado, por exemplo. É o que acontece para o resultado abaixo, onde a austenita (CFC) aparece em vermelho, e a martensita α' (CCC) aparece em azul. Para esses resultados de EBSD, o equipamento foi configurado de forma que todas as linhas escuras nos mapas de fases correspondem a contornos de grãos com ângulo maior que 15° , revelando a geometria dos grãos poligonais e maclas, como as que (Renard, 2012) observou em seus estudos que relacionam propriedades mecânicas dos aços com sua EDE (68).

Figura 55 - Mapa de fases para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução (em azul a fase martensítica)

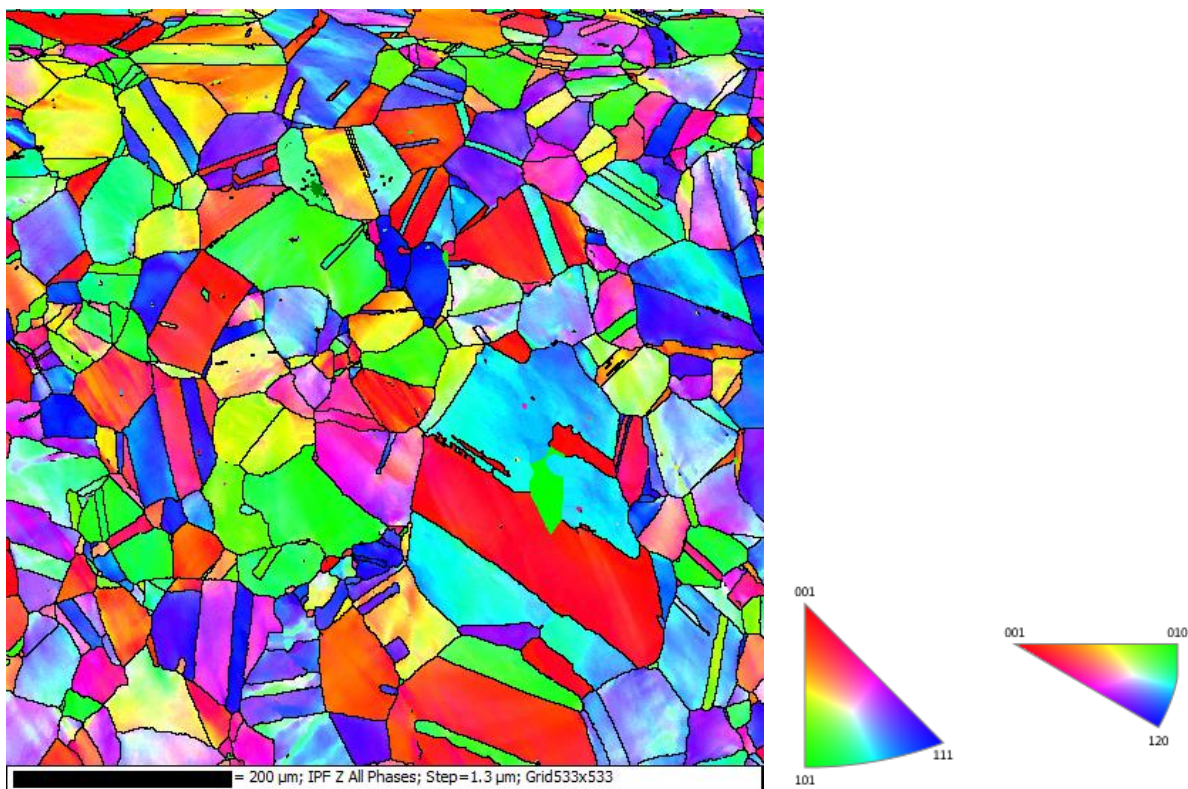


Fonte: O AUTOR

Por fim, um mapa de orientações fornece resultados sobre como os grãos do material estão orientados uns em relação aos outros de forma que cada cor representa uma orientação. Além disso, é possível verificar com clareza a mudança

de orientação que pode acontecer dentro de um mesmo grão devido à rotação do reticulado mostrada pelos gradientes de cores.

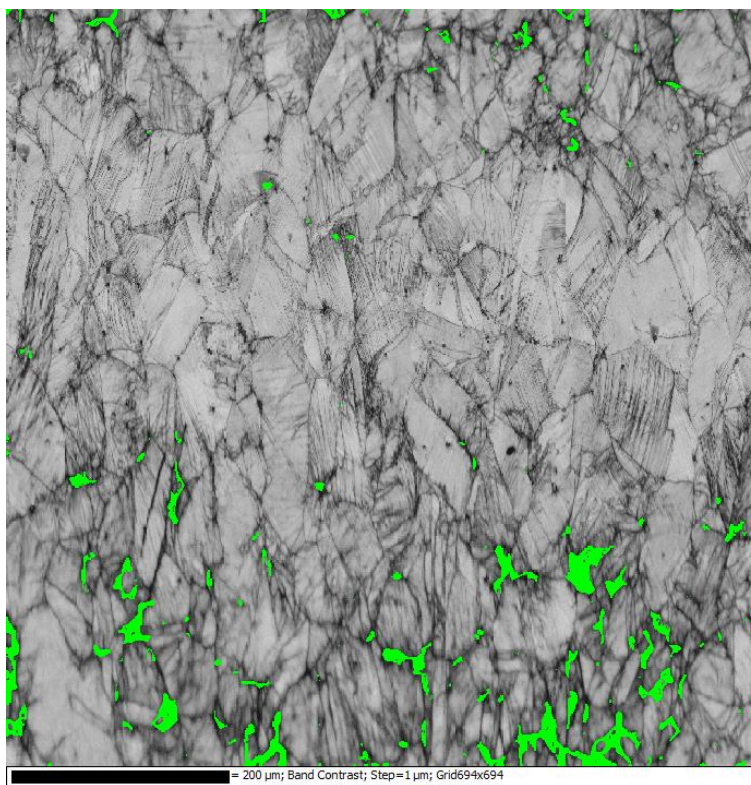
Figura 56 – À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores



Fonte: O AUTOR

Para as amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304 laminadas a 31% de redução, as regiões não indexadas aparecem em maior quantidade, pois o processo de laminação e sua consequente deformação resultam num maior número de defeitos cristalinos no material.

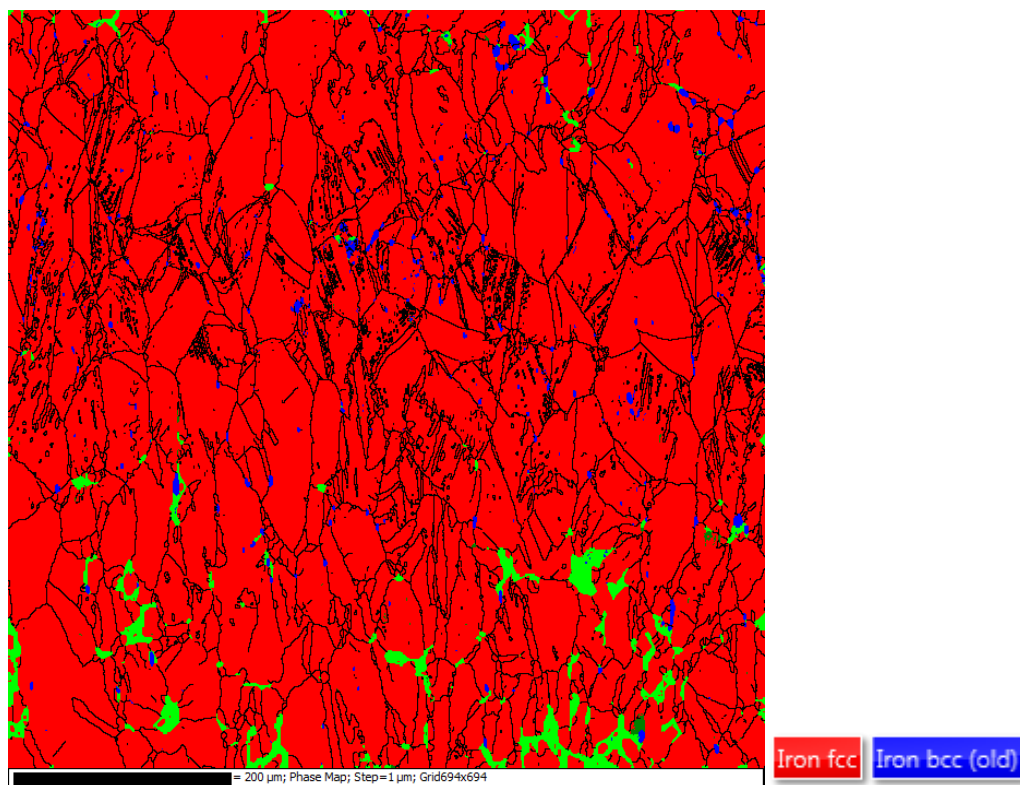
Figura 57 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução



Fonte: O AUTOR

Também é resultado do maior número de defeitos o incremento de regiões mais escuras na imagem, como já mencionado, e a alteração morfológica dos grãos, que ficam mais alongados.

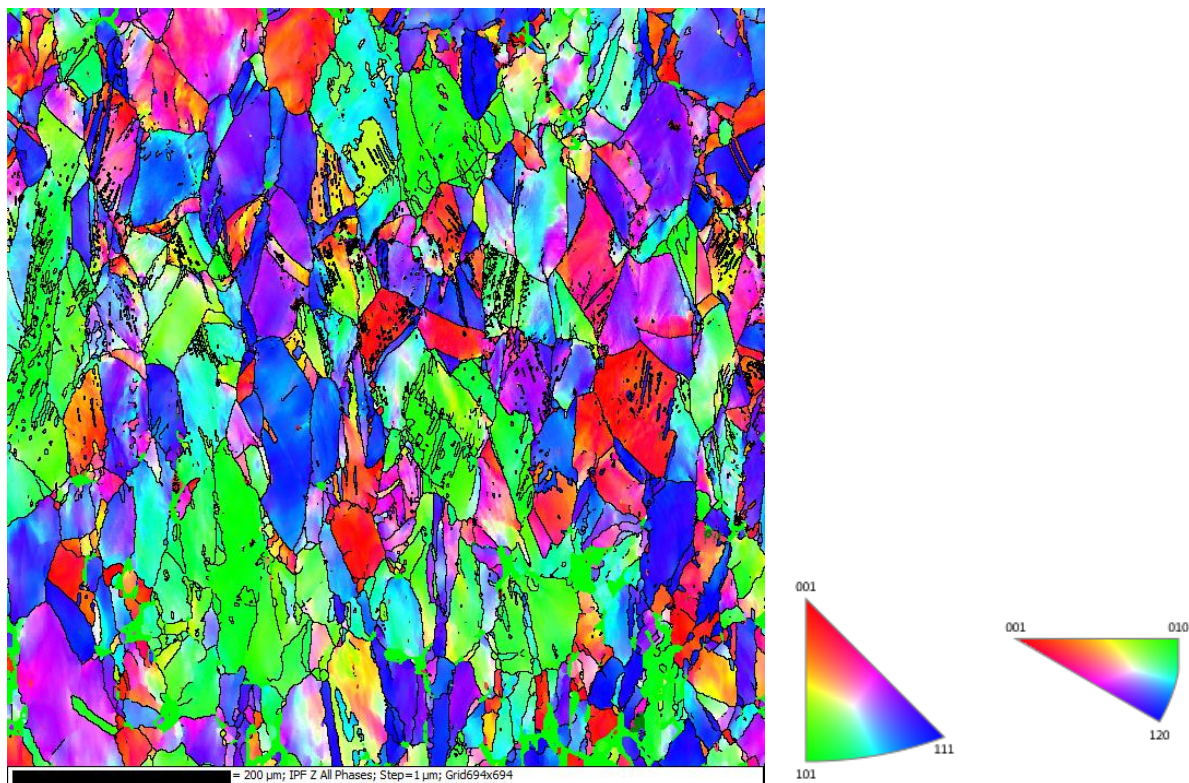
Figura 58 - Mapa de fases para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução (em azul a fase martensítica)



Fonte: O AUTOR

O mapa de fases mostra que além do número de defeitos, a porcentagem de martensita α' (regiões em azul) também aumentou. Tal resultado se deve à deformação por laminação, que induziu a formação deste microconstituente.

Figura 59 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores

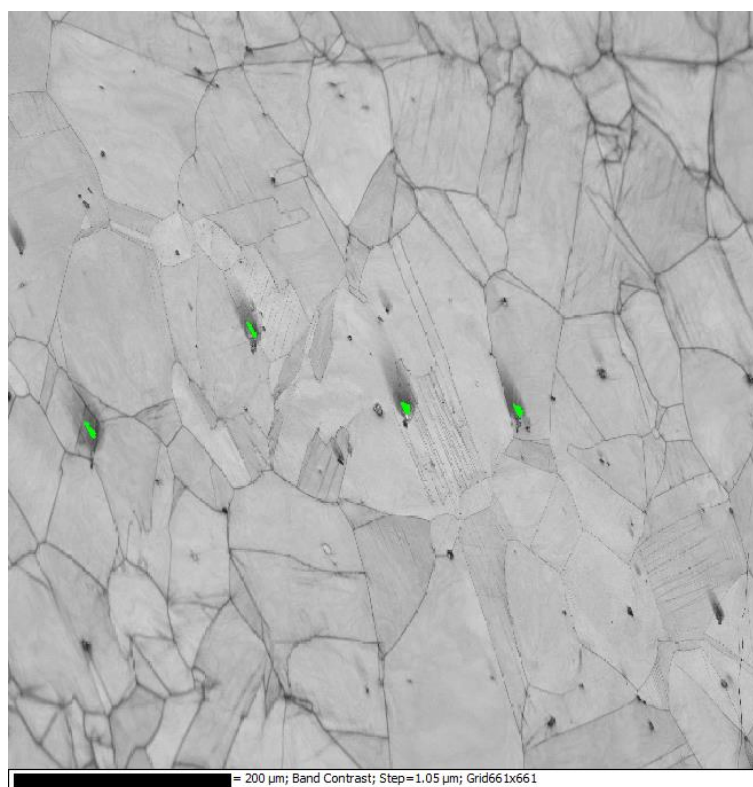


Fonte: O AUTOR

Com maior nível de redução na laminação, esta amostra apresentou grande rotação dos grãos a fim de acomodar as deformações impostas no processamento, como mostram os gradientes de coloração dentro da maior parte dos grãos na Figura 59.

Para o aço inoxidável austenítico AISI 316 laminado a um nível de 12% de redução, percebe-se pequena fração de regiões escuras, correspondentes a defeitos cristalinos. Assim como uma baixa quantidade de regiões não indexadas, apresentados na Figura 60:

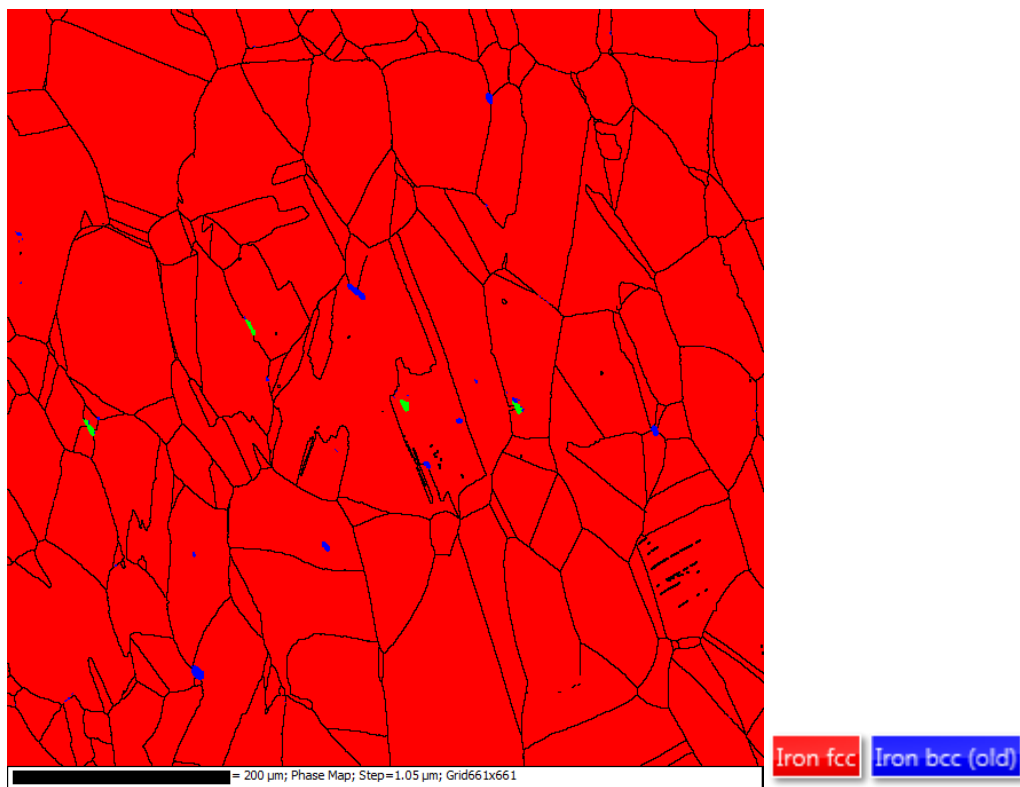
Figura 60 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução



Fonte: O AUTOR

Também é baixa a fração de fase martensítica, como pode ser visto na proporção de regiões em azul:

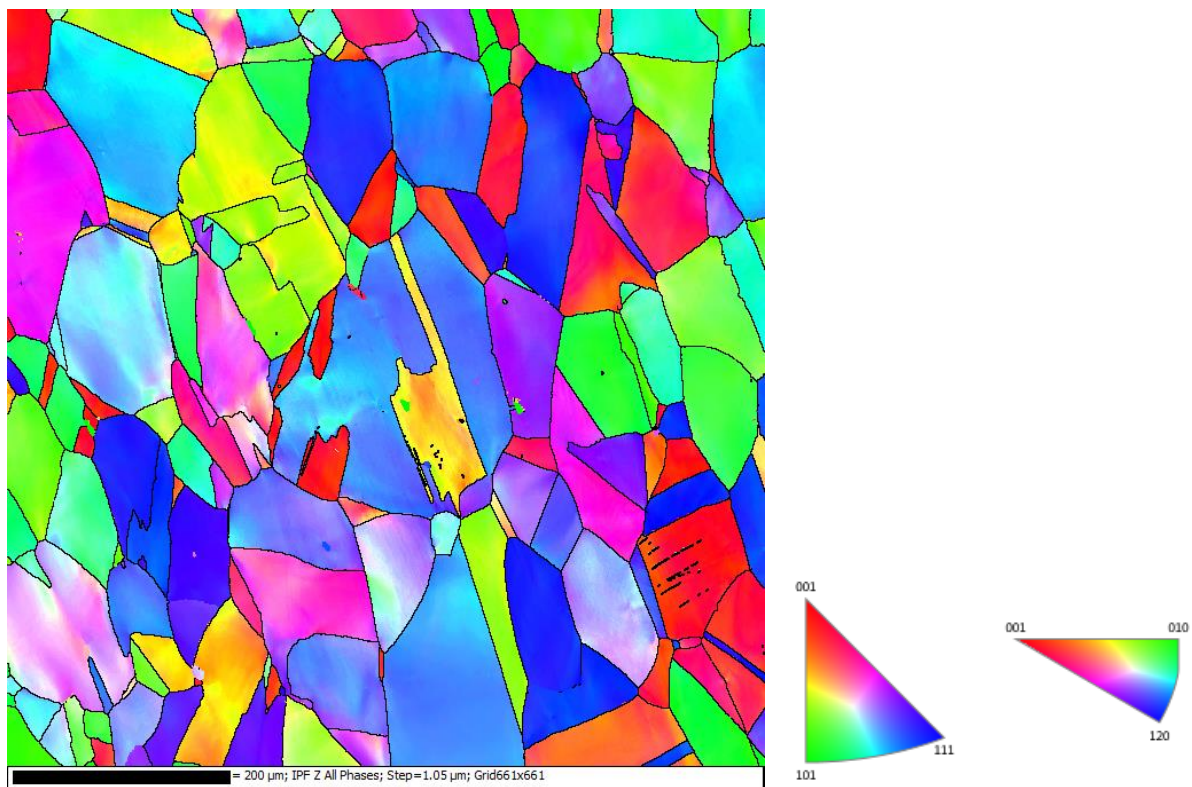
Figura 61 - Mapa de fases para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução (em azul a fase martensítica)



Fonte: O AUTOR

E o mapa de orientações mostra pouca rotação no interior dos grãos, de acordo com a Figura 62:

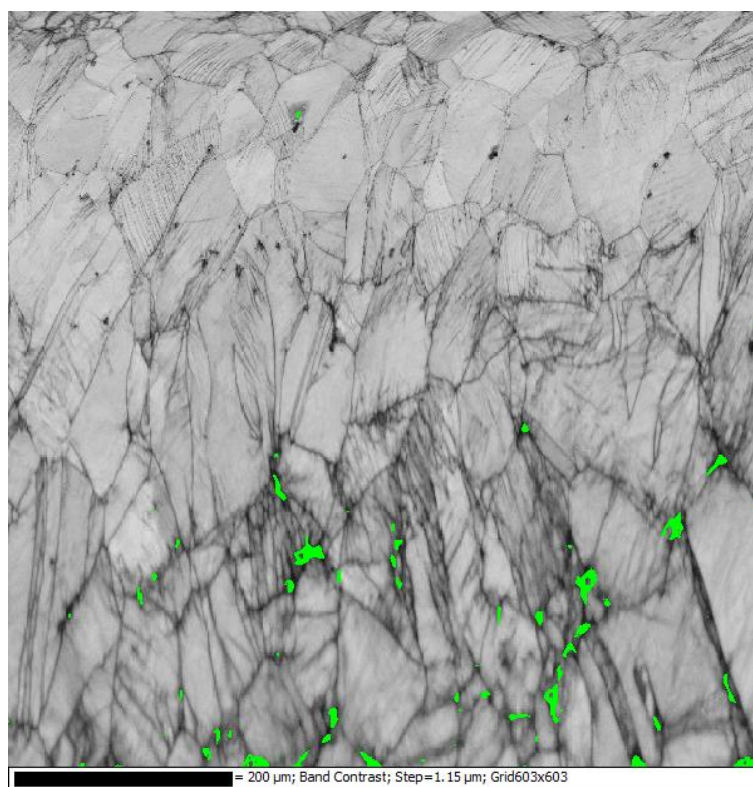
Figura 62 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores



Fonte: O AUTOR

Já as amostras de aço AISI 316 laminadas a 31% de redução da espessura, passaram a ter uma quantidade maior de regiões não indexadas, assim como de regiões escuras, ambos correspondentes ao acréscimo no número de defeitos gerados pela laminação:

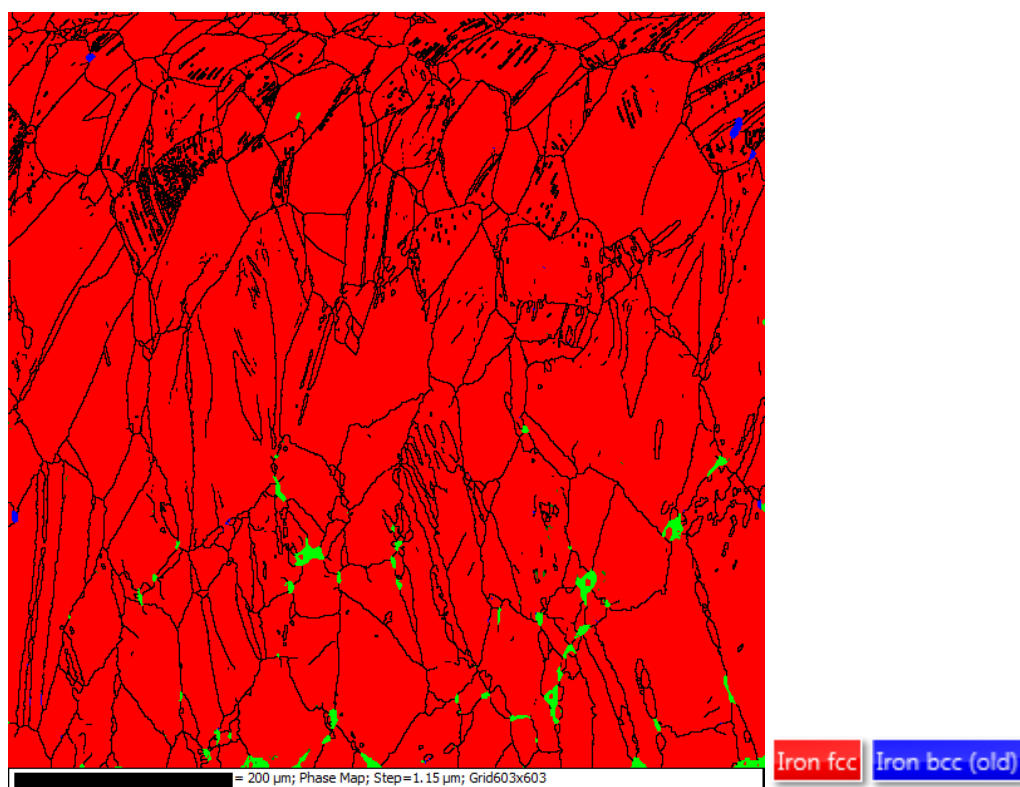
Figura 63 - Mapa de índice de qualidade para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução



Fonte: O AUTOR

Por meio do mapa de fases gerado na técnica de EBSD, é possível afirmar o que a técnica de ferritoscopia demonstrou, ou seja, que a fração de martensita α' formada neste aço não aumentou nas mesmas proporções que para o aço AISI 304, havendo poucas regiões em azul quando comparados ambos os materiais nas mesmas condições:

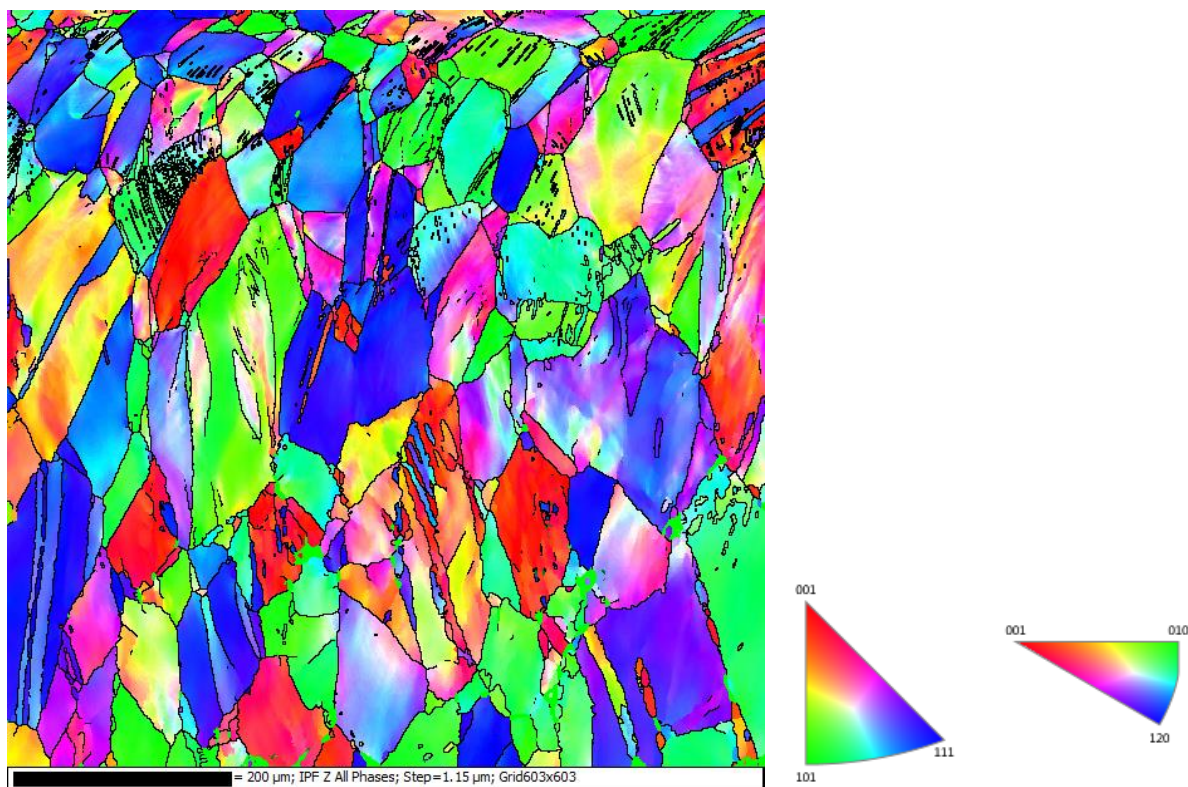
Figura 64 - Mapa de fases para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução (em azul a fase martensítica)



Fonte: O AUTOR

Assim como para o aço AISI 304, o aço AISI 316 também sofreu um alto índice de rotação dos grãos quando o material foi laminado a 31% de redução, além do alongamento dos grãos devido à deformação.

Figura 65 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores



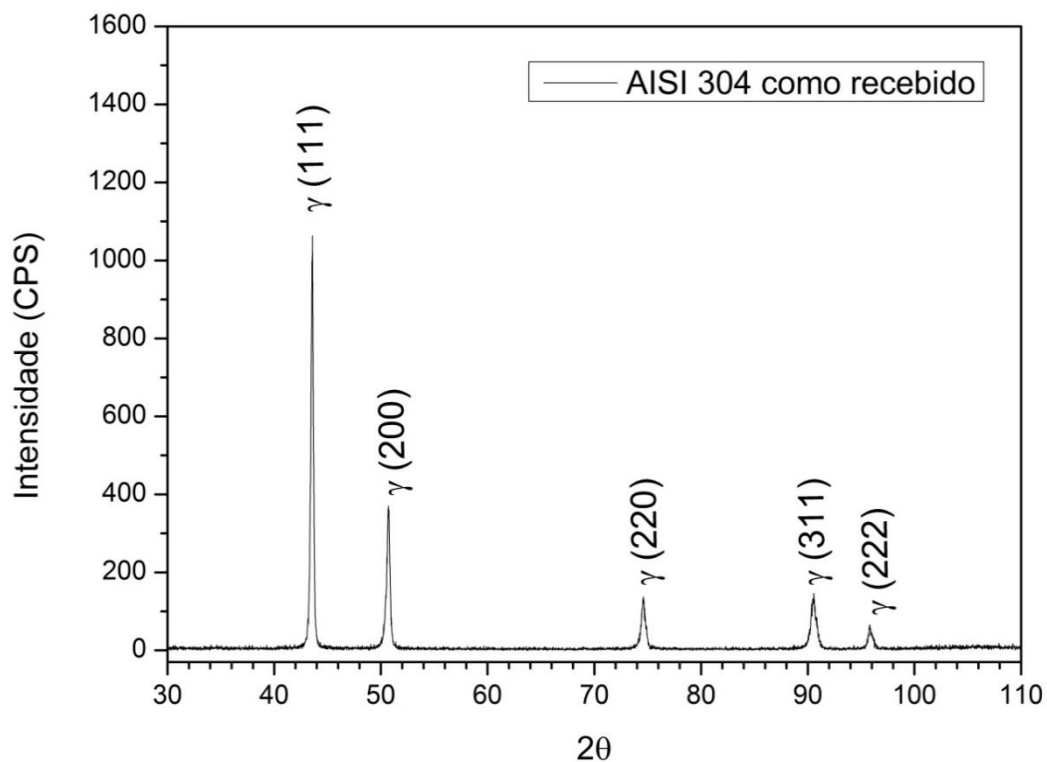
Fonte: O AUTOR

Sendo assim, é possível afirmar que o processo de laminação provocou em ambos os materiais: aumento no número de defeitos, aumento na fração de fase martensítica e rotação do reticulado cristalino.

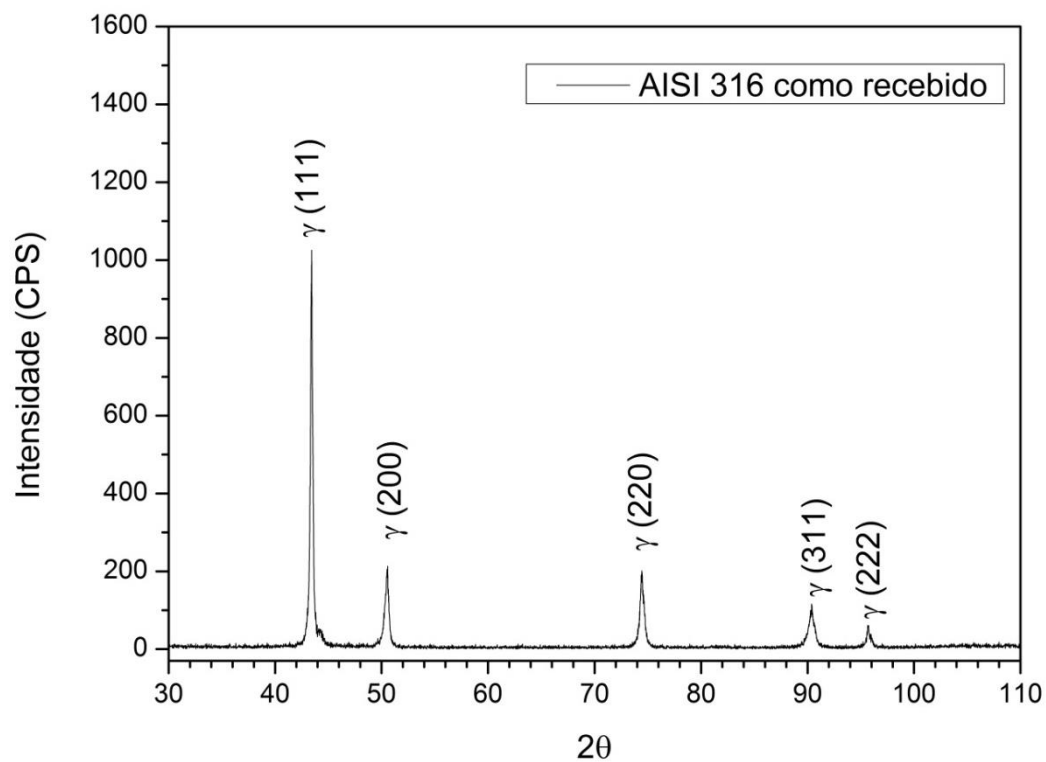
4.4. Difração de raios X

4.4.1. Amostras no estado como recebido

Como esperado, ambas as amostras do material como recebido apresentaram apenas picos característicos da fase austenítica, não havendo picos consideráveis de martensita nas figuras de difração seguintes:

Figura 66 - Figura de difração do aço AISI 304 como recebido. Radiação CuK α 

Fonte: O AUTOR

Figura 67 - Figura de difração do aço AISI 316 como recebido. Radiação CuK α 

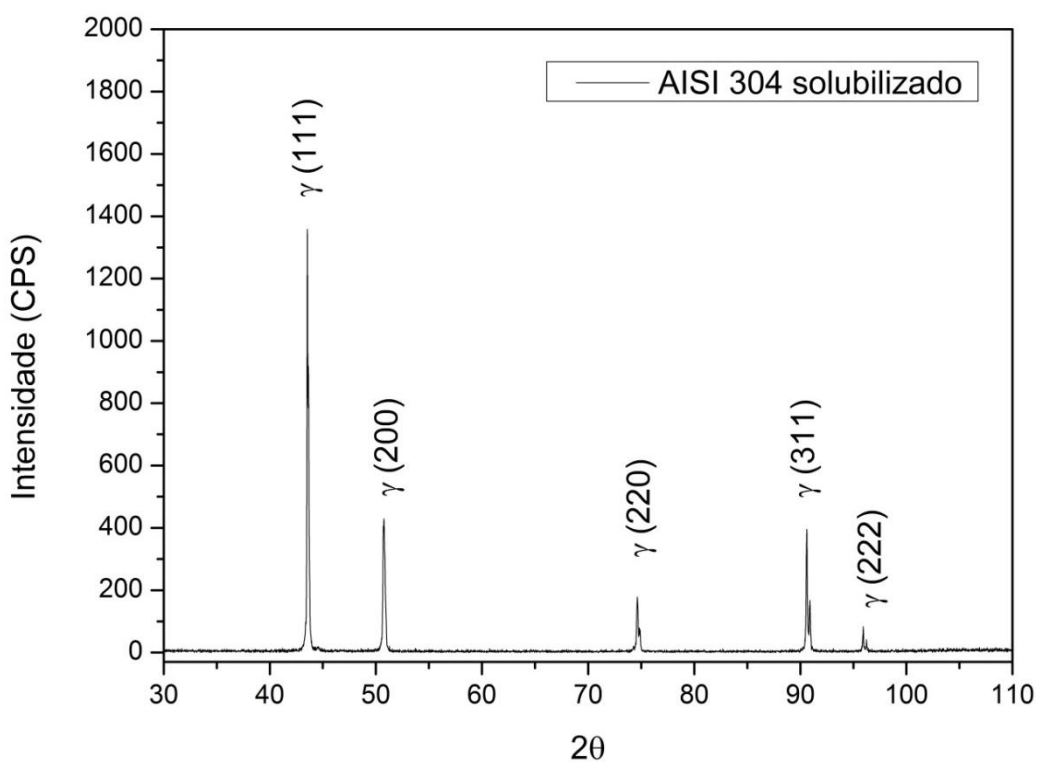
Fonte: O AUTOR

Para ambos os materiais nessa condição as figuras de difração foram obtidas de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto.

4.4.2. Amostras solubilizadas

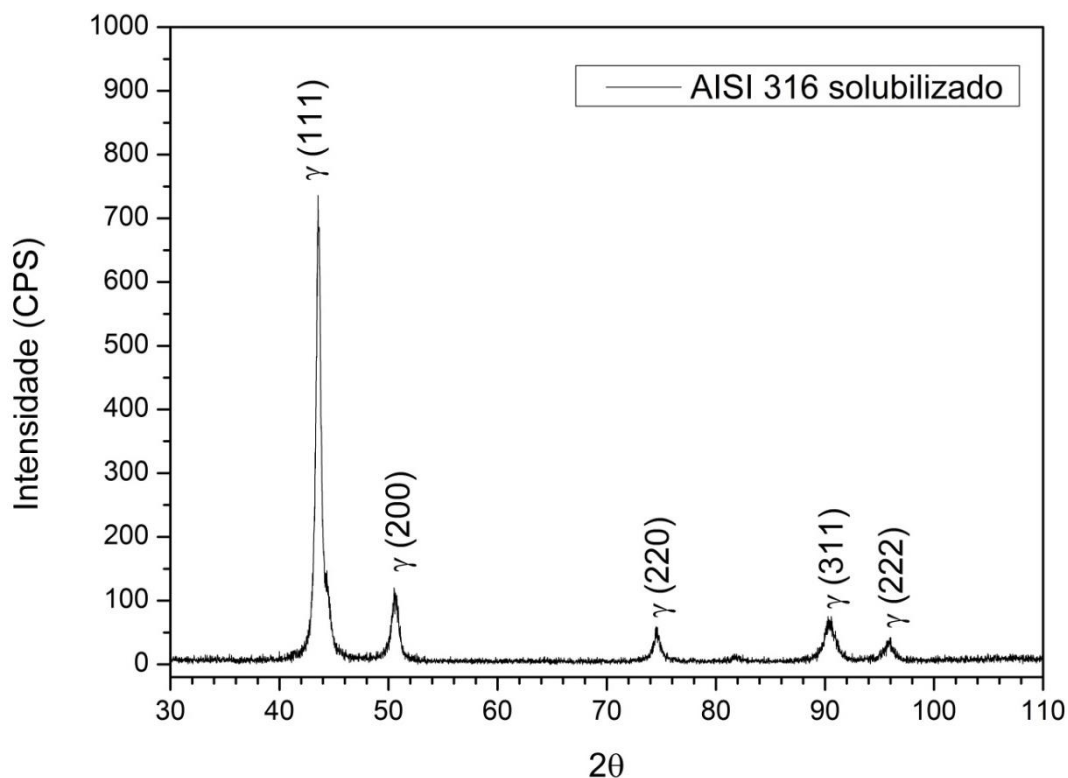
As figuras de difração de ambos os materiais após solubilização também revelam que apenas a fase austenítica (CFC) está presente. Tais espectros podem ser visualizados nas Figuras 68, para o aço inoxidável austenítico AISI 304, e 69, para o aço inoxidável austenítico AISI 316.

Figura 68 - Figura de difração do aço AISI 304 solubilizado. Radiação CuK α



Fonte: O AUTOR

Figura 69 - Figura de difração do aço AISI 316 solubilizado. Radiação CuK α



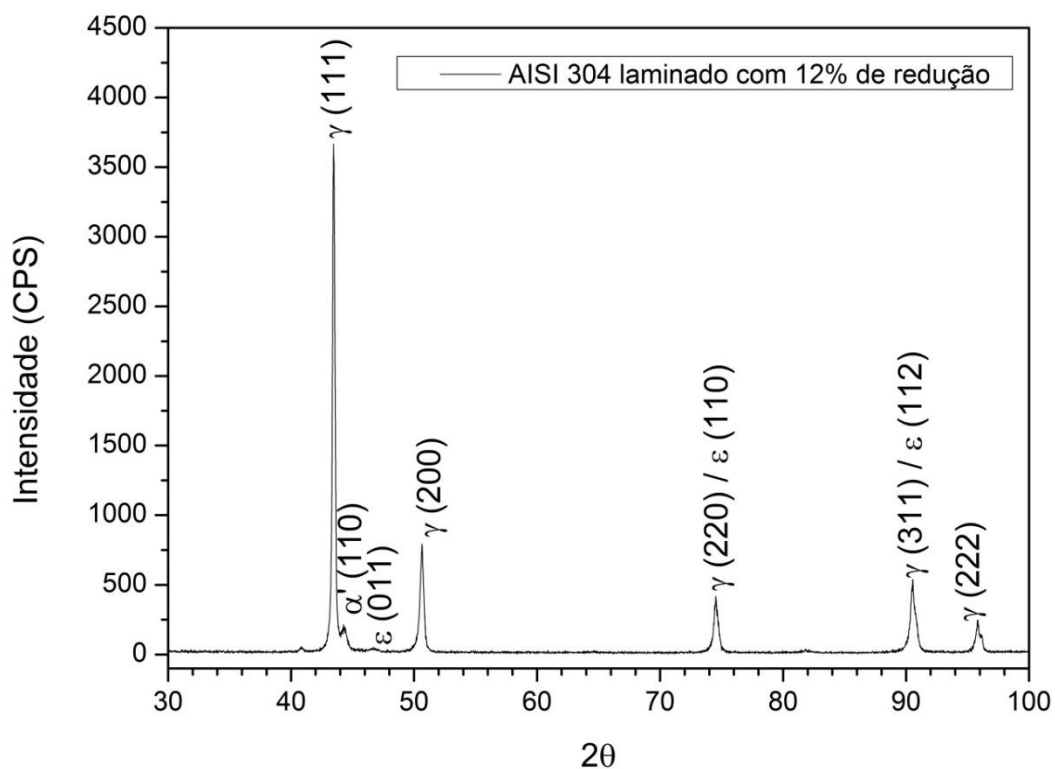
Fonte: O AUTOR

Para ambos os materiais nessa condição as figuras de difração foram obtidas de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto.

4.4.3. Amostras laminadas com 12% de redução na espessura:

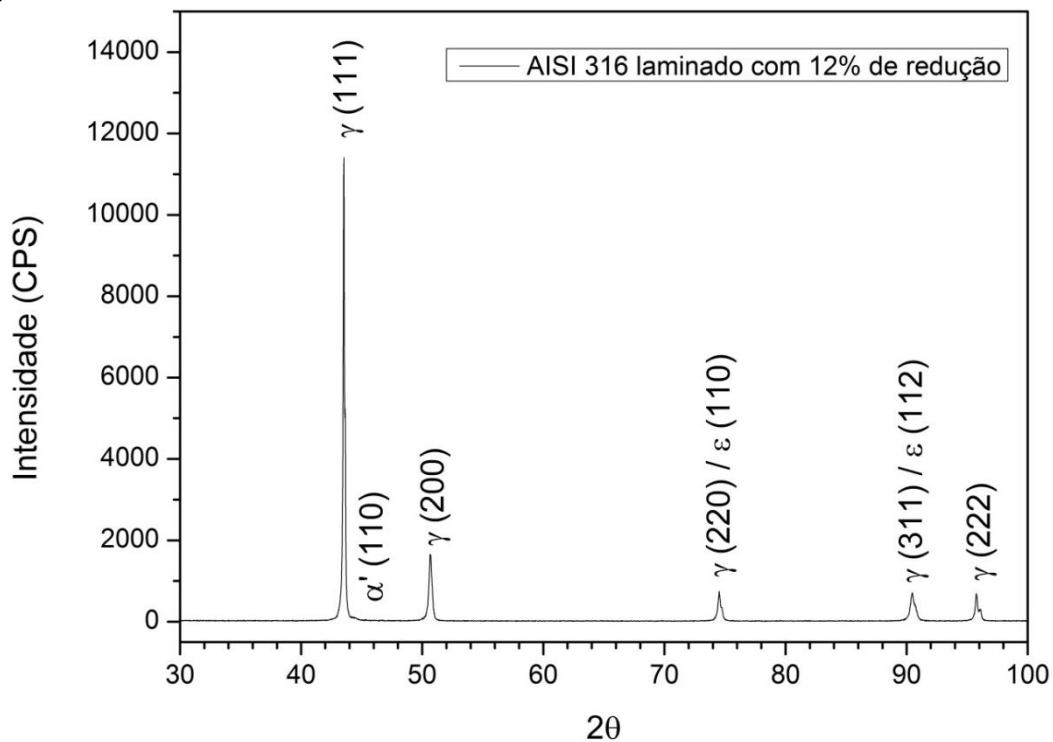
As figuras de difração resultantes desse nível de laminação mostram a transformação de parte da austenita em martensita ϵ (ângulos coincidentes com os da fase austenítica) e parte em martensita α' . Isso seria esperado, uma vez que níveis baixos de redução favorecem a formação de martensita ϵ , precursora da martensita α' .

Figura 70 - Figura de difração do aço AISI 304 laminado com 12% de redução da espessura. Radiação CuK α



Fonte: O AUTOR

Figura 71 - Figura de difração do aço AISI 316 laminado com 12% de redução da espessura. Radiação CuK α



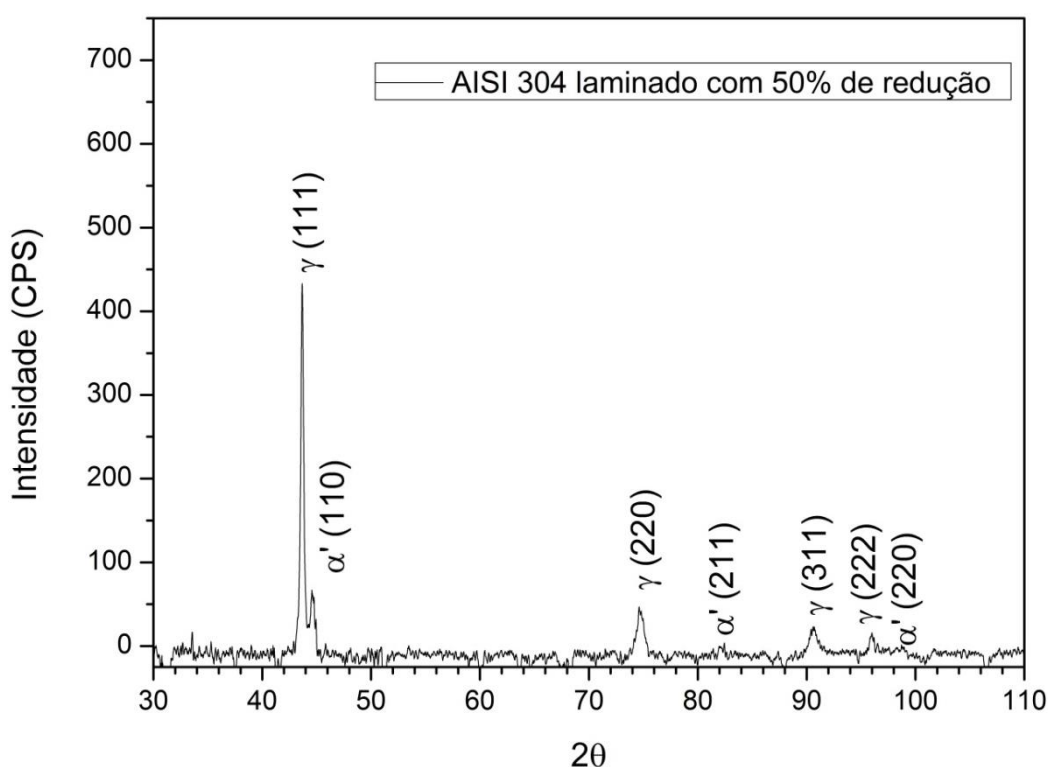
Fonte: O AUTOR

Para o aço AISI 304 nessa condição a figura de difração foi obtida de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto. Já a figura de difração do aço AISI 316 nessa condição foi obtida no modo *step scan*, com passo/tempo de 0,02s.

4.4.4. Amostras laminadas com 50% de redução na espessura:

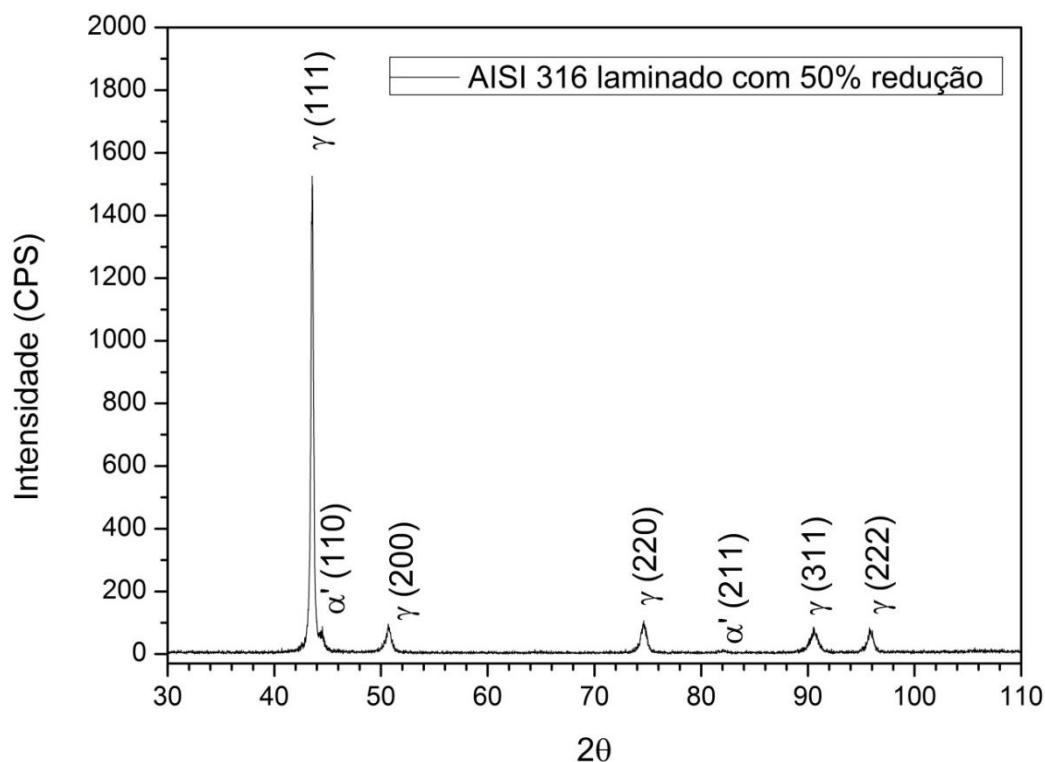
Níveis de redução de 50% de redução promoveram a formação mais acentuada de martensita α' segundo as figuras de difração a seguir. As figuras também mostram que a transformação da austenita para martensita α' foi mais pronunciada no aço AISI 304 e que toda ou quase toda a martensita ϵ contida nas amostras laminadas com menores reduções transformou-se em martensita α' .

Figura 72 - Figura de difração do aço AISI 304 laminado com 50% de redução da espessura. Radiação $\text{CuK}\alpha$



Fonte: O AUTOR

Figura 73 - Figura de difração do aço AISI 316 laminado com 50% de redução da espessura. Radiação CuK α



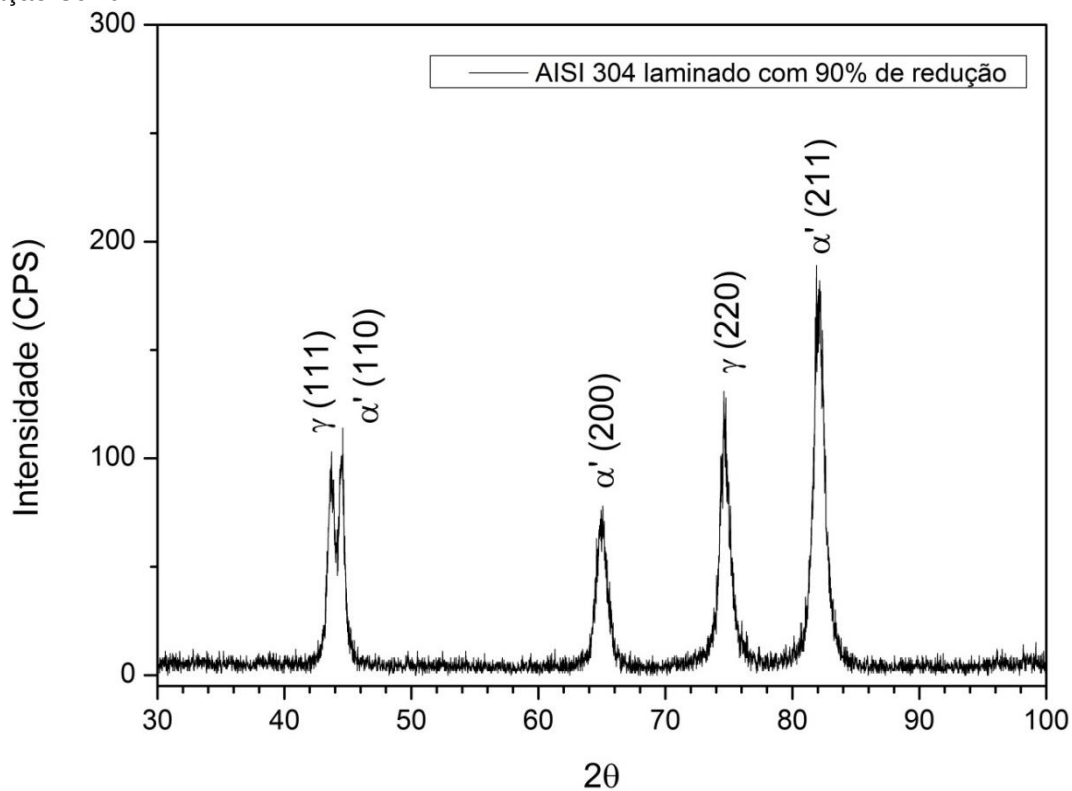
Fonte: O AUTOR

Para ambos os materiais nessa condição as figuras de difração foram obtidas de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto.

4.4.5. Amostras laminadas com 90% de redução na espessura:

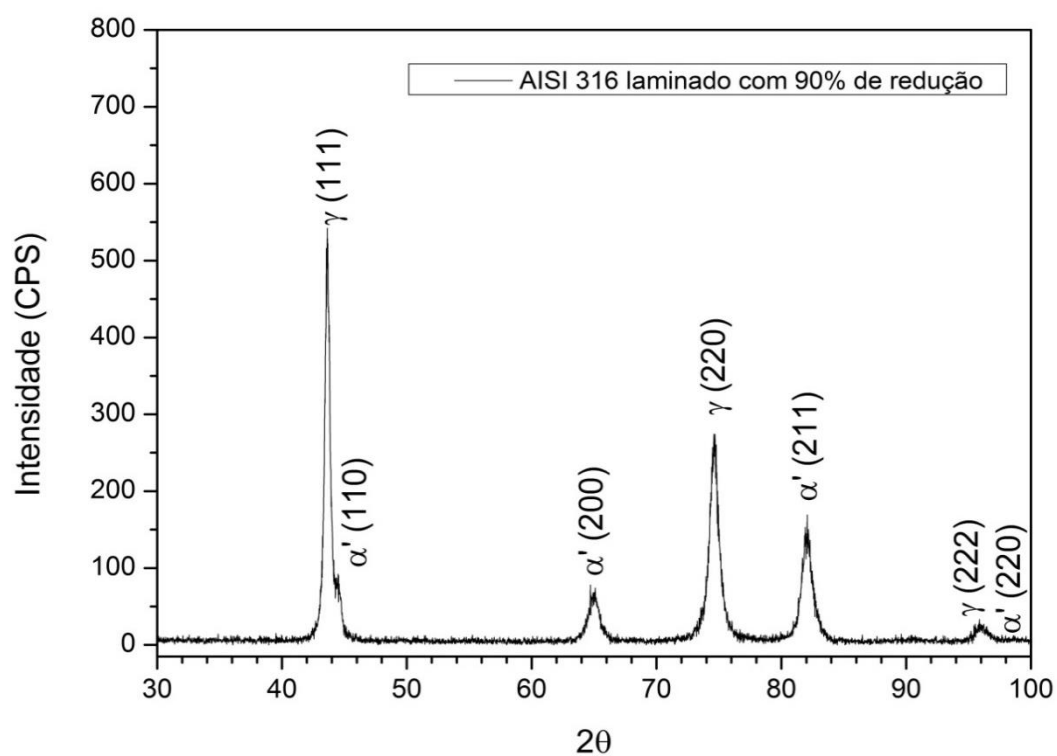
Os níveis de redução da espessura em 90% promoveram a transformação de uma altíssima fração da microestrutura austenítica em martensítica para o aço inoxidável austenítico AISI 304. Embora menos pronunciada, também ocorreu um grande aumento na fração de martensita α' induzida por deformação no aço AISI 316. Ambos os resultados estão explícitos nas figuras de difração a seguir:

Figura 74 - Figura de difração do aço AISI 304 laminado com 90% de redução da espessura. Radiação CuK α



Fonte: O AUTOR

Figura 75 - Figura de difração do aço AISI 316 laminado com 90% de redução da espessura. Radiação CuK α



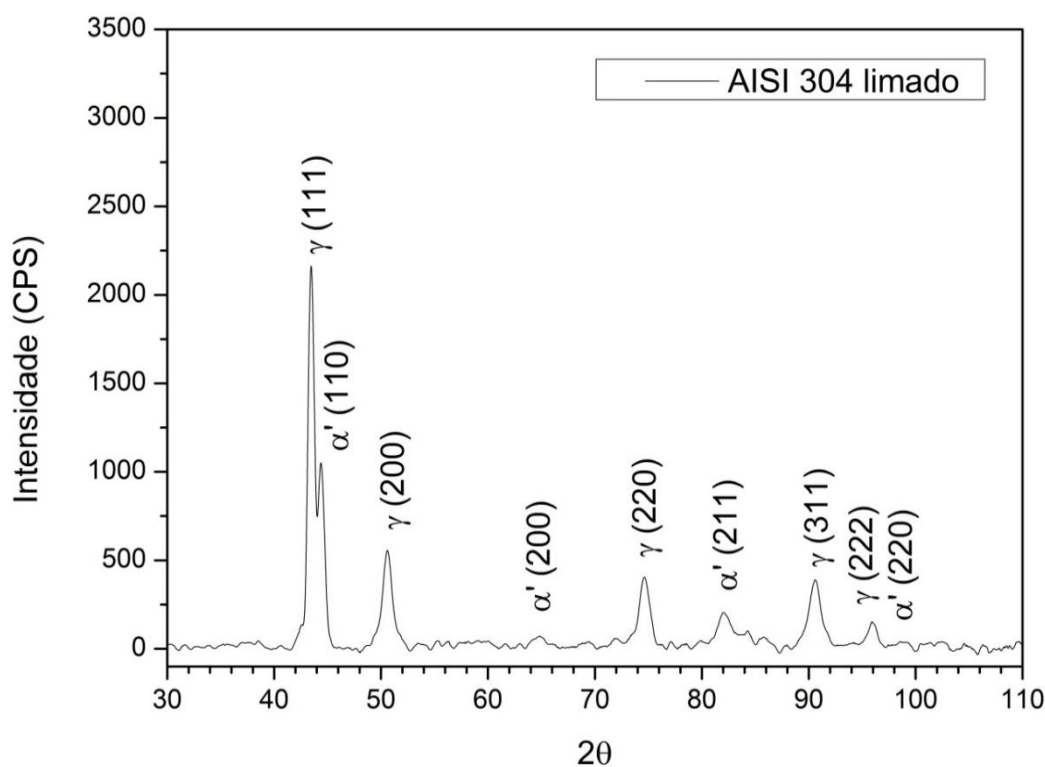
Fonte: O AUTOR

Para ambos os materiais nessa condição as figuras de difração foram obtidas de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto.

4.4.6. Amostras deformadas por limagem

A deformação do material por limagem mostrou-se bastante eficaz no que se refere à transformação de austenita para martensita α' . As figuras de difração das finas partículas resultantes da limagem são apresentadas nas Figuras 76 e 77.

Figura 76 - Figura de difração do aço AISI 304 deformado por limagem. Radiação $\text{CuK}\alpha$

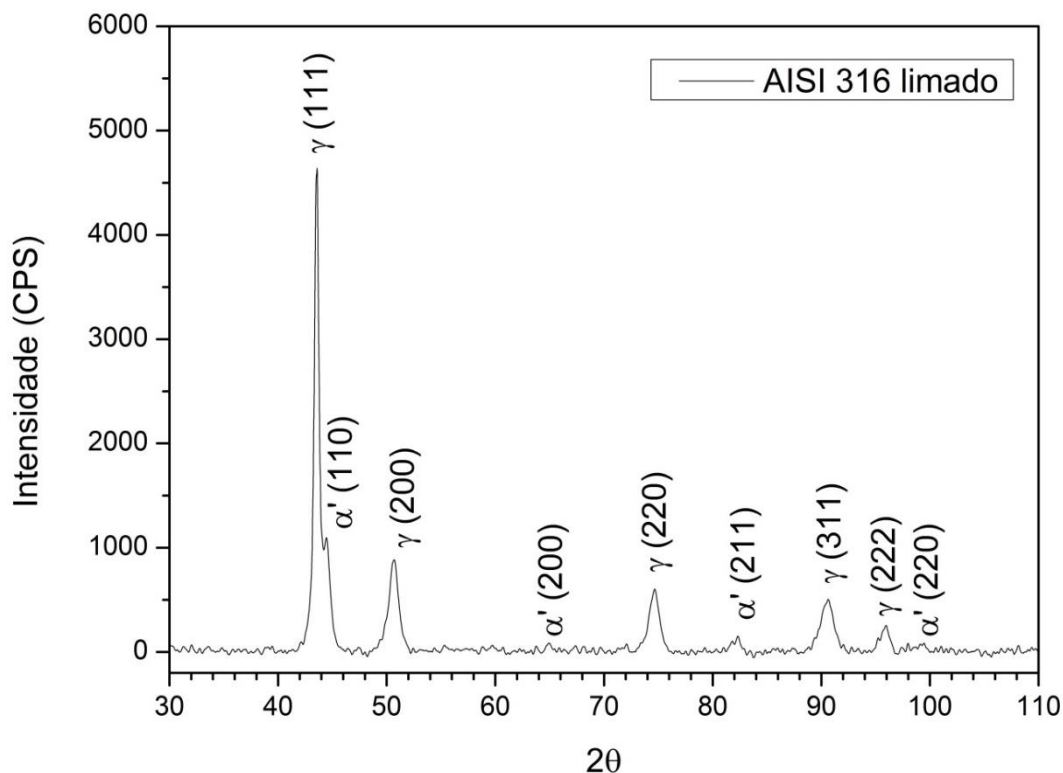


Fonte: O AUTOR

Também na deformação por limagem, a proporção de fase martensítica formada no aço AISI 316 foi inferior à proporção de fase martensítica formada no aço AISI 304, o que está explícito na Tabela 14.

Para o aço AISI 304 nessa condição a figura de difração foi obtida de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto. Já a figura de difração do aço AISI 316 nessa condição foi obtida no modo *step scan*, com passo/tempo de 0,02s.

Figura 77 - Figura de difração do aço AISI 316 deformado por limagem. Radiação CuK α



Fonte: O AUTOR

Na condição de limado, foi realizada uma estimativa por meio de quantificação das fases presentes. O mesmo não foi aplicado aos materiais deformados por outros métodos, uma vez que há uma forte textura cristalográfica resultante dos processos de laminação e compressão. A quantificação foi realizada através de indexação das fases, seguida de cálculos do fator de espalhamento, fator R e, por fim, a área do pico. O resultado consta na seguinte tabela:

Tabela 14 – Estimativa da fração de fase martensítica contida em ambos os aços

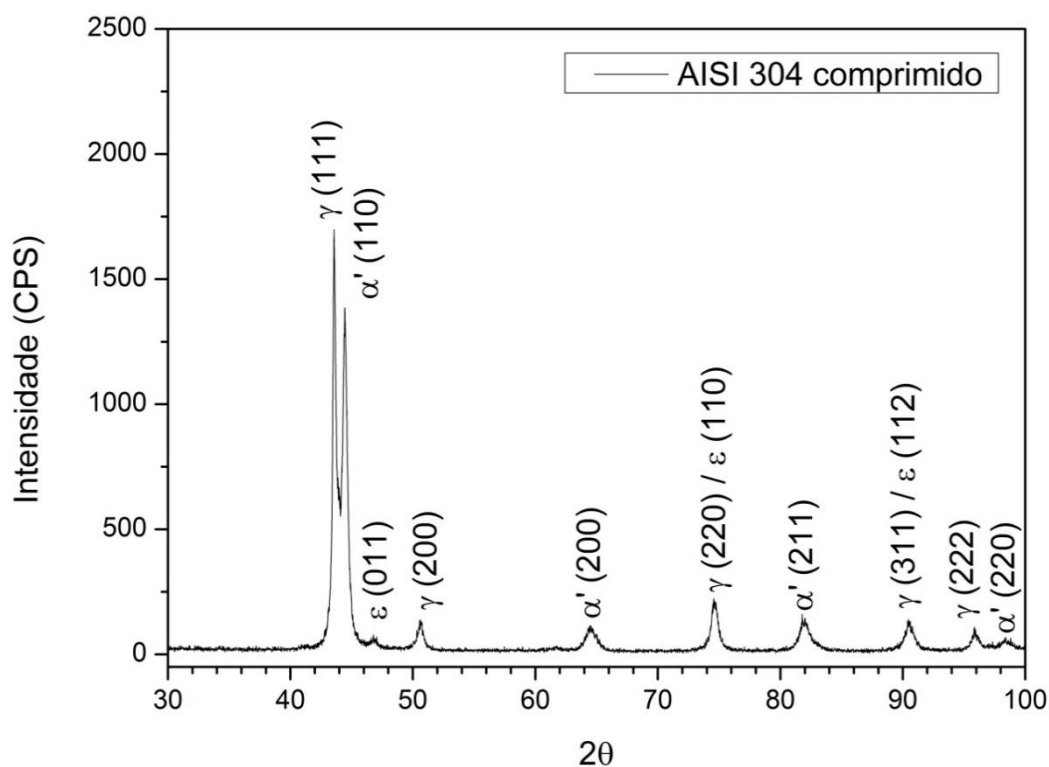
Material	Porcentagem de fase austenítica	Porcentagem de fase martensítica
AISI 304 limado	69,4	30,6
AISI 316 limado	75,5	24,5

Fonte: O AUTOR

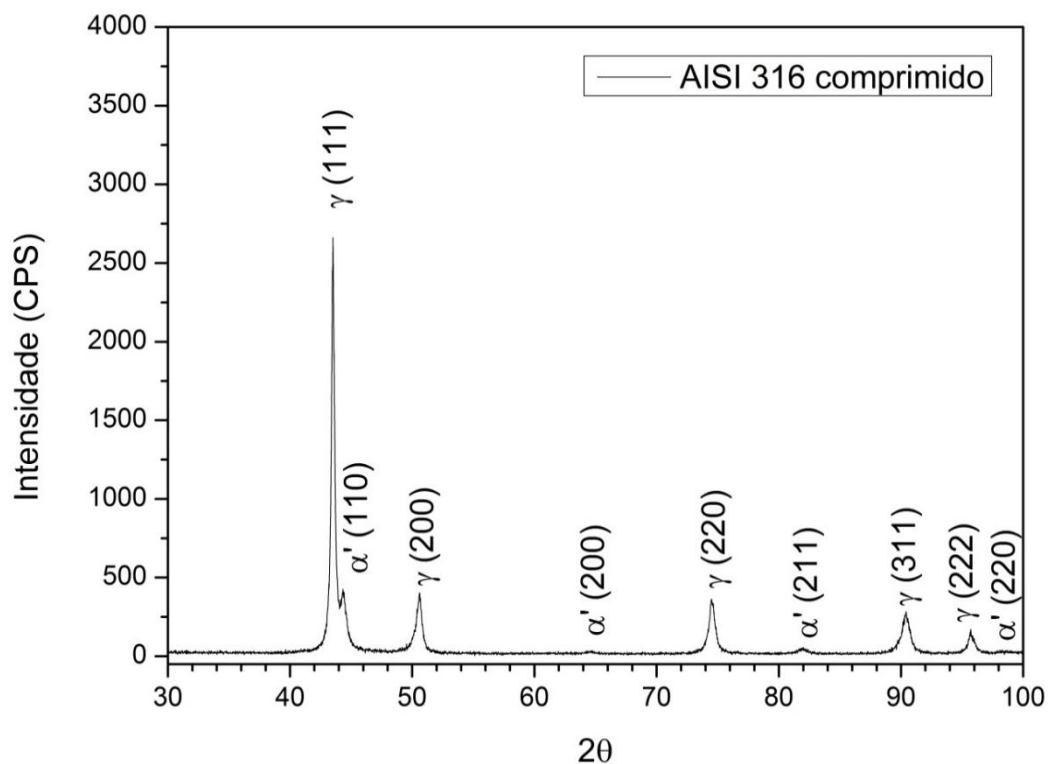
4.4.7. Amostras deformadas por compressão

A técnica de difração de raios X aplicada para as amostras deformadas por compressão também revelou alta fração de austenita transformada em martensita. Na figura de difração obtida para o aço AISI 304, diferentemente do que observou (KIM, 2015) nos seus estudos relacionados à obtenção de martensita por meio de compressão (53), ficam evidentes tanto a transformação para martensita ϵ (estrutura HC) quanto para martensita α' (estrutura CCC).

Figura 78 - Figura de difração do aço AISI 304 deformado por compressão. Radiação CuK α



Fonte: O AUTOR

Figura 79 - Figura de difração do aço AISI 316 deformado por compressão. Radiação CuK α 

Fonte: O AUTOR

Já o aço inoxidável austenítico AISI 316, mostrou-se menos propenso à transformação martensítica induzida por compressão quando comparado ao AISI 304, embora uma pequena fração de austenita tenha se transformado. É possível perceber que a diferença quantitativa na formação de fase martensítica entre os dois materiais é bastante significativa para este tipo de deformação.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nos permitem concluir que:

- A microestrutura inicial dos materiais avaliados era composta por grãos austeníticos de caráter poligonal, contendo maclas, bandas de deformação e ferrita delta alinhada à direção do processamento para obtenção dos aços. Portanto, diferente de uma microestrutura de material metálico recozido.
- Após tratamento térmico de solubilização, nem toda a ferrita delta contida na microestrutura foi dissolvida, a dureza de ambos os materiais foi reduzida e os grãos de ambos os aços apresentaram tamanho homogêneo, embora o aço inoxidável austenítico AISI 316 tenha apresentado grãos maiores quando comparados aos grãos do AISI 304.
- O aço inoxidável austenítico AISI 304 é mais difícil de ser processado durante a laminação, uma vez que sua EDE é mais baixa que a do AISI 316 segundo os valores reportados na literatura e calculados neste trabalho, o que facilita o encruamento do material.
- Durante a deformação por laminação, baixos níveis de redução na espessura promovem os maiores índices de transformação da austenita para martensita ϵ , enquanto que altos níveis de redução promovem elevado alongamento dos grãos e as maiores frações de martensita α' entre todas as condições de deformação.
- Todos os processos de deformação promovem altos índices de transformação da austenita em martensita α' para o aço inoxidável AISI 304. Por outro lado, quando submetido à compressão, o aço AISI 316 não apresenta consideráveis frações deste constituinte. Portanto, quando deformado por compressão, o aumento de dureza do aço AISI 316 deve dar-se por mecanismos clássicos de endurecimento, e não pela formação de martensita induzida por deformação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) J., H. D. E. W. M. H. B. R. Shape Memory Alloys, Metals Handbook. In: (Ed.). **Shape Memory Alloys, Metals Handbook**, v.2, 1990. p.897-902.
- (2) PAULA, A. S. et al. **Mechanical behaviour of ausformed and marformed Ti-rich Ni-Ti shape memory alloys**. Advanced Materials Forum IV - Selected, peer reviewed papers from the 4th International Materials Symposium Materiais 2007 and 8th Encontro da Sociedade Portuguesa de Materiais - SPM. Porto. 587-588: 635-639 p. 2008.
- (3) WILLIAMS, K. A.; CHIU, G. T. C.; BERNHARD, R. J. Nonlinear control of a shape memory alloy adaptive tuned vibration absorber. **Journal of Sound and Vibration**, v. 288, n. 4–5, p. 1131-1155, 12/20/ 2005. ISSN 0022-460X. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022460X05000842> >.
- (4) MACHADO, L. G.; SAVI, M. A. **Aplicações odontológicas das ligas com memória de forma**. Revista Brasileira de Odontologia. 59: 5 p. 2002.
- (5) MANTOVANI, D. Shape memory alloys: Properties and biomedical applications. **JOM**, v. 52, n. 10, p. 36-44, ISSN 1543-1851. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-000-0082-4> >.
- (6) ASUNDI, A. K. **Polarimetric sensors for strain measurement and damage detection**, 1998. 300-305 p.
- (7) ROMANO, G.; VERDEJA, J. I.; PERO-SANZ, J. A. **Aceros para Carrocerías**. Barcelona: IV Jornada sobre Materiales en la Industria de la Automoción: 15-27 p. 2000.
- (8) EMADODDIN, E.; AKBARZADEH, A.; DANESHI, G. Effect of intercritical annealing on retained austenite characterization in textured TRIP-assisted steel sheet. **Materials Characterization**, v. 57, n. 4–5, p. 408-413, 12// 2006. ISSN 1044-5803. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580306000957> >.
- (9) BHADESHIA, H. K. D. H. S., T.;. **Stainless Steels**. Março de 2016
Disponível em:
< http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2005/Stainless_steels/stainless.html >.
- (10) PADILHA, A. F. G., L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**. 3. São Paulo: 1994.
- (11) (EDS.), J. K. L. L. C. H. S. K. H. L. **Stainless Steels: An Introduction and Their Recent Developments**. 2012.
- (12) OUTOKUMPU STAINLESS, A. Handbook of Stainless Steel. **Avesta: Outokumpu Stainless AB**, 2013.
- (13) CUNAT, P.-J. **Stainless steel properties for structural automotive applications**. Paper presented on: Metal Bulletin International Automotive Materials Conference, Cologne, 21st to 23rd June, 2000. p.

- (14) WALLINDER, I. O. et al. Release rates of chromium and nickel from 304 and 316 stainless steel during urban atmospheric exposure—a combined field and laboratory study. **Corrosion Science**, v. 44, n. 10, p. 2303-2319, 2002. ISSN 0010-938X.
- (15) RAMIREZ, E.; GONZALEZ, J.; BAUTISTA, A. The protective efficiency of galvanizing against corrosion of steel in mortar and in Ca (OH) 2 saturated solutions containing chlorides. **Cement and concrete research**, v. 26, n. 10, p. 1525-1536, 1996. ISSN 0008-8846.
- (16) CASTRO, H. et al. Mechanical properties and corrosion behaviour of stainless steel reinforcing bars. **Journal of materials processing technology**, v. 143, p. 134-137, 2003. ISSN 0924-0136.
- (17) MANI, G. et al. Coronary stents: a materials perspective. **Biomaterials**, v. 28, n. 9, p. 1689-1710, 2007. ISSN 0142-9612.
- (18) TOO, C. H. **Sensitisation of Austenitic Stainless Steels**. 2002. 56 Mestrado Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge.
- (19) SONG, M.; GUAN, K. Failure analysis of a weld-decayed austenitic stainless steel. **Engineering Failure Analysis**, v. 18, n. 6, p. 1613-1618, 9// 2011. ISSN 1350-6307. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350630711001439> >.
- (20) ANTUNES, A. E. B.; ANTUNES, L. M. D. Comportamento plástico do aço inoxidável austenítico em baixa temperatura. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, p. 141-147, 2007. ISSN 0370-4467. Disponível em: < http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0370-44672007000100022&nrm=iso >.
- (21) BRESCIANI FILHO, E. **Conformação Plástica dos Metais**. 4. Campinas, SP.: 1991.
- (22) HANUMAREDDY, T. et al. Evaluation of solution treated Ti-15-3 alloy for naval fastener applications. **Journal of Corrosion Science and Engineering**, v. 18, n. 2015, 2015. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84950260686&partnerID=40&md5=63d402a78c031b5d9de5fae26495eff3> >.
- (23) KLÖCKNER & CO, D. D. A. **Manual técnico do aço inoxidável** 2013.
- (24) DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 1967.
- (25) MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical behavior of materials**. Cambridge university press Cambridge, 2009.
- (26) REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, R. **Physical metallurgy principles**. 1973.
- (27) PADILHA, A. F.; JUNIOR, F. S. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. ABM, 2005. ISBN 858677880X.
- (28) MURR, L. E. **Interfacial phenomena in metals and alloys**. United States: Addison-Wesley Publishing Company, 1975.

- (29) ZHANG, H. W. et al. Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. **Acta Materialia**, v. 51, n. 7, p. 1871-1881, 4/18/ 2003. ISSN 1359-6454. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645402005943> >.
- (30) SCHRAMM, R. E.; REED, R. P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n. 7, p. 1345-1351, ISSN 1543-1940. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1007/BF02641927> >.
- (31) RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. **Transformações de fase**. Artliber, 2007. ISBN 8588098369.
- (32) WARLIMONT, H. et al. Thermoelasticity, pseudoelasticity and the memory effects associated with martensitic transformations. **Journal of Materials Science**, v. 9, n. 9, p. 1545-1555, ISSN 1573-4803. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1007/BF00552941> >.
- (33) WILSON, E. The $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation in low carbon irons. **ISIJ international**, v. 34, n. 8, p. 615-630, 1994. ISSN 0915-1559.
- (34) BHADESHIA, H. K. D. H. In: THE UNIVERSITY PRESS, C. (Ed.). **Bainite in steels. Transformations, microstructure and properties**. 2. London, U.K., 2001. cap. 2, p.42 – 60.
- (35) LO, K. H.; LAI, J. K. L. On the cryogenic magnetic transition and martensitic transformation of the austenite phase of 7MoPLUS duplex stainless steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, n. 16, p. 2335-2339, 8// 2010. ISSN 0304-8853. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304885310001411> >.
- (36) KRAUSS, G. Martensite in steel: strength and structure. **Materials Science and Engineering: A**, v. 273–275, p. 40-57, 12/15/ 1999. ISSN 0921-5093. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509399002889> >.
- (37) HERRERA, C.; PLAUT, R.; PADILHA, A. F. **Microstructural refinement during annealing of plastically deformed austenitic stainless steels**. Materials science forum: Trans Tech Publ, 2007. 423-428 p.
- (38) MARTINS, L. F. M.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Effect of Carbon on the Cold-worked State and Annealing Behavior of Two 18wt%Cr–8wt%Ni Austenitic Stainless Steels. **ISIJ International**, v. 38, n. 6, p. 572-579, 1998.
- (39) TAVARES, S. S. M. et al. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 180, n. 1–3, p. 318-322, 12/1/ 2006. ISSN 0924-0136. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013606006649> >.
- (40) OLSON, G. B.; COHEN, M. A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC $\rightarrow$ HCP transformation. **Metallurgical Transactions A**, v. 7, n. 12, p. 1897-1904, ISSN 1543-1940. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1007/BF02659822> >.
- (41) GALINDO, A. N.; BELLO, J. F. A. Effects of cold rolling deformation on microstructure in 18/8 grade stainless steel. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 109, n. 1, p. 012012, 2016. ISSN 1757-899X. Disponível em: < <http://stacks.iop.org/1757-899X/109/i=1/a=012012> >.

- (42) TSAY, L. W. et al. Hydrogen-enhanced cracking of 2205 duplex stainless steel. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 30, n. 12, p. 1228-1236, 2007. ISSN 1460-2695. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1111/j.1460-2695.2007.01191.x> >.
- (43) DAS, A. Spatial Martensite. **Materials Science and Engineering: A**, v. 658, p. 484-489, 3/21/2016. ISSN 0921-5093. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509316300703> >.
- (44) PADILHA, A. F. S. J., F. Textura cristalográfica. In: (Ed.). **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo, SP: Associação brasileira de metalurgia e materiais – ABM, 2005. cap. 12, p.181 – 216.
- (45) LIMA, N. B. L., L. M. G.; PADILHA, A. F. Texturas de recristalização. In: (Ed.). **Textura e Relações de Orientação**. São Paulo, SP: TWA Studio Gráfico, 2003. cap. 7, p.107-128.
- (46) TSCHIPTSCHIN, A. P. G., C. M. Textura e relações de orientações em camadas obtidas por nitretação superficial de aços inoxidáveis em alta temperatura. In: (Ed.). **Textura e Relações de Orientação**. São Paulo, SP: TWA Studio Gráfico, 2003. cap. 16, p.309 – 328.
- (47) DARRIEULAT, M.; DRIVER, J. Introduction au thème: Les hétérogénéités de déformation plastique: aspects microscopiques et macroscopiques: Hétérogénéités et déformation plastique. **Revue de métallurgie(Paris)**, v. 94, n. 9, 1997. ISSN 0035-1563.
- (48) SANDIM, H. Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica. **Textura e Relações de Orientação, EPUSP**, p. 11-22, 2001.
- (49) LTD., A. R. B. M. C. Aço Inoxidável Tipos 316 e 316L. 2016. Disponível em: < <http://www.brownmac.com/products/stainless-steel-plate/Stainless-Steel-316-and-316l-portuguese.aspx> >.
- (50) AGUIAR, D. J. M. D. **Estudo da formação e reversão de martensita induzida por deformação na austenita de dois aços inoxidáveis dúplex**. 2012. Universidade de São Paulo
- (51) ZIMMERMANN, A. J. D. O. **Encruamento, recristalização e textura cristalográfica de zircônio puro e da liga Zircaloy-4**. 2013. 99 páginas (Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.
- (52) MACHADO, I. F.; PADILHA, A. F. **Effects of the addition of high nitrogen contents on the microstructure of 25% Cr-5% Ni ferritic-austenitic duplex stainless steel (DIN wr. nr. 1.4460)**. Materials Science Forum: Trans Tech Publ, 2003. 1213-1218 p.
- (53) KIM, H. et al. Dynamic tension–compression asymmetry of martensitic transformation in austenitic Fe–(0.4, 1.0)C–18Mn steels for cryogenic applications. **Acta Materialia**, v. 96, p. 37-46, 9/1/ 2015. ISSN 1359-6454. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645415004048> >.
- (54) HAINES, R. **Optical Microscopy of Materials**. Glasgow: International Textbook Company, 1984.
- (55) PADILHA, A. F. F., F.A. **Técnicas de análise microestrutural**. São Paulo, Brasil: 2004.

- (56) J., K. H. B. F. W. **Microscopia Eletrônica de Transição e Varredura**. São Paulo-SP: Associação Brasileira de Metais, 1994.
- (57) CRUZ, H. et al. Quantification of the microconstituents formed during solidification by the Newton thermal analysis method. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 178, n. 1–3, p. 128-134, 9/14/ 2006. ISSN 0924-0136. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013606002925> >.
- (58) PINTO, A.; LOPES, A. A utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura. **TSCIPTSCHIN et al. Textura e Relações de Orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão**. São Paulo, p. 297-311, 2001.
- (59) INTERNATIONAL, A. **ASTM E – 112 – Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. West Conshohocken, PA 2005.
- (60) CULLITY, B. D.; WEYMOUTH, J. W. Elements of X-ray Diffraction. **American Journal of Physics**, v. 25, n. 6, p. 394-395, 1957. ISSN 0002-9505.
- (61) GUINIER, A. **X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies**. Courier Corporation, 1994. ISBN 0486680118.
- (62) JENKINS, R. S., R.L. Anisotropic distortions of the diffraction pattern. In: INTERSCIENCE, W. (Ed.). **Introduction to X ray powder diffraction**. USA, 1996. cap. 3, p.85.
- (63) HE, J.; SCHOENUNG, J. M. Nanostructured coatings. **Materials Science and Engineering: A**, v. 336, n. 1–2, p. 274-319, 10/25/ 2002. ISSN 0921-5093. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509301019864> >.
- (64) MORAIS, N. W. S.; VIANA, N. F.; DE ABREU, H. F. G. Comparação entre as técnicas de segmentação de imagens, difração de raios x e ferritoscopia na quantificação da martensita induzida por deformação no aço AISI 301L. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 16, p. 836-841, 2011. ISSN 1517-7076. Disponível em: < http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1517-70762011000400005&nrm=iso >.
- (65) **Standard Test Methods for Permeability of Weakly Magnetic Materials - A342 / A342M - 14**. ASTM International 2014.
- (66) INTERNATIONAL, A. **ASTM E384 - 11e1 Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials**. West Conshohocken, PA 2005.
- (67) ZHAO, X. et al. Recrystallization and Grain Growth of 316L Stainless Steel Wires. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45, n. 8, p. 3446-3453, 2014. ISSN 1543-1940. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-014-2305-2> >.
- (68) RENARD, K.; JACQUES, P. J. On the relationship between work hardening and twinning rate in TWIP steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 542, p. 8-14, 4/30/ 2012. ISSN 0921-5093. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509312001839> >.