

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

MAICON ROGERIO CRIVOI

**ESTUDO *IN SITU* DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA EM AÇOS
INOXIDÁVEIS AISI 430 E AISI 316L UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON**

PONTA GROSSA
2018

MAICON ROGERIO CRIVOI

**ESTUDO *IN SITU* DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA EM AÇOS
INOXIDÁVEIS AISI 430 E AISI 316L UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON**

Dissertação de Mestrado apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e
Ciência de Materiais da Universidade Estadual
de Ponta Grossa. Área de Concentração:
Processamento de Materiais.

Orientador:
Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

Coorientador:
Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar

PONTA GROSSA
2018

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

C936 Crivoi, Maicon Rogerio

Estudo in situ da deformação
criogênica em aços inoxidáveis AISI 430
e AISI 316L utilizando radiação
síncrotron/ Maicon Rogerio Crivoi. Ponta
Grossa, 2018.
90f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e
Ciência de Materiais - Área de
Concentração: Desenvolvimento e
Caracterização de Materiais), UEPG.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo
Mitsuyuki Cintho.

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

1.Deformação criogênica. 2.Tração
uniaxial. 3.Difração de raios X. 4
.Temperatura criogênica. 5.Propriedades
mecânicas. I.Cintho, Osvaldo Mitsuyuki.
II. Aguiar, Denilson José Marcolino de.
III. UEPG. Mestrado em Engenharia e
Ciência de Materiais. IV. T.

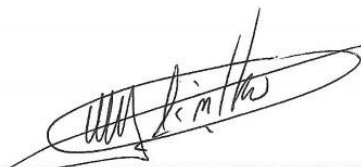
CDD: 620.11

MAICON ROGERIO CRIVOI

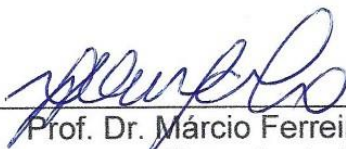
**ESTUDO *IN SITU* DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA EM AÇOS
INOXIDÁVEIS AISI 430 E AISI 316L UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON**

Dissertação aprovada como requisito para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de Concentração: Processamento de Materiais.

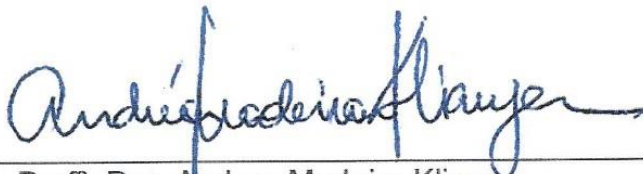
Ponta Grossa, 23 de fevereiro de 2018.



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho (Orientador)
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)



Prof. Dr. Márcio Ferreira Hupalo
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)



Profª. Dra. Andrea Madeira Kliaugá
Doutora em Engenharia Mecânica Ênfase Em Materiais
Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR)

A Deus, por me guiar em pensamentos. Ao meu Pai, onde quer que ele esteja, sempre estará comigo. A minha família, pela paciência e carinho nestes anos e a minha querida esposa Kelly, por toda a dedicação e compreensão.

AGRADECIMENTOS

Aos meus orientadores, Prof. Doutor Osvaldo Mitsuyuki Cintho e Prof. Doutor Denilson J. M. de Aguiar por toda a ajuda e demonstração de força de vontade, pela excelente orientação, apontando os melhores caminhos, dando estímulos para o desenvolvimento deste trabalho e pela amizade demonstrada nesses anos.

Aos professores Márcio e Selaucio pelas conversas e orientações em momentos difíceis.

A todos os professores do Departamento de Engenharia de Materiais e todos os colaboradores da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Pessoas que, dentro e fora da sala de aula, colaboraram para que fosse possível realizar todos os trabalhos necessários para a conclusão destes estudos.

Aos meus amigos Marcel, Maxwell, Joéverton e Namur pelo companheirismo, pelas horas de dedicação e auxílios com testes e demais trabalhos, pela paciência e pela amizade.

Ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais – CNPEM e toda equipe técnica, pelo uso das instalações e equipamentos, hospedagem e apoio na realização dos experimentos, em especial aos amigos Joel e Leonardo.

A todos aqueles, que embora não citados nominalmente, contribuíram direta e indiretamente para a execução deste trabalho.

RESUMO

Dois aços inoxidáveis (AISI430 ferrítico e AISI316L austenítico) foram analisados por testes de tração uniaxial às temperaturas ambiente e criogênica, com taxas de deformação controladas para ambos os metais. Utilizou-se o equipamento Synchrotron Gleeble®, capaz de realizar medições de difração de raios X *in situ*, controlando a temperatura da amostra, a condição de tensão / tração, bem como a atmosfera da câmara e permitindo também a injeção de nitrogênio líquido diretamente sobre a amostra com excelente versatilidade e reprodutibilidade. Os testes foram realizados em um sistema de simulação termomecânica avançado, XTMS, localizado Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais - CNPEM - Campinas, SP, Brasil. A caracterização foi realizada por meio de imagens MEV e XRD *in situ*. As fotomicrografias e os resultados dos ensaios de tração mostram que o aço AISI 430 apresenta uma fratura dúctil à temperatura ambiente e fratura frágil a temperatura criogênica com aumento da resistência. Os resultados do aço AISI 316L evidenciam que o material tem uma fratura dúctil em ambas as condições. Para este mesmo metal, o alongamento a ambas as temperaturas foi praticamente o mesmo, mas a resistência à tração no ambiente criogênico foi muito maior. Este comportamento pode estar associado ao efeito TRIP, o que está de acordo com os dados XRD, uma vez que os picos de martensita α' induzida por deformação são evidenciados.

Palavras-chave: Deformação criogênica, tração uniaxial, difração de raios X, temperatura criogênica, propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Two stainless steels (AISI430 ferritic and AISI316L austenitic) were analyzed by uniaxial tensile tests at room and cryogenic temperatures, with controlled strain rates for both metals. The Gleeble® Synchrotron system was used; it is capable to perform X-ray diffraction measurements *in situ*, controlling the sample temperature, controlling the stress / strain condition, as well as the chamber atmosphere, and also allowing the injection of liquid nitrogen directly into the sample with excellent versatility and reproducibility. The tests were performed in an advanced thermo mechanical simulation system, XTMS, located in the National Center for Research in Energy and Materials - CNPEM - Campinas, SP, Brazil. The characterization was performed by means of SEM images and *in situ* XRD. The photomicrographs and the results of the tensile tests show that AISI 430 steel presents a ductile fracture at room temperature and fragile fracture at cryogenic temperature with resistance increasing. The results of the AISI 316 L steel show that the material has a ductile fracture in both conditions. For this same metal, the elongation at both temperatures was practically the same, but the tensile strength in the cryogenic environment was much higher. This behavior may be associated with the TRIP effect, which agrees with the XRD data, since peaks of α' strain induced martensite are evidenced.

Keywords: Cryogenic deformation, uniaxial traction, X-ray diffraction, cryogenic temperature, mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Possíveis modificações de composição química a partir do aço inoxidável austenítico 304.	20
Figura 2 – Diagrama de Schaeffler mostrando os campos de composição das principais famílias de aços inoxidáveis.....	21
Figura 3 – Esquema representativo da distribuição das discordâncias em grãos encruados comparado a imagens reais obtidas por meio de Microscopia Eletrônica de Transmissão: (a) representação do arranjo planar, para metais de baixa EDE e (b) representação do arranjo celular, para metais de alta EDE, (c) imagem real: arranjo de discordâncias homogeneamente distribuídas, como num grão de baixa EDE, (d) imagem real: arranjo celular de discordâncias, como num grão de alta EDE.	27
Figura 4 – Formação de defeitos de empilhamento em baixas taxas de deformação, com deformação total de 25%. Direção do feixe [011]	31
Figura 5 – Formação da variante secundária de maclas em altas taxas de deformação, as quais parecem nuclear no contorno da 1ª variante. Sobreposição dos defeitos de empilhamento em planos sucessivos da família {1 1 1} da austenita, com deformação total de 25%, direção do feixe [011]	31
Figura 6 – Formação da martensita épsilon (ϵ) em altas taxas de deformação. Sobreposição dos defeitos de empilhamento a cada 2 planos sucessivos da família {1 1 1} da austenita, com deformação total de 25%, direção do feixe $110cfc // [1210] hc$	32
Figura 7 – Esquema representativo da formação de microvazios em fratura tipo taça-cone.....	36
Figura 8 – Perfil esquemático de fratura transgranular (superior) e intragranular (inferior)	37
Figura 9 – Principais mecanismos de formação de microcavidades. (a) microvazios; (b) mecanismo de formação de microtrincas; (c) mecanismo de Zener-Stroh	38
Figura 10 – Relação entre a deformação causada por tensões uniformes e não-uniformes e o deslocamento e alargamento dos picos de difração	39
Figura 11 – Anel de Luz Síncrotron LNLS/CNPEM	41

Figura 12 – Esquema ilustrativo da disposição das linhas de luz ao redor do anel de armazenamento.....	42
Figura 13 – Fluxograma do processo e locais de realização das etapas e técnicas utilizadas no estudo.....	44
Figura 14 – Laminador Fenn, instalado no Laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, PR	45
Figura 15 – Corpo de prova utilizado. Dimensões em (mm)	46
Figura 16 – Adaptação para melhor acomodação do corpo de prova.....	46
Figura 17 – Anel de luz síncrotron com detalhe de localização da linha XRD1	49
Figura 18 – Detalhe da parte superior da câmara da Gleeble 3S50®	50
Figura 19 – Detalhe do interior da câmara da Gleeble e do dispositivo de acomodação da amostra	51
Figura 20 – Micrografia do aço AISI 316L na direção normal à laminação. Ataque: Carpenter; tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recristalização: 1100 °C; tempo: 30 minutos	55
Figura 21 – Micrografia do aço AISI 316L na direção longitudinal à laminação. Ataque: Carpenter; tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recozimento: 1100 °C durante 30 minutos	56
Figura 22 – Micrografia do aço AISI 316L na direção transversal à laminação. Ataque: Carpenter; tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recozimento: 1100 °C durante 30 minutos	56
Figura 23 – Micrografia do aço AISI 316L na direção normal à laminação. Ataque: Beraha II (modificado); tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recozimento: 1100 °C durante 30 minutos	57
Figura 24 – Micrografia do aço AISI 430 na direção normal à laminação. Ataque: Vilella (modificado); tempo de imersão 1 a 1,5 minutos; Temperatura de recozimento: 790 °C durante 30 minutos	58
Figura 25 – Micrografia do aço AISI 430 na direção longitudinal à laminação. Ataque: Vilella (modificado); tempo de imersão 1 a 1,5 minutos; Temperatura de recozimento: 790 °C durante 30 minutos	59
Figura 26 – Micrografia do aço AISI 430 na direção transversal à laminação. Ataque: Vilella (modificado); tempo de imersão 1 a 1,5 minutos; Temperatura de recozimento: 790 °C durante 30 minutos	59

Figura 27 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação de engenharia para o aço AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K)	60
Figura 28 – Curva tensão <i>versus</i> deformação verdadeira para o aço AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)	61
Figura 29 – Curva tensão <i>versus</i> deformação verdadeira para o aço AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)	61
Figura 30 – Curvas tensão <i>versus</i> deformação de engenharia para o aço AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K)	63
Figura 31 – Curva tensão <i>versus</i> deformação verdadeira para o aço AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K)	63
Figura 32 – Curva tensão <i>versus</i> deformação verdadeira para o aço AISI 430 ensaiado à temperatura criogênica (77K)	64
Figura 33 – Fractografia das amostras de aço inoxidável AISI 316L ensaiadas a temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K), respectivamente.	67
Figura 34 – Fractografia de amostra de aço inoxidável AISI 430 deformado em temperaturas ambiente (293K) e criogênica (77K), respectivamente.....	68
Figura 35 – Mapa de difração para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K).	69
Figura 36 – Mapa de difração para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)	69
Figura 37 – Variação da fração volumétrica para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)	70
Figura 38 – Variação da fração volumétrica para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K).....	71
Figura 39 – Variação do tamanho de cristalito para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)	73
Figura 40 – Variação do tamanho de cristalito para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K).....	73
Figura 41 – Microdeformação de planos de austenita para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)	75
Figura 42 – Microdeformação de planos de austenita para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K).....	75
Figura 43 – Mapa de difração para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K).....	76

Figura 44 – Mapa de difração para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura criogênica (77K)	77
Figura 45 – Variação do tamanho de cristalito para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K)	78
Figura 46 – Microdeformação dos planos (110) e (200) para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K)	79
Figura 47 – Microdeformação dos planos (110) e (200) para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura criogênica (77K)	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Substâncias que podem ser utilizadas para ensaios em baixas temperaturas.	25
Tabela 2 – Composição química das amostras utilizadas - aços inoxidáveis AISI 316L (austenítico) e AISI 430 (ferrítico) obtida por meio de espectrômetro de emissão ótica. Valores expressos em %	44
Tabela 3 – Composições químicas padrões dos aços inoxidáveis AISI 316L (austenítico) e AISI 430 (ferrítico). Valores máximos expressos em %	45
Tabela 4 – Temperaturas e tempos de recozimento para as amostras estudadas.....	47
Tabela 5 – Reagentes químicos utilizados para ataque das amostras estudadas.....	48
Tabela 6 – Expoentes de encruamento calculados por meio de ajustes feitos a partir da equação de Hollomon das curvas tensões versus deformações verdadeiras dos ensaios realizados em temperatura ambiente e criogênica. Cálculos efetuados pelo método analítico para os trechos válidos de deformação e regiões indicadas na tabela.	62
Tabela 7 – Expoentes de encruamento calculados por meio de ajustes feitos a partir da equação de Hollomon das curvas tensões versus deformações verdadeiras dos ensaios realizados em temperatura ambiente e criogênica. Cálculos efetuados pelo método analítico para os trechos válidos de deformação e regiões indicadas na tabela.	65
Tabela 8 – Resultados de propriedades mecânicas obtidas nos testes de tração em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K).....	65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI	American Iron and Steel Institute
CCC	Cúbica de Corpo Centrado (estrutura)
CFC	Cúbica de Face Centrada (estrutura)
CNPEM	Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais
DPD	Deformação Plástica Dinâmica (do inglês <i>dynamic plastic deformation</i>)
EDE	Energia de defeito de empilhamento (no inglês, é denominada SFE - <i>Stacking Fault Energy</i>).
FWHM	Largura à meia altura (do inglês, <i>full width at half maximum</i>)
HC	Hexagonal Compacta (estrutura)
LNLS	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
LNNano	Laboratório Nacional de Nanotecnologia
MEV/FEG	Microscópio eletrônico de varredura com efeito de campo (do inglês, <i>Field Emission Gun</i>)
SPD	Deformação plástica severa (do inglês <i>severe plastic deformation</i>)
TRIP	Plasticidade induzida por transformação de fase (do inglês, <i>Transformation Induced Plasticity</i>)
TWIP	Plasticidade induzida por maclagem (do inglês, <i>Twinning Induced Plasticity</i>)
XRD1	Uma das linhas do anel Síncrotron. Nela estão instalados diversos equipamentos que utilizam a fonte.
XTMS	Estação da linha XRD1 do anel Síncrotron, onde está instalada o equipamento da Gleeble® (do inglês, <i>X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation Station</i>)

SUMÁRIO

1 OBJETIVOS	15
1.1 Objetivo Geral	15
1.2 Objetivos Específicos	15
2 INTRODUÇÃO	16
3 REVISÃO DA LITERATURA	18
3.1 Aços Inoxidáveis	19
3.1.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos	22
3.1.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos	23
3.2 Temperatura Criogênica	24
3.3 Mecanismos De Deformação Plástica	25
3.4 Transformação Martensítica	28
3.4.1 Generalidades sobre a transformação	28
3.4.2 A instabilidade da austenita perante a deformação	29
3.4.3 Deformação plástica e nucleação da martensita induzida por deformação	30
3.4.4 O efeito TRIP em aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis	33
3.5 Deformação Criogênica E Recuperação Dinâmica	34
3.6 Fratura	35
3.7 Difração De Raios X	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS	44
4.1 Preparação Das Amostras	45
4.1.1 Recozimento	47
4.1.2 Metalografia	47
4.1.3 Linha XTMS – Ensaio mecânico e Difração de Raios X in situ	48
4.1.4 Ensaio de Tração	52
4.1.5 Análise da superfície de fratura – MEV/FEG	54
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	55
5.1 Caracterização Inicial Dos Materiais	55
5.1.1 AISI 316L	55
5.1.2 AISI 430	58
5.2 Ensaio De Tração	60

5.3 Fractografia	66
5.4 Difração De Raios X Utilizando Radiação Síncrotron	68
5.4.1 AISI 316L	68
5.4.2 AISI 43°	76
6 CONCLUSÕES	81
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
REFERÊNCIAS	84

1 OBJETIVOS

1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho foi a avaliação *in situ* do efeito da temperatura no comportamento mecânico do aço inoxidável ferrítico AISI 430 e do aço inoxidável austenítico AISI 316L submetidos a deformações uniaxiais.

1.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste trabalho foram:

- 1) Avaliar o comportamento mecânico do aço inoxidável ferrítico AISI 430 e do aço inoxidável austenítico AISI 316L submetidos a deformações uniaxiais em temperatura ambiente e criogênica;
- 2) Avaliar os efeitos da temperatura criogênica no mecanismo de fratura destes aços em comparação com a fratura em temperatura ambiente;
- 3) Avaliar efeitos da temperatura de deformação na evolução de parâmetros de difração de raios X obtidos *in situ*, para os mesmos aços;
- 4) Avaliar os efeitos da temperatura de deformação na formação de martensita α' induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 316L.

2 INTRODUÇÃO

Estudos sobre a deformação de metais em temperaturas criogênicas têm sido referenciados com frequência na atualidade. Estes materiais, quando deformados a temperaturas próximas de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, apresentam, em determinadas situações, aumentos significativos em algumas propriedades, tais como o alongamento e a resistência à tração.

Acredita-se que este fenômeno possa estar associado ao fato de que as deformações criogênicas induzem a um refino microestrutural mais efetivo, devido à inibição parcial da recuperação dinâmica e à indução do mecanismo de maclação mecânica.

No presente trabalho será realizada uma breve abordagem sobre conceitos metalúrgicos relativos ao aço inoxidável austenítico (AISI 316L) e o aço inoxidável ferrítico (AISI 430) principalmente no que concerne aos aspectos da deformação plástica destes aços, tanto em temperatura ambiente quanto criogênica.

A investigação das modificações microestruturais é comumente realizada por meio de técnicas de caracterização após o processamento dos materiais. Entretanto, fenômenos que ocorrem durante a deformação criogênica são pouco citados na literatura. Desta forma, efetuaram-se análises *in situ* das alterações microestruturais causadas por deformação, pela utilização da técnica de difração de raios X. Neste tipo de análise, faz-se a aquisição de dados de difração de raios X com boa resolução em intervalos de poucos segundos, a qual é simultânea à deformação plástica em tração uniaxial. Ademais, podem ser exploradas várias faixas de temperaturas, inclusive temperaturas criogênicas, justificando a importância do seu uso.

Isto foi possível por meio da utilização da estação XTMS (*X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation*), acoplada ao anel Síncrotron UVX, instalado no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM, Campinas, Brasil).

Adicionalmente, foi analisada a superfície de fratura evidenciando o aumento da quantidade de defeitos na microestrutura durante a deformação, com o suporte de microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV/FEG).

Em condições específicas de taxa de deformação e temperatura, como observado em testes preliminares deste grupo de pesquisa, é possível obter aumento da ductilidade após a deformação criogênica inclusive de aços inoxidáveis ferríticos.

Nestes testes, foi observado o aumento da quantidade de *dimples* na superfície de fratura, evidenciando o aumento de ductilidade apresentado na curva de tração.

A aplicação de temperaturas criogênicas tem viabilidade econômica e industrial devido à disponibilidade comercial do nitrogênio líquido, o principal meio de obtenção de ambientes criogênicos, indicando potencialidades deste estudo para a contribuição no desenvolvimento deste tipo de processamento.

3 REVISÃO DA LITERATURA

No decorrer do século XIX, houve inúmeros experimentos utilizando ferro e aço na tentativa de obter-se ligas diferentes das que já existiam, visando principalmente, a obtenção de novas propriedades para a época como por exemplo, a resistência à corrosão. A deficiência em resistência à corrosão e a oxidação gerada em aços carbono convencionais quando submetidos a altas temperaturas, adicionalmente à diminuição da resistência mecânica nestas condições, foi justamente o que incitou o desenvolvimento dos chamados “aços inoxidáveis”. Estes aços são ligas de maior resistência à ação da corrosão pela adição de elementos de liga, tornando-os ao mesmo tempo, mais resistentes aos esforços mecânicos e aptos à novas aplicações, o que deu início a uma jornada de estudos e melhorias progressivas. Esta busca por melhores propriedades de resistência, não somente à corrosão mas também resistência mecânica, uniu, de forma histórica, a trajetória de desenvolvimento destes aços ao período no qual estudiosos de países como Alemanha, França, Inglaterra e EUA, iniciaram suas publicações sobre ligas de ferro com adição de cromo¹. A chegada do século XX trouxe ainda mais descobertas no que tange a esses materiais. Entre eles estão os aços inoxidáveis ferríticos, martensíticos e austeníticos^{1,2}.

Algumas experiências e relatos sobre os aços inoxidáveis ferríticos datam de setembro de 1911, no estado da Pensilvânia (cidade de Pittsburgh), nos EUA. Para os aços inoxidáveis martensíticos, os primeiros estudos foram desenvolvidos em Sheffield, na Inglaterra. Já os estudos preliminares sobre os aços inoxidáveis austeníticos, ocorreram em Essen (Alemanha) por meio de uma empresa denominada Krupp².

Naquela época, os estudos realizados faziam associações sobre a resistência à corrosão de amostras submetidas à meios ácidos, e o aumento do teor de cromo contido em ligas à base de ferro. Havia ainda considerações sobre a presença do elemento carbono, presente na liga, e sua ação prejudicial sobre a propriedade de resistência à corrosão. Um aumento de resistência à oxidação foi percebido em ligas contendo um valor mínimo de 12% de cromo em sua composição^{1,2}.

Desde então, uma nova classe de materiais, com excelentes características mecânicas e resistentes à meios corrosivos, encontrava-se disponível para as mais

diversas aplicações. Entre 1950 e 1980, os aços inoxidáveis representavam 2/3 da produção mundial de aço inoxidável¹.

3.1 Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis conhecidos atualmente são, de forma comum, formados por ligas ferrosas que apresentam em sua composição teores acima de 12 % de cromo, além de elementos de liga adicionais, conforme as resistências química e mecânica desejadas. Considera-se que estes aços são, de fato, resistentes à corrosão quando comparados a outros tipos de aços. Portanto, não são completamente inoxidáveis e a correta seleção do aço está relacionada ao meio em que será exposto^{3,4}. Ao mesmo tempo, as adições de elementos de liga promovem endurecimento por solução sólida, o que os tornam mecanicamente mais resistentes.

Alguns autores consideram que a resistência à corrosão esteja associada à teoria da passivação, a qual sugere em uma de suas explicações, que ocorra uma reação entre a superfície do metal e um oxidante (comumente o oxigênio), formando um filme rico em cromo e muito fino (invisível a olho nu) na superfície do aço. O filme aderido à superfície do aço possui dissolução lenta e contínua em pontos discretos, entretanto, imediatamente regenerável. Assim, ele age como uma barreira de proteção entre o metal e o meio, e retardando a corrosão sofrida pelo metal^{2,3,5}.

Outro ponto de vista, considera haver adsorção química da película (normalmente oxigênio ou íons passivadores) ocasionando assim, uma diminuição na velocidade de reação de oxidação^{2,6}.

Sob o ponto de vista de aplicações, o desenvolvimento desde os estudos e descobertas iniciais, os aços inoxidáveis têm conquistado espaço e atenção dos metalurgistas. Sua importância está diretamente ligada ao vasto leque de possíveis utilizações para este tipo de material, abrangendo de utensílios domésticos, indústrias dos mais variados setores, implantes no corpo humano até aplicações aeroespaciais².

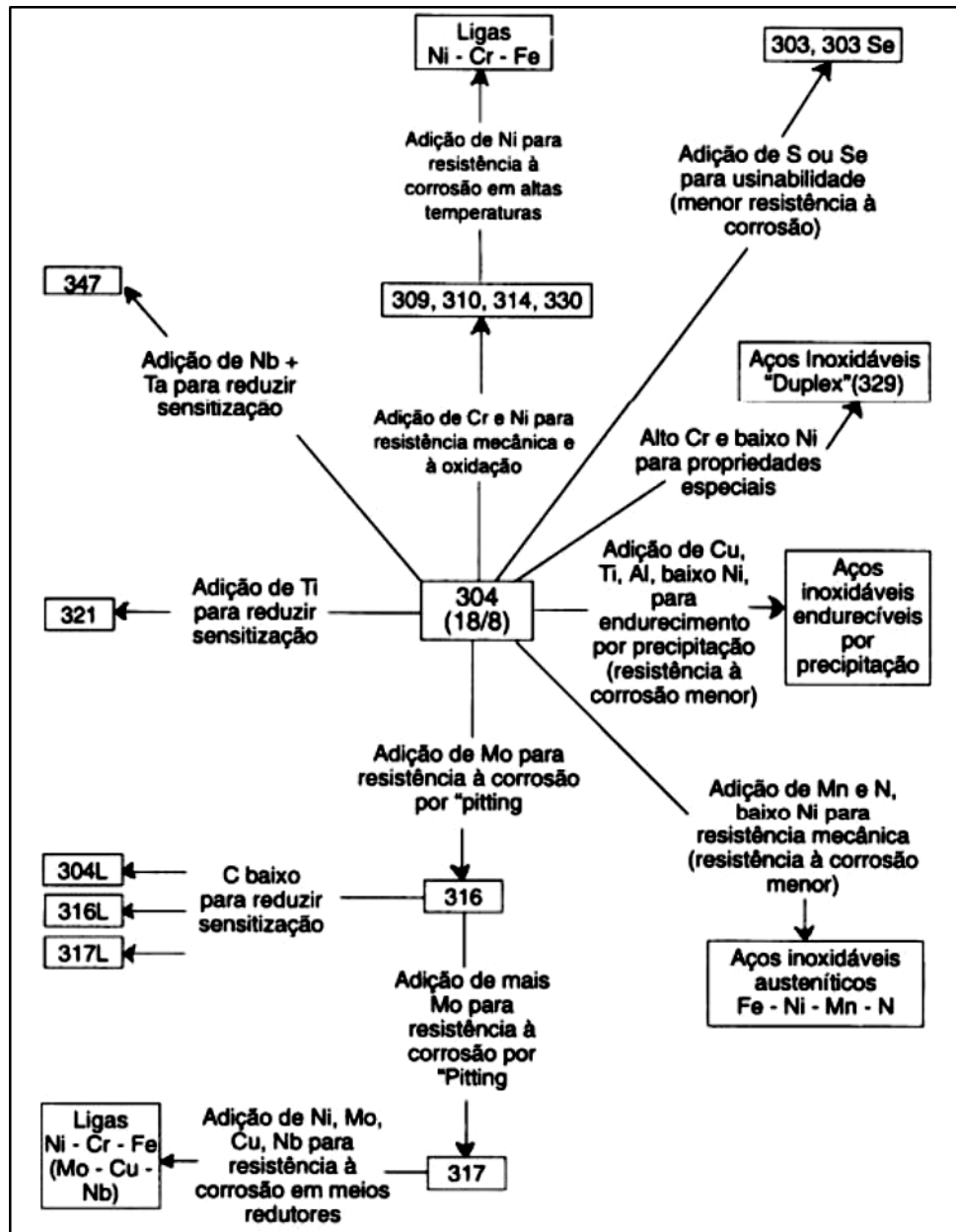
De acordo com norma americana AISI, cada tipo de aço inoxidável deve ser utilizado em um tipo de aplicação de acordo com suas composições típicas e modificações, conforme mostrado na Figura 1.

Além da frequente utilização em função da resistência à corrosão, os aços inoxidáveis são materiais estruturais que apresentam ótimas propriedades de

resistência mecânica, mostrando-se extremamente interessantes em atributos como: valores de tensão, deformação, ductilidade e resiliência.

Desta forma, a união entre propriedades de elevada resistência mecânica e resistência à corrosão, resulta em melhores condições de conformabilidade e soldabilidade, proporcionando ductilidade a esses materiais ainda que em baixas temperaturas. Adicionalmente, com a correta seleção da classe do aço a ser utilizado, é possível aplicações em ambientes criogênicos, além de tradicionais aplicações já conhecidas⁵.

Figura 1 – Possíveis modificações de composição química a partir do aço inoxidável austenítico 304.



Fonte: Adaptado de Padilha (1994)².

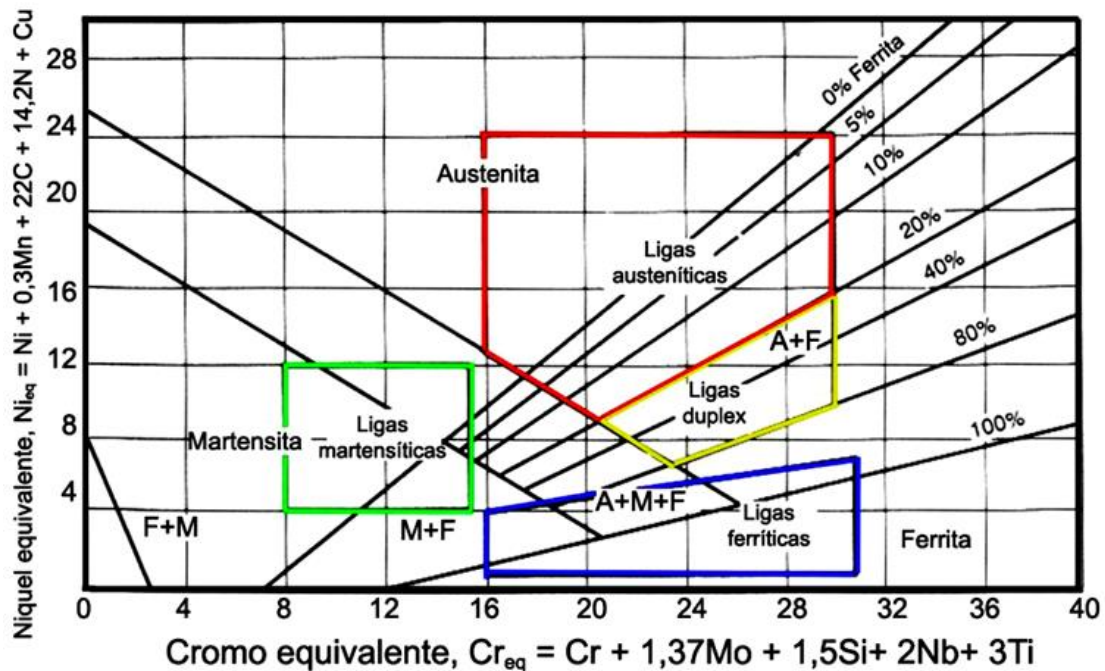
Em relação a influência dos elementos de liga presentes nos aços inoxidáveis austeníticos na microestrutura após soldagem ou solidificação, a partir de estudos experimentais, foram criadas algumas equações que relacionam os elementos de liga de acordo com o efeito ferritizante ou austenitizante de cada elemento. Essas equações permitem o cálculo do cromo equivalente (Cr_{eq}) e do níquel equivalente (Ni_{eq})⁷⁻⁹.

Embora não seja o único modelo, um bom exemplo, inicialmente desenvolvido para explicações em soldagem, o diagrama de Schaeffler mostrado na Figura 2, foi estabelecido levando em consideração o resultado das equações (1) e (2), chegando-se em uma previsão da microestrutura de solidificação de uma determinada composição química. Duas equações frequentemente utilizadas são apresentadas¹⁰:

$$Cr_{eq} = Cr + 1,37Mo + 1,5Si + 2Nb + 3Ti \quad (1)$$

$$Ni_{eq} = Ni + 0,3Mn + 22C + 14,2N + Cu \quad (2)$$

Figura 2 – Diagrama de Schaeffler mostrando os campos de composição das principais famílias de aços inoxidáveis



Fonte: Adaptado de ASM Speciality Handbook: Stainless Steels (1994)¹⁰.

Alguns ajustes de propriedades ou de fração volumétrica de microestruturas pode ser conseguido por meio de variações nas composições dos aços inoxidáveis, adequando-se o material conforme a aplicação desejada¹¹⁻¹³. Desta forma, esses aços estão divididos em cinco famílias com suas próprias características gerais, em termos de propriedades mecânicas e resistência à corrosão.

Uma classificação bem comum divide os aços inoxidáveis quanto à sua microestrutura em cinco tipos ^{5,6,14-16}.

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

Neste trabalho, serão abordados aços inoxidáveis de duas classes, um deles austenítico AISI 316L e outro ferrítico AISI 430. Serão relacionados alguns conceitos como: mecanismos de deformação plástica, recuperação dinâmica e deformação criogênica e a ocorrência da transformação martensítica para o aço inoxidável AISI 316L.

3.1.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos

A classe dos austeníticos é a classe de aços inoxidáveis mais comuns e de maior utilização dentre todos os aços inoxidáveis. Possuem estrutura cristalina do tipo cúbica de face centrada (CFC) e são paramagnéticos, com teores de cromo geralmente entre 16% e 30% em massa, tornando-os excelentes no que diz respeito à resistência a corrosão^{6,17}.

A presença do elemento estabilizador da fase austenita, o níquel, situa-se entre 8 a 20% em massa no intuito de estabilizar a austenita na temperatura de trabalho, visto que, o cromo é um elemento alfa-gênico, estabilizando a ferrita¹⁸.

O carbono, igualmente ao níquel, é elemento gama-gênico, e sua quantidade varia entre 0,03% e 0,1% em massa para minimizar a ocorrência do fenômeno de sensibilização do aço devido à precipitação de carbeto que, por sua vez, ocorrem preferencialmente nos contornos de grão. Ainda há a presença de outros elementos

como titânio, manganês e molibdênio, os quais podem conferir um aumento de resistência aos mecanismos de corrosão localizada, como corrosão galvânica ou ainda promover um aumento de resistência mecânica ao aço¹⁹.

No que diz respeito à resistência a corrosão em aços inoxidáveis, os parâmetros são tomados com base no índice PRE (*Pitting Resistance Equivalent*), que mede a resistência a corrosão por pite baseada na composição química dos aços, de acordo com a equação (3)²⁰.

$$PRE = (\%) \text{ peso } Cr + 3,3 \times (\%) \text{ peso } Mo + (\%) \text{ peso } N \quad (3)$$

O aço inoxidável austenítico é produzido, na grande maioria das vezes, por processo de laminação resultando em grãos alongados de forma tridimensional, acomodando-os uns sobre os outros de maneira mais compacta²¹.

Outra característica relevante para os aços austeníticos é a ausência de transição dúctil-frágil em relação a outros aços inoxidáveis. Como consequência, observa-se a alta ductilidade e alta tenacidade mesmo em baixas temperaturas. Aliado a isso, os austeníticos possuem baixa temperabilidade (em função de pequenas quantidades de carbono presente) e alto coeficiente de expansão térmica²².

Em resumo, a principal característica dessa família de aços inoxidáveis é a presença predominante da austenita, que traz consigo muitas características diferentes dos aços ao carbono.

3.1.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos são ligas Fe-Cr, de estrutura alfa (α) cúbica de corpo centrado (CCC). Estes aços são definidos como aqueles cuja composição situa-se à direita do campo austenítico no diagrama ferro cromo. De maneira mais clara esta análise deve ser efetuada sobre o diagrama ternário Fe-Cr-C, devido ao forte efeito estabilizador da austenita pelo carbono. A estrutura consiste, essencialmente, de ferrita em todas as temperaturas, até a temperatura liquidus^{23,24}.

O elemento Cr aparece entre 11,0 % a 30% e baixos teores de C, abaixo de 0,1%. São aços que não são temperados, pois, não podem ser totalmente austenitizados. Proporcionam boa resistência à corrosão e um coeficiente de expansão térmico relativamente baixo. São ferromagnéticos e seu comportamento

mecânico é semelhante aos aços carbono. São amplamente utilizados na fabricação de talheres, bandejas e na linha branca (fogões, geladeiras, lava-roupas), devido ao bom compromisso entre resistência à corrosão e custo baixo, pois este tipo de aço inoxidável pode não conter níquel ou este elemento pode estar presente em pequenos teores. O tipo AISI 430 é um bom exemplo para representar essa família¹⁷.

Estes aços possuem temperatura de transição elevadas (frequentemente, acima da temperatura ambiente), não sendo, portanto, indicados para operações em temperaturas criogênicas.

Adicionalmente, a tenacidade dos aços inoxidáveis ferríticos pode ser ainda mais afetada pelo aquecimento prolongado a temperaturas na faixa de 400 a 550 °C. Entretanto, o fenômeno torna-se mais prejudicial em temperaturas próximas a 475 °C, sendo conhecido por “fragilização de 475 °C”. Sua causa está fundamentada na precipitação de uma fase rica em cromo, denominada α' , deixando regiões pobres em cromo, o que além de ser deletério em relação à tenacidade prejudicam também a resistência à corrosão. Esta fase indesejada pode ser eliminada por aquecimento na faixa de 600 °C seguido de resfriamento rápido²⁵.

3.2 Temperatura Criogênica

O comportamento mecânico de metais em temperaturas criogênicas, começou a chamar a atenção dos estudiosos à medida que eventos catastróficos com embarcações em águas congeladas começaram a ocorrer com maior frequência. Observou-se que alguns metais exibiam um comportamento frágil, em função da temperatura de transição dúctil-frágil estar próxima ao ponto de congelamento da água²⁶.

O prefixo crio (no inglês, *cryo*) é derivado do grego *kryos*, que significa frio. O elemento nitrogênio, no estado líquido, possui temperatura de ebulição de 77,3 K (ou de -195,85 °C) e tem se mostrado eficaz em sistemas criogênicos desenvolvidos para estudos dessa natureza. O nitrogênio líquido apresenta ainda como vantagem um custo de produção relativamente baixo em relação a outras substâncias que podem ser utilizadas para ensaios criogênicos. O hélio líquido, por exemplo, apresenta um custo de produção de aproximadamente dez vezes o valor do nitrogênio líquido. Isto favorece a grande utilização e comercialização do nitrogênio líquido voltada para

atender a demanda da indústria²⁷. Para o trabalho com sistemas criogênicos, existem ainda outras substâncias que podem ser utilizadas.

A Tabela 1 relaciona os pontos de transformação de fase, em Kelvin e graus Celsius, para uma série de outras substâncias que podem ser utilizadas em substituição ao nitrogênio líquido.

Tabela 1 – Substâncias que podem ser utilizadas para ensaios em baixas temperaturas.

Substância	Temperatura (K)	Temperatura (°C)
Água/ Gelo	273,15	0
Isobutano	263	-10,15
Tetracloreto de carbono	250	-23,15
Propano	231	-42,15
Tricloroetileno	200	-73,15
Dióxido de Carbono	195	-78,15
Metanol	175	-98,15
n-pentano	142	-131,15
Iso-pentano	113	-160,15
Metano	112	-161,15
Oxigênio	90,1	-183,05
Nitrogênio	77,3	-195,85
Neônio	27,2	-245,95
Hidrogênio	20,4	-252,75
Hélio (He4)	4,2	-268,95
Hélio (He3)	3,2	-269,95

Fonte: Adaptado de Walsh (2004)²⁷.

A melhoria das propriedades mecânicas e a facilidade de aplicação explica o aumento no número de pesquisas relacionadas ao efeito de temperaturas criogênicas no comportamento dos materiais, observado na última década até os dias atuais²⁷.

3.3 Mecanismos De Deformação Plástica

No decorrer da década de 1930, alguns estudos buscaram compreender por que a resistência mecânica experimental dos metais era sempre muito menor do que a calculada. Quando surgiu o conceito de discordância e com o subsequente detalhamento da teoria de discordâncias, pôde-se entender o porquê da maior

facilidade de deformar o material real quando comparado com os valores calculados para um cristal perfeito, já que, as discordâncias têm efeito facilitador da deformação^{28,29}.

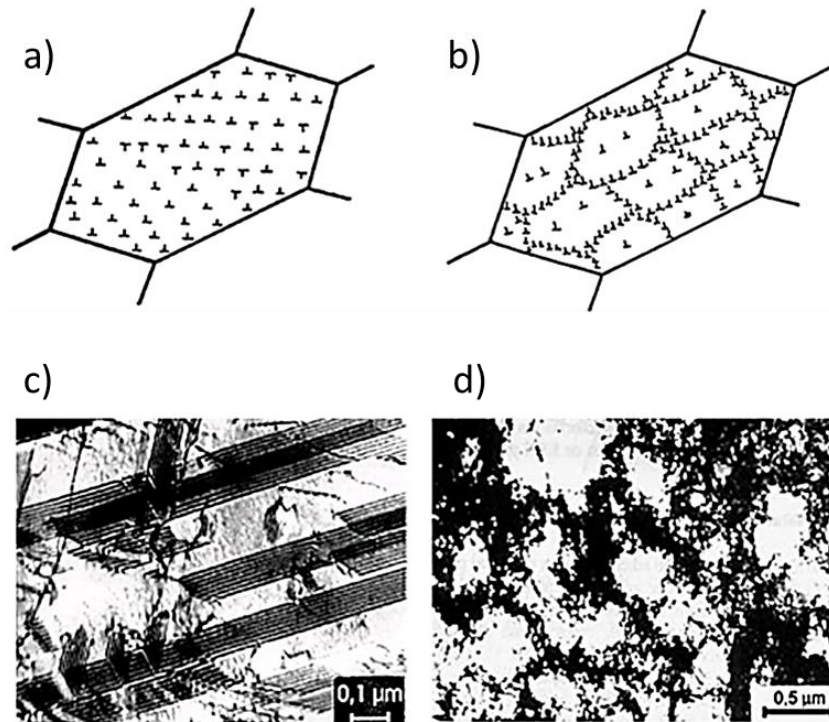
Todos os materiais reais possuem algum tipo de defeito, que vão desde os defeitos de equilíbrio, como lacunas, ou defeitos oriundos de processamento como discordâncias, contornos de grão, fases e inclusões. Por meio da deformação plástica mais defeitos ainda são introduzidos no material, principalmente pela multiplicação de discordâncias. A quantidade destes defeitos pode ser aumentada em até 100 mil vezes, em um material, imediatamente após a deformação plástica. As interações entre as discordâncias ocasionam uma diminuição da mobilidade média, causando o fenômeno de encruamento. Geralmente, tem-se um aumento na dureza e uma diminuição na ductilidade quando um metal é deformado²⁹.

Com relação à distribuição das discordâncias no interior de um grão, esta possui uma relação muito forte com a estrutura cristalina e também com a energia de defeito de empilhamento do material (do inglês, *Stacking Fault Energy* - SFE (EDE).

Os materiais com estrutura cúbica de face centrada e de baixa energia de defeito de empilhamento, como por exemplo, a fase austenítica de um aço, tendem a apresentar uma distribuição mais homogênea das discordâncias. Entretanto, materiais de alta energia de defeito de empilhamento, como é o caso da fase ferrítica de um aço, que é cúbica de corpo centrado, possui distribuição heterogênea das discordâncias, formando um arranjo celular.

Um esquema representativo dos dois tipos de distribuição das discordâncias em grãos encruados é apresentado na Figura 3 e é comparado a imagens reais obtidas por meio de Microscopia Eletrônica de Transmissão²⁹.

Figura 3 – Esquema representativo da distribuição das discordâncias em grãos encruados comparado a imagens reais obtidas por meio de Microscopia Eletrônica de Transmissão: (a) representação do arranjo planar, para metais de baixa EDE e (b) representação do arranjo celular, para metais de alta EDE, (c) imagem real: arranjo de discordâncias homogeneamente distribuídas, como num grão de baixa EDE, (d) imagem real: arranjo celular de discordâncias, como num grão de alta EDE.



Fonte: Adaptado de Padilha e Siciliano Jr. (1996)²⁹.

A deformação plástica pode ser proporcionada por vários processos, tais quais processos de produção de cavaco, limagem, moagem de alta energia, ou ainda por processos convencionais de conformação mecânica como a laminação a frio e a quente, forjamento, compressão, trefilação, tração, extrusão e estampagem³⁰.

Em temperaturas criogênicas, o mecanismo de maclação pode ser favorecido, uma vez que processos termicamente ativados, que auxiliam o mecanismo de deslizamento de planos, são desfavorecidos. Segundo Humphreys³¹, metais CCC geralmente deformam por deslizamento, assim como metais CFC de alta e média EDE. Em metais de baixa EDE, como a prata, latão e aços inoxidáveis austeníticos, a maclação é o mecanismo predominante. Além disto, menores temperaturas e altas taxas de deformação dificultam ainda mais a recombinação de discordâncias parciais, favorecendo a maclação. Em altos graus de deformação, o bloqueio de discordâncias pelo encruamento também favorece este mecanismo.

Adicionalmente, martensitas induzidas por deformação e bandas de cisalhamento podem modificar a cinética de ocorrência destes fenômenos. Desta forma, o estudo *in situ*, pela difração de raios X utilizando luz síncrotron, pode fornecer informações importantes para verificação da evolução microestrutural que ocorre nas diferentes condições de ensaio.

3.4 Transformação Martensítica

3.4.1 Generalidades sobre a transformação

Para ocorrer a formação da martensita é necessário haver uma transformação de fase no estado sólido, na ausência de difusão, por meio de movimentos coordenados e cooperativos, onde os átomos se movem em distâncias menores que o parâmetro de rede.

A formação da martensita produzida a partir da austenita pode ocorrer por taxas severas de resfriamento, ou ainda pode ser induzida por deformação. Esta transformação de fase possui como alguns pontos principais a serem observados²⁸:

- Não há mudança de composição química;
- Não há difusão;
- Ocorre com mudança de estrutura cristalina;
- Alta velocidade de transformação;
- Causa formação de grande quantidade de defeitos cristalinos durante a transformação;
- Existem relações de orientação entre a matriz e a fase formada;
- Pode ocorrer em ligas ferrosas e em não ferrosas, e também, em não metais.

Dependendo da composição química e da temperatura de deformação, o aço inoxidável austenítico estará sujeito a transformação martensítica quando for deformado. Neste trabalho será abordada somente a transformação martensítica induzida por deformação.

A possibilidade de formação de martensita induzida por deformação a partir da estrutura CFC está relacionada à diminuição da EDE do metal ou liga^{31,32}. Dois tipos de martensita podem ocorrer nos aços inoxidáveis austeníticos, a martensita épsilon (ϵ) cuja estrutura cristalina é hexagonal compacta (HC), e a martensita alfa linha (α'), de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC)^{6,33}.

A redução de temperatura pelo processamento criogênico inibe parcialmente transformações de fase causadas pela difusão atômica (fenômenos termicamente ativados). A transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ pode ocorrer em temperaturas muito baixas, até mesmo próximo do zero absoluto, nas quais a difusão intersticial não acontece²⁸.

As martensitas presentes em um determinado material alteram expressivamente as propriedades e, portanto, as aplicações dos aços são fortemente dependentes da quantidade formada de martensita²⁸. A quantidade, a distribuição e a morfologia das martensitas ϵ e α' também alteram a conformabilidade dos aços inoxidáveis austeníticos^{33,34}.

3.4.2 A instabilidade da austenita perante a deformação

A austenita é caracterizada por possuir 12 sistemas de escorregamento de máxima densidade. Como consequência, a austenita possui grande capacidade de deformar-se plasticamente mediante tensões aplicadas. Esta fase, por sua vez, possui uma certa instabilidade e durante as deformações pode decompor-se e sofrer alguma transformação de fase, como será abordado daqui em diante. Esta austenita pode passar por uma estrutura intermediária hexagonal compacta (HC), também paramagnética, chamada martensita épsilon (ϵ) ou passar de maneira direta para uma fase ferromagnética cúbica de corpo centrado (CCC), chamada de martensita alfa linha (α')³⁷⁻³⁹.

Esta instabilidade da austenita, por vezes, é descrita na literatura como uma função da energia de defeito de empilhamento (EDE). Diz-se que quanto menor a EDE maior a tendência da austenita em transformar-se em martensita induzida por deformação (α') de maneira direta. Em outras palavras, quanto menor a EDE da austenita, mais instável é a fase⁴⁰.

Além da energia de defeito de empilhamento, outro fator importante na transformação martensítica é a temperatura em que ocorre a deformação. Comparando-se mesmo níveis de deformação, quanto menor a temperatura, maior é

a quantidade de martensita induzida por deformação (α'). Alguns trabalhos apontam que a EDE diminui continuamente com a diminuição da temperatura⁴⁰⁻⁴⁵.

3.4.3 Deformação plástica e nucleação da martensita induzida por deformação

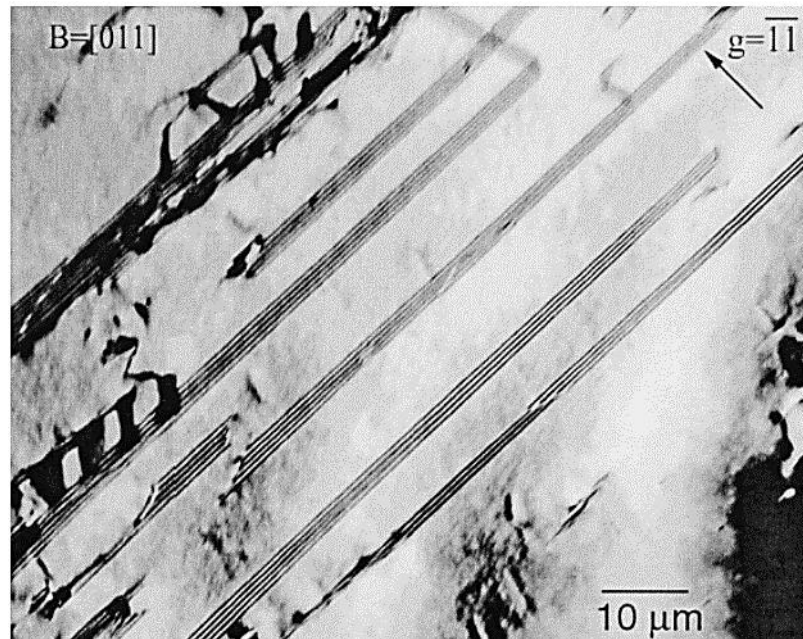
O aumento gradativo de deformações plásticas nos aços promove um aumento gradativo na quantidade de defeitos cristalinos, principalmente na quantidade de discordâncias. Estas por sua vez reagem entre si, podendo dissociar-se, onde uma discordância unitária dá origem a duas parciais, desde que o processo seja vetorialmente possível (a soma dos vetores de Burgers das duas parciais seja igual ao vetor de Burgers da unitária) e energeticamente favorável (a energia das discordâncias parciais seja menor que a energia da discordância unitária). Outros tipos de defeitos vão surgindo com o aumento dos níveis de deformação, tais como defeitos de empilhamento, bandas de cisalhamento e maclas de deformação^{37,38, 40, 46-48}.

A austenita dos aços inoxidáveis tem baixa energia de defeito de empilhamento. Desta forma, a deformação plástica pode ser caracterizada pela dissociação de uma discordância unitária em discordâncias parciais de Shockley, formando largos defeitos de empilhamento entre estas discordâncias parciais^{40,46}.

As bandas de cisalhamento surgem quando há a superposição de defeitos de empilhamento nos planos da família $\{1\ 1\ 1\}$ da austenita. Quando os níveis de deformação se tornam mais pronunciados, estes defeitos de empilhamento podem sobrepor-se a cada 2 planos da família $\{1\ 1\ 1\}$ da austenita, caso onde se origina a martensita épsilon (ϵ) induzida por deformação. Quando os defeitos de empilhamento ocorrem pela sobreposição de planos sucessivos da família $\{1\ 1\ 1\}$, surge a macla de deformação^{40,46}.

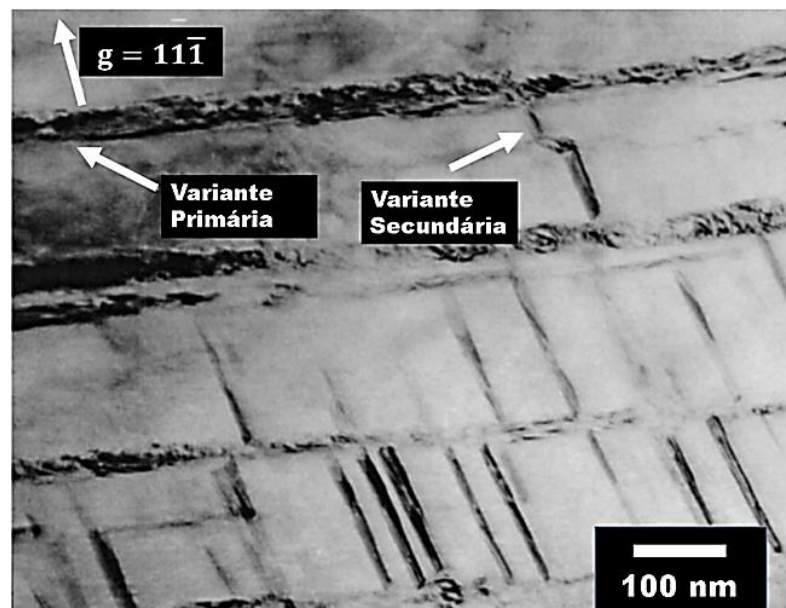
As Figuras 4, 5 e 6, que são imagens de microscopia eletrônica de transmissão de um aço austenítico AISI 304, exemplificam a formação de uma falha de empilhamento, banda de cisalhamento e martensita épsilon (ϵ) induzida por deformação, respectivamente⁴⁶.

Figura 4 – Formação de defeitos de empilhamento em baixas taxas de deformação, com deformação total de 25%. Direção do feixe [011]



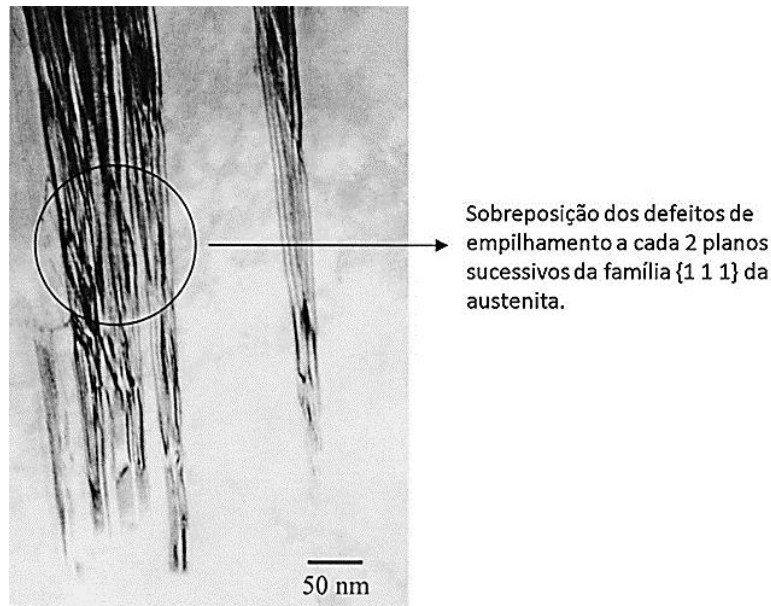
Fonte: Ferreira, P.J. et.al (2004)⁴⁶.

Figura 5 – Formação da variante secundária de maclas em altas taxas de deformação, as quais parecem nuclear no contorno da 1ª variante. Sobreposição dos defeitos de empilhamento em planos sucessivos da família $\{1\ 1\ 1\}$ da austenita, com deformação total de 25%, direção do feixe [011]



Fonte: Ferreira, P.J. et.al (2004)⁴⁶.

Figura 6 – Formação da martensita épsilon (ϵ) em altas taxas de deformação. Sobreposição dos defeitos de empilhamento a cada 2 planos sucessivos da família $\{1\ 1\ 1\}$ da austenita, com deformação total de 25%, direção do feixe $[\bar{1}\bar{1}0]_{cfc} // [\bar{1}\bar{2}10]_{hc}$



Fonte: Ferreira, P.J. et.al (2004)⁴⁶.

Em suma, a principal diferença entre a formação de maclas e a nucleação de martensita épsilon (ϵ) é a quantidade de planos que separa a emissão de discordâncias parciais^{40,46}.

Sob este ponto de vista, para elevados níveis de deformação, aumenta-se a probabilidade de existir discordâncias parciais em planos sucessivos; logo, defeitos de empilhamentos em planos sucessivos e, com isto, a maclação passa a ser um mecanismo muito provável^{40,46}.

Já a martensita (α') induzida por deformação pode nuclear-se em alguns sítios preferenciais, dentre eles, as intersecções de bandas de cisalhamento. Outros possíveis sítios de nucleação podem ser contornos de macla e ainda, a própria martensita (ϵ) induzida por deformação. O posterior crescimento da martensita (α') induzida por deformação está associado à nucleação sucessiva e coalescimento destes núcleos. Portanto, é bem provável que a nucleação da martensita (α') seja precedida por pelo menos um destes outros defeitos^{40,46}.

A taxa de deformação, além dos níveis de deformação, exerce forte influência na formação da martensita (α'). As baixas taxas de deformação associadas aos altos níveis de deformação, são condições favoráveis à produção de grandes frações volumétricas de martensita (α') induzida por deformação. Em contrapartida, altas taxas

de deformação, ou seja, deformações produzidas em altas velocidades podem suprimir a formação de martensita. Pelo menos parcialmente, sendo que o motivo dessa supressão provavelmente é o aquecimento adiabático provocado pela referida condição de deformação⁴⁶.

A temperatura é outro fator que têm influência na formação da martensita (α') induzida por deformação. Existem na literatura estudos que evidenciam que a fração de martensita (α') induzida por deformação aumenta com a diminuição de temperatura, quando é comparado um mesmo nível de deformação^{40,46-50}.

3.4.4 O efeito TRIP em aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis

Como discutido até então, sob o ponto de vista de mecanismos, os aços inoxidáveis austeníticos estão sujeitos às transformações de fase induzidas por deformação, bem como, maclação. Estes fenômenos podem exercer influências positivas no comportamento mecânico da fase austenítica, sendo que, as deformações podem estar acompanhadas por plasticidade induzida por transformação de fase (efeito TRIP - *Transformation Induced Plasticity*) ou por plasticidade induzida por maclagem (TWIP - *Twinning Induced Plasticity*)^{47,49,50}.

O efeito TRIP é conhecido por ser representativo no mecanismo de endurecimento de aços e tem sido estudado em aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis, aços 9%Ni e aços multi-microestruturais do tipo TRIP-aided.

Tanto as maclas mecânicas quanto as martensitas podem contribuir para um refino de grão, simultaneamente trazendo efeitos de aumento de resistência mecânica e ductilidade. Em outras palavras, um aumento na resistência mecânica pode estar associado a estes efeitos sem a perda significativa da capacidade de deformação^{47,49,50}.

A literatura aponta evidências de que o efeito TRIP é um possível mecanismo de aumento do alongamento uniforme devido à formação da martensita (α') induzida por deformação. O uso desta base de conhecimento sobre o efeito TRIP pode direcionar condições de processamento para a obtenção do máximo alongamento uniforme^{49,50}.

Neste contexto, há evidências na literatura que apontam duas condições gerais para se obter máximo de alongamento uniforme e otimizar o efeito TRIP.

A primeira é que a martensita (α') induzida por deformação continue sendo induzida até estágios finais de deformação; e segunda é que a taxa de transformação por unidade de deformação deve alcançar um valor máximo perto do limite de alongamento uniforme^{49,50}.

Independente da estabilidade da austenita (ou seja, da sua EDE), um máximo alongamento uniforme é alcançado devido ao efeito TRIP quando a fração de martensita (α') induzida por deformação com deformações reais de 0,3 é aproximadamente 5%. Portanto, cada aço de diferente composição tem sua melhor temperatura para ser processado^{49,50}.

3.5 Deformação Criogênica E Recuperação Dinâmica

A diminuição da temperatura de deformação pode reduzir a ocorrência de fenômenos termicamente ativados como deslizamento com desvio (*cross slip*) e escalada (*climb*)²⁹. Desta forma, o rearranjo e aniquilação de discordâncias é dificultado, e um maior acúmulo de defeitos é esperado para o material deformado. Se este fato ocorre durante a deformação, pode ser considerado como supressão parcial da recuperação dinâmica. Isto induz a um aumento da energia armazenada na deformação pelo aumento da quantidade de defeitos internos no material. Consequentemente, é favorecido o aumento da capacidade de deformação.

Estudando alumínio deformado a 78 K, Swann (1963), observou que a formação de células de deformação foi dificultada e a energia armazenada foi maior em relação a amostra deformada em temperatura ambiente⁵¹. Segundo Padilha e Siciliano Jr. (1996), o aumento da velocidade de deformação equivale a um abaixamento da temperatura²⁹.

Como este fenômeno induz a um maior acúmulo de defeitos, o entendimento de como ocorre o rearranjo microestrutural é de extrema importância para o entendimento das propriedades mecânicas do material deformado, uma vez que características como transformações de fase e o modo de fratura dependem da microestrutura obtida durante a deformação²⁸.

Alguns estudos envolvendo deformação criogênica tem a criolaminação (laminação criogênica) como rota principal de processamento^{52,53}. Adicionalmente, diversos estudos envolvendo deformação plástica severa (SPD, do inglês *severe plastic deformation*)⁵⁴ e deformação plástica dinâmica (DPD, do inglês *dynamic plastic*

deformation)⁵⁵ também têm correlacionado investigações de deformação plástica em condições extremas de temperatura e taxa de deformação, para entendimento dos fenômenos envolvidos na deformação.

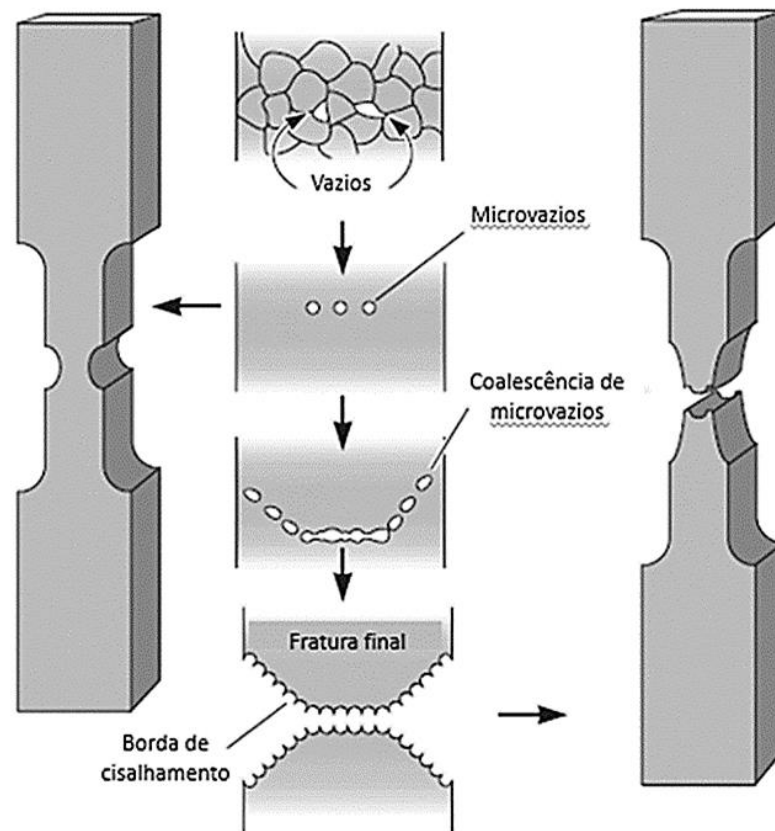
Aços com matriz austenítica tendem a ser dúcteis em temperaturas criogênicas, podendo até mesmo, apresentar um aumento simultâneo de ductilidade e resistência. Estas propriedades, em temperatura ambiente, são consideradas inversas, devido ao encruamento. Porém, em temperaturas criogênicas ou em condições de deformação plástica severa, é possível obter esta melhoria de propriedades simultaneamente²⁵.

Aços com matriz ferrítica tendem a ter uma transição dúctil-frágil bem definida, e a taxa de deformação pode ser decisiva no modo de fratura do material deformado em temperaturas criogênicas²⁵. Em condições específicas de taxa de deformação e temperatura, como observado em testes preliminares deste grupo de pesquisa, é possível obter aumento da ductilidade após a deformação criogênica de aços inoxidáveis ferríticos. Nestes testes, foi observado o aumento da quantidade de *dimples* na superfície de fratura, evidenciando o aumento de ductilidade apresentado na curva de tração.⁵⁶

3.6 Fratura

A fratura dúctil é caracterizada pela atuação de diversos sistemas de deslizamento, gerando a fratura do tipo taça-cone, em materiais policristalinos. Adicionalmente, a fratura é caracterizada por instabilidades localizadas, devido à presença de inclusões e do próprio deslizamento de contornos de grão, gerando microcavidades denominadas *dimples* (no inglês)²⁹. A geração de *dimples*, a partir de microvazios é apresentada na Figura 7.

Figura 7 – Esquema representativo da formação de microvazios em fratura tipo taça-cone

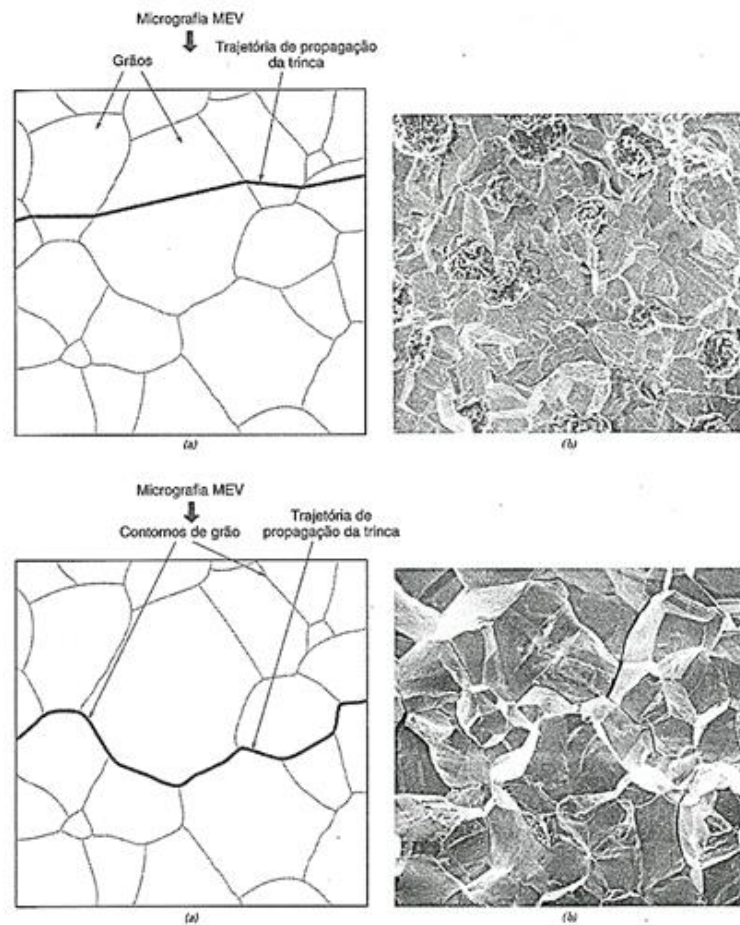


Fonte: Askeland e Fulay (2010)²⁶

Logo, um exame fractográfico pode indicar se o material apresentou um caráter mais dúctil ou mais frágil durante a deformação. Assim sendo, e os efeitos de parâmetros como taxa de deformação, energia de defeito de empilhamento, tamanho de grão inicial e temperatura sobre o modo de fratura, podem ser identificados pelo exame fractográfico.

A fratura frágil pode ocorrer por dois mecanismos: através da propagação da trinca pelo interior dos grãos (transgranular) ou ao longo dos contornos de grão (intergranular)⁵⁷, como mostrado na figura 8.

Figura 8 – Perfil esquemático de fratura transgranular (superior) e intragranular (inferior)



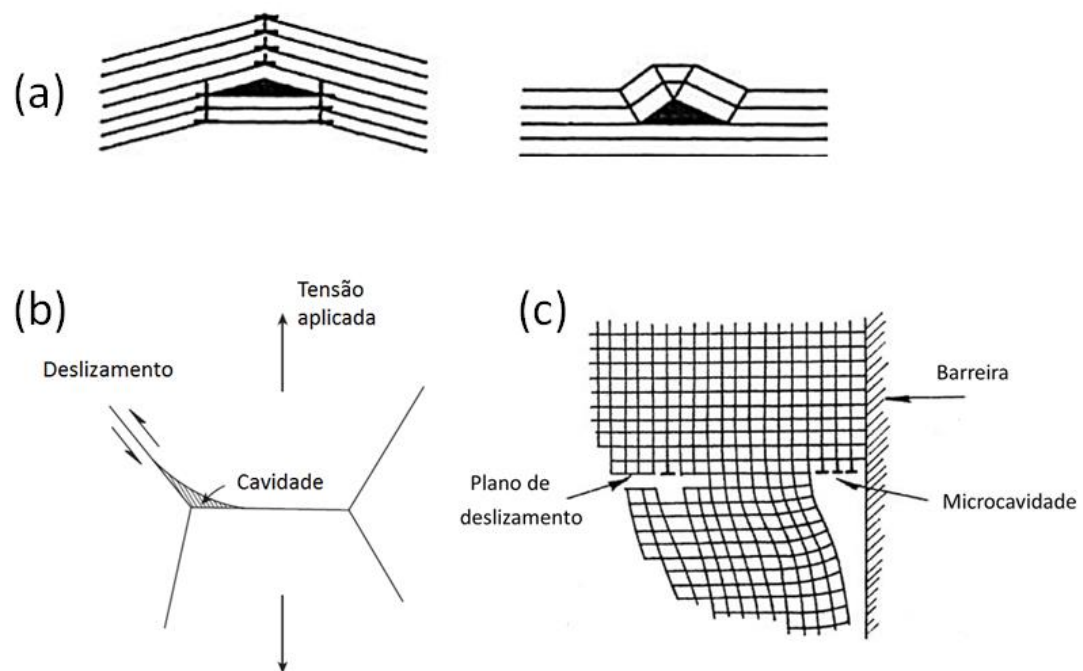
Fonte: Callister (2008)⁵⁷.

O modo de fratura depende de parâmetros como tamanho e morfologia dos grãos iniciais, temperatura de deformação, modo de carregamento, taxa de deformação, presença de barreiras físicas para o empilhamento de discordâncias (inclusões, partículas de segunda fase, contornos de grão), e da composição e estrutura do material²⁹. A deformação criogênica reduz a ocorrência de fenômenos termicamente ativados como escorregamento com desvio (*cross slip*) e escalada (*climb*), ou seja, inibe parcialmente a recuperação dinâmica, e induz a um aumento na quantidade de defeitos do material, e conseqüentemente a um refino microestrutural. Em baixas temperaturas, o mecanismo de maclação é favorecido em materiais com poucos sistemas de deslizamento ativos, como os metais HC e CCC.

Na Figura 9 são apresentados os principais mecanismos de formação de microcavidades, que evoluem para *dimples* na superfície de fratura. O favorecimento da maclação para os aços inoxidáveis austeníticos, pela deformação criogênica, pode

induzir a ocorrência de microvazios, como mostrado na figura 9(a). Na figura 9(b) é apresentado o mecanismo de formação de microtrincas por meio do deslizamento de contornos de grão. Durante o encruamento, o empilhamento de discordâncias em paredes de células, contornos de grão e em partículas de segunda fase, pode favorecer o mecanismo de Zener-Stroh, como ilustrado na Figura 9(c)⁵⁸.

Figura 9 – Principais mecanismos de formação de microcavidades. (a) microvazios; (b) mecanismo de formação de microtrincas; (c) mecanismo de Zener-Stroh



Fonte: Meyers e Chawla (2009)⁵⁸

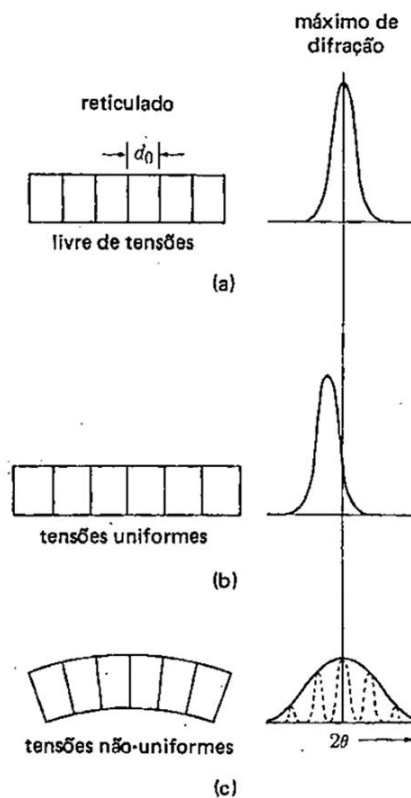
Todos os mecanismos descritos são formados a partir do aumento da quantidade de defeitos e das interações entre eles, resultando em maiores distorções no reticulado. São importantes para mostrar a relação entre a quantidade de *dimples* na superfície de fratura, com a evolução microestrutural resultante da deformação.

3.7 Difração De Raios X

Segundo Humphreys (2004)^{31,59}, a determinação da energia armazenada durante a deformação pode ser realizada diretamente por técnicas de calorimetria e por difração de raios X.

Esta técnica permite correlacionar medidas de alargamento e deslocamento de picos, com microdeformações na rede, que são úteis para quantificar a energia armazenada na deformação⁶⁰. O efeito das microdeformações nos picos de difração são mostrados na Figura 10.

Figura 10 – Relação entre a deformação causada por tensões uniformes e não-uniformes e o deslocamento e alargamento dos picos de difração



Fonte: Padilha e Ambrozio Filho (1985)⁶⁰.

Adicionalmente, algumas aplicações clássicas da difração de raios X são: identificação de fases pela sua cristalografia, determinação da quantidade das fases, da tensão residual, dos tamanhos das fases, estudos de ordenação, estudos de decomposição espinodal e determinação da textura cristalográfica²⁸. Como a deformação criogênica induz a uma maior quantidade de defeitos no material deformado, em comparação com a deformação em temperatura ambiente, pode-se inferir que haverá um efeito nas transformações de fases induzidas na deformação.

Como os aços inoxidáveis austeníticos são suscetíveis às transformações de fase em baixas temperaturas, para formação de α' e ϵ , o estudo por técnicas de difração de raios X são de extrema importância para quantificação e determinação

das fases presentes, uma vez que técnicas convencionais de microscopia não são suficientes para identificação destas martensitas induzidas por deformação²⁸.

Dois parâmetros importantes para estudo da evolução microestrutural em metais, obtido por meio da difração de raios X, são a microdeformação e o tamanho médio de cristalitos. O significado físico destes cristalitos também podem estar relacionados com tamanho de sub-grão⁶.

O tamanho de cristalitos são compreendidos como os menores domínios de difração detectados pela difração de raios X, e são obtidos pela equação de Scherrer⁶¹:

$$D = 0,94\lambda/\beta \cos \theta \quad (4)$$

Onde: D é o diâmetro médio das partículas; K é a constante ligada à forma das partículas (esfera = 0,94); λ é o comprimento de onda da radiação; θ é o ângulo de difração e β é a largura na metade da altura do pico de difração.

A microdeformação residual é determinada a partir da equação do método de Wilson e Stokes⁶¹:

$$\varepsilon = \beta \cos \theta / 4 \sin \theta \quad (5)$$

Onde: ε é a microdeformação residual; θ é o ângulo de difração e β é a largura na metade da altura do pico de difração.

Embora existam outros métodos de análise de perfis de difração, como Warren-Averbach e Williamson-Hall⁶², os métodos utilizados podem fornecer informações importantes da evolução microestrutural de metais.

3.8 Fonte De Luz Síncrotron

O nome síncrotron vem da expressão inglesa “synchronous electron accelerator”.

A Luz Síncrotron é a radiação eletromagnética produzida por feixes de elétrons de alta energia circulando em anéis de armazenamento com velocidade próxima à da luz, tendo sua órbita desviada pela ação de um campo eletromagnético. A radiação

eletromagnética, extraída tangencialmente da trajetória dos elétrons, é utilizada para experimentos nas linhas de luz⁶³

Na Figura 11 é apresentada uma visão geral do acelerador de partículas do CNPEM – Campinas e o conjunto de equipamentos necessários para produzir luz síncrotron.

Figura 11 – Anel de Luz Síncrotron LNLS/CNPEM



Fonte: o autor.

A radiação síncrotron, de espectro amplo, permite ver detalhes da matéria, com uma resolução fina. Quanto menor o comprimento de onda, mais ela penetra na estrutura atômica, revelando informações que nem sempre são vistas no microscópio eletrônico. A partir de um monocromador, é possível isolar um feixe com comprimento de onda da ordem de ângstrons, que é da mesma ordem da distância interatômica, possibilitando o estudo das estruturas cristalinas^{63,64}.

Quanto maior a intensidade do feixe incidente, maior é a precisão da análise de difração de raios x, pois maior é a intensidade dos picos de difração. A intensidade do feixe incidente é dependente das fontes de raios x, que podem ser classificadas como: Anodo selado; Anodo rotativo e Aceleradores de partícula de alta energia - Radiação Síncrotron.

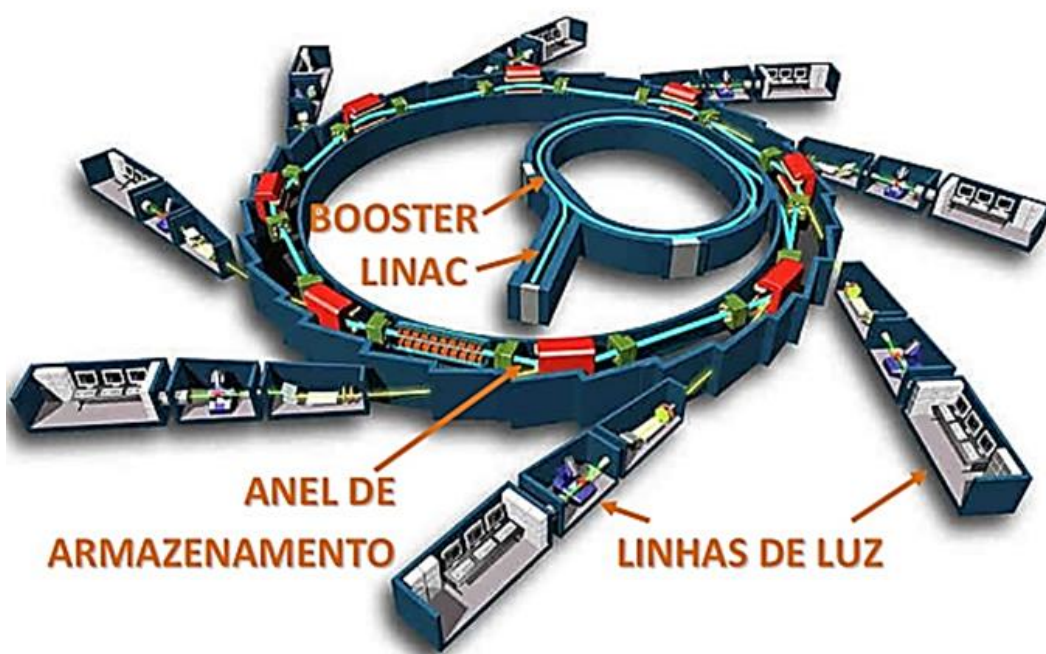
Dentre as fontes possíveis de raios X, a fonte síncrotron é a que oferece raios de mais alta energia. A radiação síncrotron é obtida a partir de um acelerador de partículas e, com ela, é possível detectar traços de elementos em amostras⁶⁵.

Uma fonte de luz síncrotron é composta por dois conjuntos principais de aceleradores de partículas: um Sistema Injetor e um Anel de Armazenamento.

O sistema injetor inclui um Acelerador Linear (Linac) e um Síncrotron Injetor (*Booster*) que são responsáveis pela produção do feixe de elétrons e sua aceleração até a energia de operação do Anel de Armazenamento. O Anel é o acelerador principal, responsável pelo armazenamento dos elétrons por longos períodos de tempo⁶⁴.

Na Figura 12 é apresentado um esquema ilustrativo da posição do *Booster* e a disposição das linhas de luz ao redor do anel de armazenamento.

Figura 12 – Esquema ilustrativo da disposição das linhas de luz ao redor do anel de armazenamento



Fonte: Synchrotron Soleil⁶⁶.

A Linha de Luz XRD1 é uma estação experimental dedicada a análises por difração de raios X em policristais na faixa de energia dos raios X duros (de 5,5 a 14 keV). A linha se dedica à determinação de parâmetros estruturais de amostras policristalinas, com aplicações em física, química, ciência e engenharia de materiais, geociências e ciências do ambiente, farmacologia e biologia. A linha também permite estudos em um amplo espectro de temperaturas (100 a 1070 K).

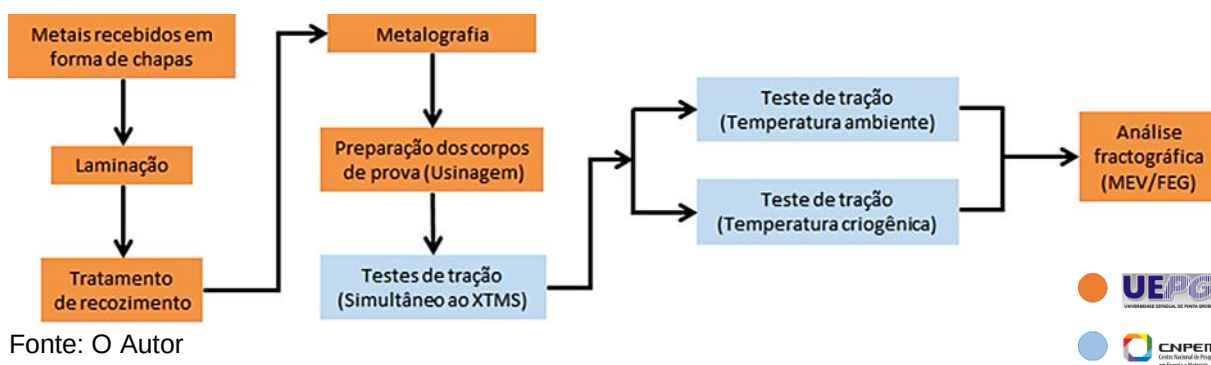
Esta estação experimental (XRD1) consiste de uma instalação construída em torno de um avançado simulador termo-mecânico, o sistema Gleeble® Synchrotron, o qual permite que o material de interesse seja sujeito a uma vasta faixa de condições termo-mecânicas. Além disso, linha conta com o sistema MYTHEN 24K, da Dectris®, um sistema com dois detectores lineares com resolução angular de $0,1^\circ$ e faixa de varredura de cada detector de aproximadamente $9,15^\circ$, com um gap de $0,5^\circ$ entre as varreduras. Um monocromador permite um comprimento de onda de $\lambda=1.0332$ ângstrons. Os tempos das medidas variam, tipicamente, entre 30 e 400 segundos, dependendo da amostra e dos objetivos das investigações^{64,67}.

Com base no levantamento bibliográfico realizado neste trabalho, verificou-se que têm sido realizados muitos estudos sobre o comportamento dos materiais em ambientes criogênicos. Neste contexto, informações a respeito de deformações em ambientes criogênicos podem ter grande interesse científico e tecnológico no que tange aos mecanismos envolvidos no processo, mudanças microestruturais e conseqüentemente de propriedades. Além disto, potenciais aplicações de materiais e até mesmo obtenção de parâmetros para processamento em ambientes criogênicos, justificam os esforços na caracterização de materiais e observação de fenômenos *in situ*. Sob esta perspectiva, torna-se fundamental o uso do sistema Gleeble® XTMS, que será descrito na parte experimental deste trabalho a partir da próxima seção.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste estudo, foram utilizados dois aços inoxidáveis: austenítico (316L) e ferrítico (430) e as amostras de ambos os materiais pesquisados foram obtidas de chapas comerciais. O fluxograma mostrado na Figura 13, auxilia no entendimento das etapas práticas do estudo e locais onde foram realizadas.

Figura 13 – Fluxograma do processo e locais de realização das etapas e técnicas utilizadas no estudo



A composição química dos aços estudados foi estabelecida por espectrômetro de emissão ótica, marca Ametek, modelo Spectromaxx, do Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais (CPM), do LNNano/CNPEM, é mostrada na tabela 2.

Tabela 2 – Composição química das amostras utilizadas - aços inoxidáveis AISI 316L (austenítico) e AISI 430 (ferrítico) obtida por meio de espectrômetro de emissão ótica. Valores expressos em %

AISI	UNS	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	Fe
316L	S31603	0,021	1,50	0,47	14,72	10,12	0,034	<0,006	2,05	eq.
430	S43000	0,051	0,45	0,45	13,81	0,19	0,023	<0,004	0,002	eq.

Fonte: O Autor.

A tabela 3, mostra a composição padrão para os dois tipos de aços inoxidáveis estudados.

Tabela 3 – Composições químicas padrões dos aços inoxidáveis AISI 316L (austenítico) e AISI 430 (ferrítico). Valores máximos expressos em %

AISI	UNS	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	Fe
316L	S31603	0,03	2,00	1,00	16,0 – 18,0	10,0 – 14,0	0,045	0,03	2,0 – 3,0	eq.
430	S43000	0,12	1,00	1,00	16,0 – 18,0	...	0,04	0,03	...	eq.

Fonte: Modificado de Washko⁴.

4.1 Preparação Das Amostras

4.1.1 Laminação

Para a preparação dos corpos de prova foram utilizadas chapas com espessura inicial de aproximadamente 5mm para os dois aços analisados. As chapas foram laminadas até uma espessura de 1,5 mm em um laminador americano Fenn, modelo 042/4 – 046 com diâmetro de cilindro laminador de 108 mm.

A Figura 14, mostra o equipamento de laminação utilizado, o qual encontra-se em um dos laboratórios do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) na Universidade Estadual de Ponta Grossa / PR (UEPG).

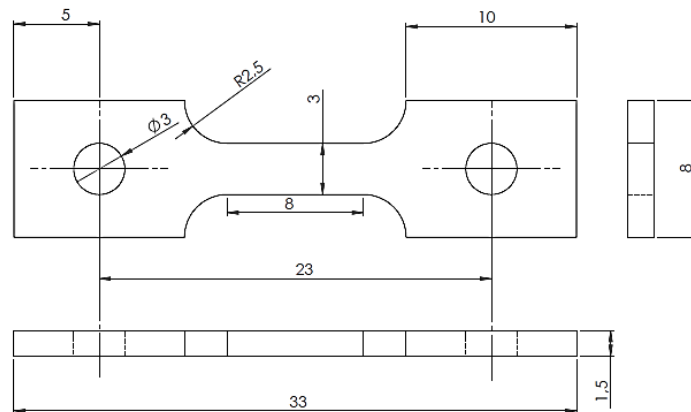
Figura 14 – Laminador Fenn, instalado no Laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, PR



Fonte: O Autor

Posteriormente à etapa de laminação, as amostras foram usinadas para obtenção dos corpos de prova, com 33 mm de comprimento, 8 mm de largura e 1,5 mm de espessura. A Figura 15 mostra o corpo de prova com suas dimensões finais adaptadas para utilização na Gleeble 3S50®.

Figura 15 – Corpo de prova utilizado. Dimensões em (mm)

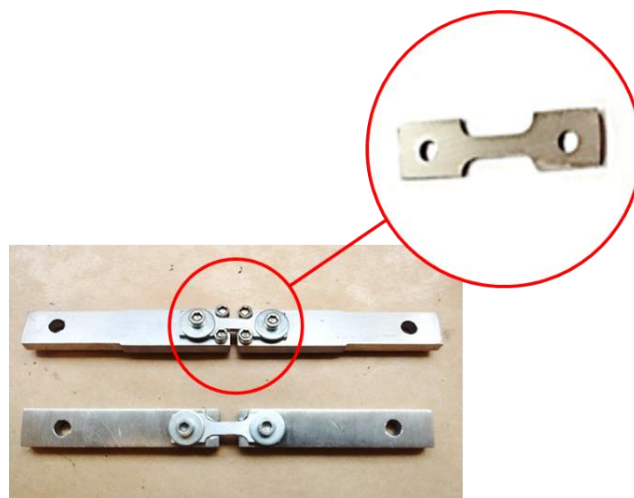


Fonte: O Autor

As amostras foram ajustadas a essas dimensões reduzidas para que os materiais a serem ensaiados pudessem ser acoplados a diferentes modelos de garras existentes no simulador termomecânico Gleeble 3S50®.

Na Figura 16 é mostrada uma outra adaptação de suportes, de forma a melhorar o suporte inicialmente projetado.

Figura 16 – Adaptação para melhor acomodação do corpo de prova



Fonte: O Autor

4.1.1 Recozimento

As amostras foram recozidas utilizando atmosfera de argônio e seguiram os patamares⁶⁸ indicados na Tabela 4.

Tabela 4 – Temperaturas e tempos de recozimento para as amostras estudadas

Metal	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Taxa (°C/min)
316L	1100	30	10
430	790	30	10

Fonte: O Autor

4.1.2 Metalografia

Para a realização da análise metalográfica as amostras de aço inoxidável AISI 316L e AISI 430 foram inicialmente embutidas em resina de cura a frio e posteriormente lixadas utilizando a lixas de 80#, 120#, 150#, 320#, 400#, 600#, 1200# e 1500#. A etapa de polimento, para posterior ataque químico, foi realizada com auxílio de polimento eletrolítico em sistema de eletro-polimento modelo Eletromet 4, marca Buehler®. Composição da solução eletrolítica utilizada para ambas as amostras estudadas foi de 800 mL álcool etílico (P.A), 140 mL de água destilada e 60 mL de ácido perclórico (HClO₄)⁶⁹. Para o ataque químico das amostras utilizou-se os reagentes metalográficos: Carpenter e Beraha II para o aço AISI 316L e Villela para o aço AISI 430.

A tabela 5 mostra a composição dos reagentes utilizados e os tempos aproximados de imersão das amostras.

Tabela 5 – Reagentes químicos utilizados para ataque das amostras estudadas.

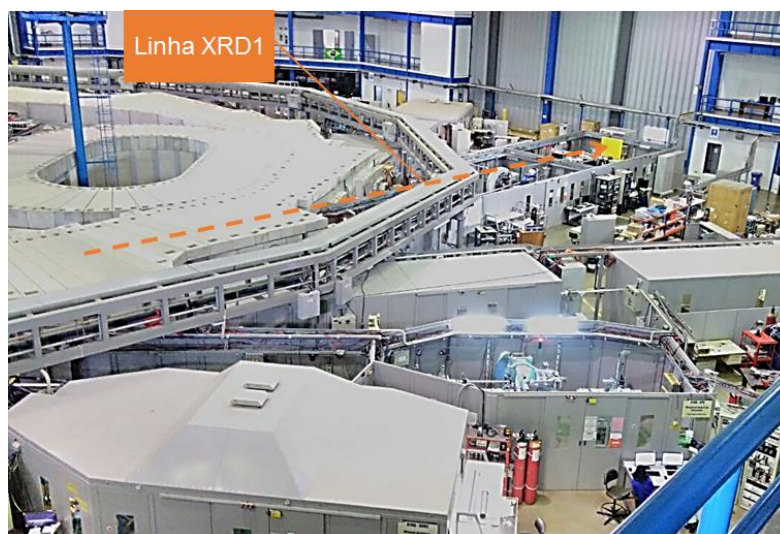
Amostra	Reagente	Composição do Reagente	Tempo de Imersão
AISI 316L	Carpenter	8,5 gramas cloreto de ferro (III) 2,4 gramas de cloreto de cobre (II) 122 mL de álcool 122 mL de ácido clorídrico (HCl) 6 mL de ácido nítrico (HNO ₃)	25 – 30 segundos
	Beraha II (modificado)	80 mL de água destilada 40 mL de ácido clorídrico (HCl) 4,8 gramas de bifluoreto de amônio (NH ₄)HF ₂ 1 grama de metabissulfito de potássio (K ₂ S ₂ O ₅)	25 – 30 segundos
AISI 430	Vilella	5 mL de ácido clorídrico (HCl) 2 gramas de ácido pícrico (C ₆ H ₃ N ₃ O ₇) 100 mL de álcool	1 – 1,5 minutos

Fonte: Martin (1985)⁶⁹.

4.1.3 Linha XTMS – Ensaio mecânico e Difração de Raios X in situ

A linha XTMS, (*X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation Station*), encontra-se instalada no segundo módulo da linha XRD1, (conforme Figura 17), no anel de luz síncrotron. Ambas as linhas integram um complexo sistema de testes e análises instalado no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais – CNPEM^{63,64,70}.

Figura 17 – Anel de luz síncrotron com detalhe de localização da linha XRD1



Fonte: CNPEM⁷⁰

O sistema conta com um simulador termomecânico Gleeble 3S50® para a realização dos testes físicos e os programas de aquisição e instrumentação, foram desenvolvidos através de parceria entre a *Dynamic System Inc.* (DSI) e equipes do CNPEM: LNNano (Laboratório Nacional de Nanotecnologia) e LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron). A capacidade de armazenamento do Anel de luz é de 1,37 GeV e injeção de corrente aproximada de 250 mA. Existem também dois monocromadores de silício instalados na linha XTMS. Quando a amostra é posicionada no interior do simulador, esta fica a uma distância de aproximadamente 17 metros do segundo monocromador. Ao passar pela amostra, o raio que incide sobre a mesma possui uma largura média de 1,2 mm (na direção vertical) e 3,6 mm (na direção horizontal).

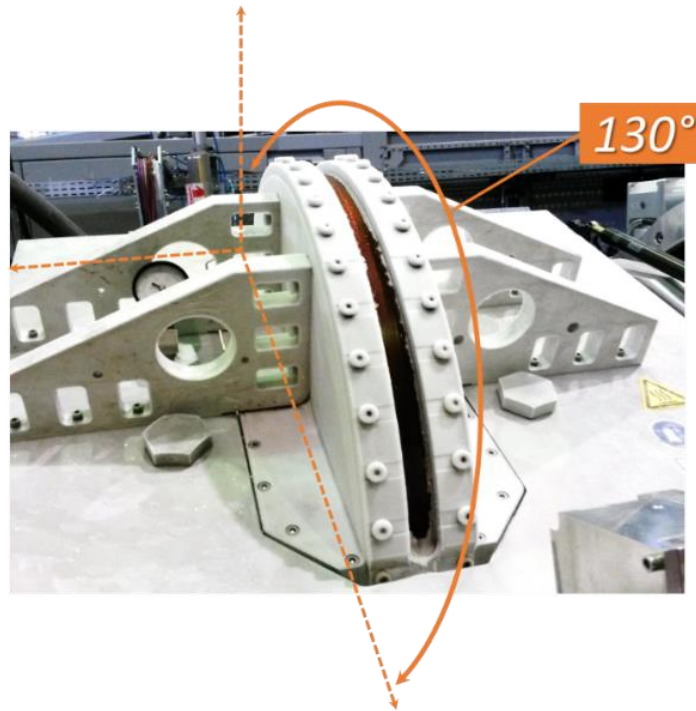
Com relação aos detectores de raios X, o sistema utiliza dois tipos os quais se dividem em detectores tipo linear Mythen 1K e detectores de área *Rayonix* SX165CCD. A posição dos detectores varia entre 360 a 600 mm radialmente em relação à superfície da amostra⁶⁷.

A taxa de deformação utilizada na Gleeble foi de 10^{-4} s^{-1} e os perfis de difração foram coletados entre 4 e 10 segundos. A energia de radiação transmitida pela linha XTMS sobre a amostra é da ordem de 12 keV e comprimento de onda $\lambda=1,0332 \text{ \AA}$ ⁷⁰.

Para que o feixe de luz síncrotron possa incidir corretamente sobre as amostras ensaiadas, a cada troca de amostra, devem ser realizados ajustes de geometria e posicionamento no interior do simulador termomecânico.

Na Figura 18, é mostrada a parte superior da câmara, a qual possui uma tampa equipada com um janela especial de um material polimérico fabricado pela Dupont®.

Figura 18 – Detalhe da parte superior da câmara da Gleeble 3S50®

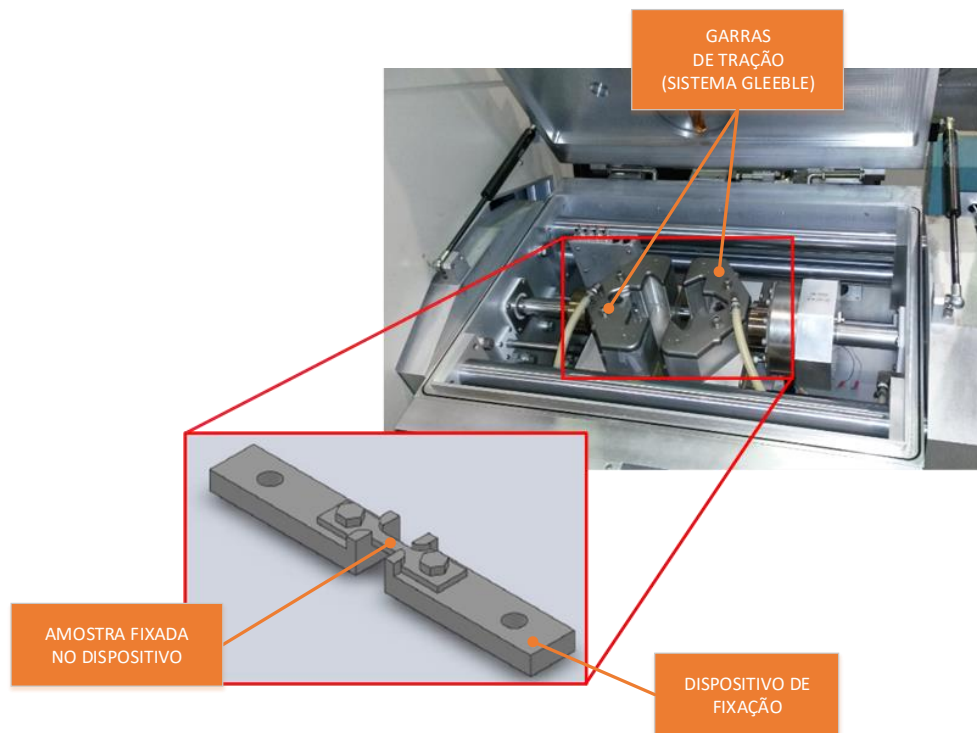


Fonte: O Autor

Trata-se de um filme de poliamida conhecido comercialmente como Kapton e que possui grande transparência aos raios X. A janela situa-se 280 mm da amostra e permite uma faixa angular de 130° e o ângulo de difração 2θ pode variar entre -5° e 125° ⁶⁷.

A Figura 19 fornece uma visão do interior da câmara (que possui a opção de injetar nitrogênio líquido diretamente sobre a amostra) onde o corpo de prova é tracionado.

Figura 19 – Detalhe do interior da câmara da Gleeble e do dispositivo de acomodação da amostra



Fonte: O Autor

Os dados de difração foram sincronizados (ensaio mecânico e difração de raios X) com o auxílio do software MATLAB®, com um algoritmo desenvolvido por Faria (2014)⁷¹ e o software Panalytical High-ScorePlus® foi utilizado para ajustar perfis de difração, utilizando funções gaussianas para obter os parâmetros de interesse tais como: intensidade integrada, posição de pico e largura à meia altura (FWHM, do inglês *full width at half maximum*).

Para a obtenção dos mapas de cores dos dados de difração, foi utilizado um algoritmo elaborado por Babu (2005)⁷², suportado para o programa IgorPro®.

A superfície de difração pode ser afetada por mudanças nas dimensões das amostras decorrentes da deformação e de mudanças de temperatura. O fator temperatura não foi considerado devido esta permanecer constante durante todo o teste, em aproximadamente -180°C.

A posição e a intensidade dos picos de difração são corrigidas de acordo com as seguintes equações, respectivamente:

$$\Delta(2\theta) = \tan^{-1}((\varepsilon)(t/g)(\sin(2\theta_{obs})/\sin(\omega))) \quad (6)$$

$$I(2\theta) \approx (I_{obs}(2\theta))e^{-(1+(\sin(\omega)/\sin(2\theta-\omega)))} \quad (7)$$

Onde: $\Delta(2\theta)$ é a posição corrigida do ângulo de difração, $2\theta_{obs}$ é o ângulo observado, t é a espessura da amostra, ω é o ângulo do feixe incidente, ε é a deformação da amostra, g é a distância entre o centro do detector e região irradiada da amostra, $I(2\theta)$ é a intensidade corrigida, $I_{obs}(2\theta)$ é a intensidade medida e θ é o ângulo corrigido do pico de difração.

4.1.4 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram analisados construindo-se curvas a partir dos dados de engenharia, onde a tensão é dada pela equação 8:

$$\sigma_e = \frac{F}{A_0} \quad (8)$$

Onde σ_e = tensão de engenharia, F = carga aplicada e A_0 = área inicial.

A deformação de engenharia, por sua vez, é dada pela variação do comprimento da amostra em relação ao comprimento inicial e expressa pela equação 9:

$$\varepsilon_e = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (9)$$

Onde ε_e = deformação de engenharia, Δl = a variação de comprimento e l_0 = comprimento inicial.

Posteriormente, estes dados foram analisados em termos de tensão versus deformação real. Para isto, a tensão real a cada instante do ensaio é dada pela equação 10:

$$\sigma_r = \sigma_e(1 + \varepsilon_e) \quad (10)$$

Onde σ_r = tensão real.

A deformação real correspondente para cada instante é dada pela equação 11:

$$\varepsilon_r = \ln(1 + \varepsilon_e) \quad (11)$$

Onde ε_r = deformação real.

Considerando-se a curva real, para valores dentro do regime plástico com limite até o alongamento uniforme, é possível fazer ajuste analítico dos dados por meio da equação de Hollomon (12):

$$\sigma = K \times \varepsilon^n \quad (12)$$

Onde K e n são constantes de tensão e expoente de encruamento, respectivamente.

Ao aplicar-se função $\ln$ na equação anterior, tem-se (13):

$$\ln(\sigma) = \ln(K) \times n \times \ln(\varepsilon) \quad (13)$$

Se forem tomados 2 pontos quaisquer dentro do regime válido, a equação anterior pode ser reescrita conforme equação (14) e equação (15).

$$\ln(\sigma_1) = \ln(K) \times n \times \ln(\varepsilon_1) \quad (14)$$

$$\ln(\sigma_2) = \ln(K) \times n \times \ln(\varepsilon_2) \quad (15)$$

Ao subtrair-se equação (15) da equação (14), tem-se a equação (16).

$$\ln(\sigma_1) - \ln(\sigma_2) = n \times \ln(\varepsilon_1) - n \times \ln(\varepsilon_2) \quad (16)$$

Aplicando-se propriedade dos logaritmos, têm-se a equação (17):

$$n = \frac{\ln\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right)}{\ln\left(\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2}\right)} \quad (17)$$

Onde n é o expoente de encruamento e pode ser obtido por meio da inclinação da curva tensão versus deformação real.

4.1.5 Análise da superfície de fratura – MEV/FEG

A análise da superfície de fratura dos materiais foi realizada utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (MEV/FEG do inglês, *Field Emission Gun*), modelo MIRA3[®], da TESCAN, instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuário da UEPG (C-Labmu).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização Inicial Dos Materiais

5.1.1 AISI 316L

As Figuras 20, 21 e 22, apresentam as micrografias nas direções normal, longitudinal e transversal à laminação, respectivamente, para o aço 316L, após a conclusão dos ciclos de laminação e, posterior recozimento a 1100 °C por 30 minutos e resfriado em água. As imagens das microestruturas das amostras estudadas foram obtidas por meio de microscopia óptica, utilizando um microscópio Olympus modelo BX – 51M. Os reagentes metalográficos e aumentos conforme legenda.

Figura 20 – Micrografia do aço AISI 316L na direção normal à laminação. Ataque: Carpenter; tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recristalização: 1100 °C; tempo: 30 minutos



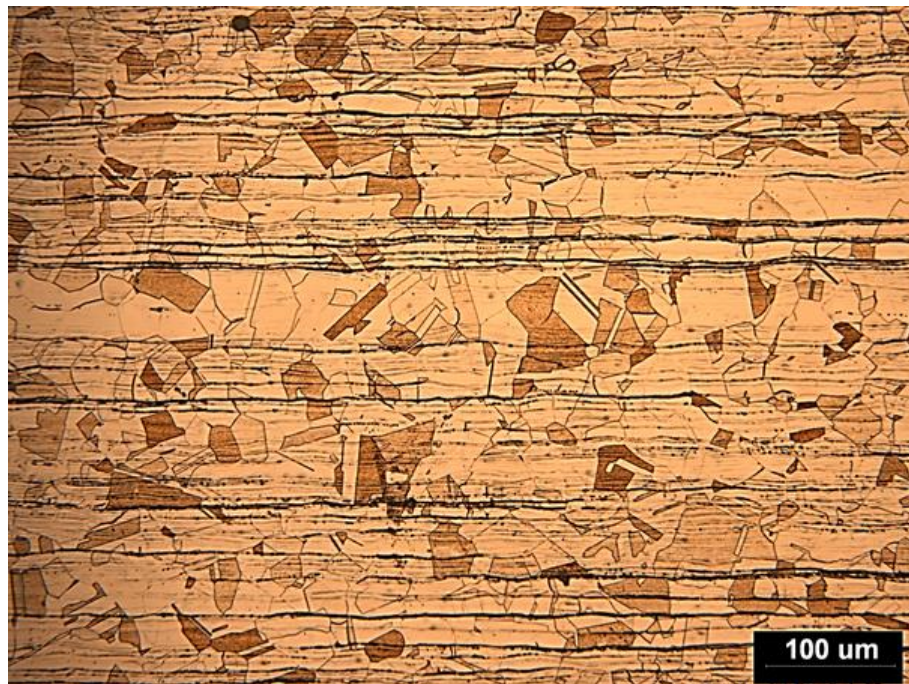
Fonte: O Autor

Figura 21 – Micrografia do aço AISI 316L na direção longitudinal à laminação. Ataque: Carpenter; tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recozimento: 1100 °C durante 30 minutos



Fonte: O Autor

Figura 22 – Micrografia do aço AISI 316L na direção transversal à laminação. Ataque: Carpenter; tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recozimento: 1100 °C durante 30 minutos

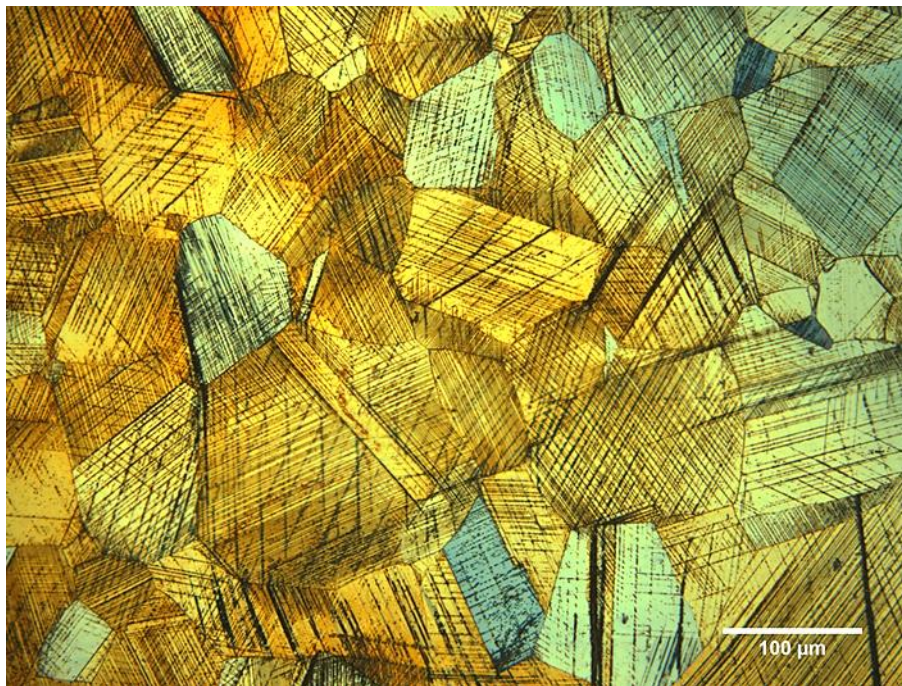


Fonte: O Autor

A presença de grãos equiaxiais e maclas de recozimento nas três direções estudadas pode ser observada em uma análise das figuras 20, 21 e 22. Isso é um bom indicativo de que o tratamento térmico promoveu, ao menos parcialmente, a recristalização. Além disto, pontos escuros assinalados na figura 20, sugerem a presença de ferrita delta (δ), o que é esperado para esta classe de aços austeníticos.

A imagem ilustrada na Figura 23 representa uma maior ampliação da microestrutura do aço AISI 316L na direção normal à laminação

Figura 23 – Micrografia do aço AISI 316L na direção normal à laminação. Ataque: Beraha II (modificado); tempo de imersão 25 a 30 segundos; Temperatura de recozimento: 1100 °C durante 30 minutos



Fonte: O Autor

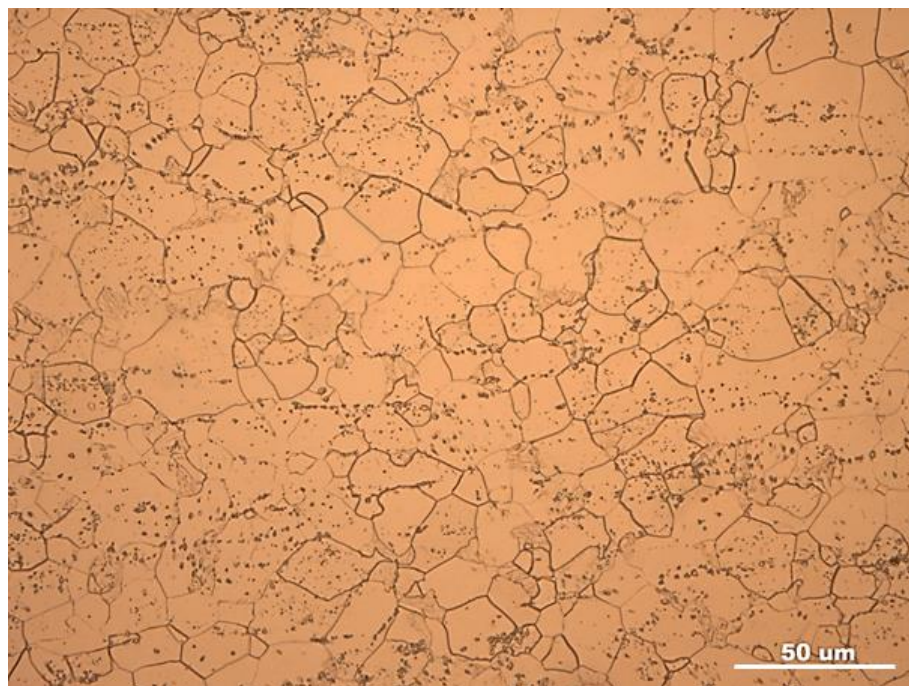
Pela observação desta micrografia, fica evidenciado que embora o tratamento térmico tenha promovido uma recristalização parcial, com grãos equiaxiais, ainda está presente algum grau de deformação. Esta afirmação é corroborada pela grande quantidade de defeitos de maclas de deformação, semelhantes a reportadas na literatura para materiais deformados⁷³.

O valor médio de dureza obtido para o aço 316L, nas condições iniciais, foi de 319,5 HV com desvio padrão de 14HV.

5.1.2 AISI 430

As figuras 24, 25 e 26 apresentam as micrografias do aço inoxidável ferrítico AISI 430 nas direções normal, longitudinal e transversal ao sentido de laminação, respectivamente.

Figura 24 – Micrografia do aço AISI 430 na direção normal à laminação. Ataque: Vilella (modificado); tempo de imersão 1 a 1,5 minutos; Temperatura de recozimento: 790 °C durante 30 minutos



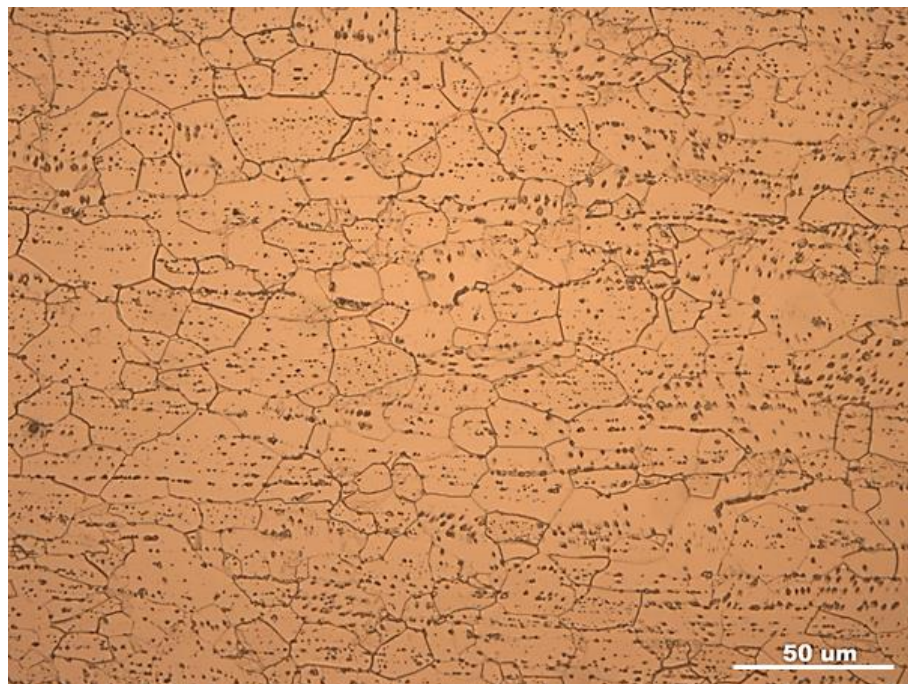
Fonte: O Autor

Figura 25 – Micrografia do aço AISI 430 na direção longitudinal à laminação. Ataque: Vilella (modificado); tempo de imersão 1 a 1,5 minutos; Temperatura de recozimento: 790 °C durante 30 minutos



Fonte: O Autor

Figura 26 – Micrografia do aço AISI 430 na direção transversal à laminação. Ataque: Vilella (modificado); tempo de imersão 1 a 1,5 minutos; Temperatura de recozimento: 790 °C durante 30 minutos



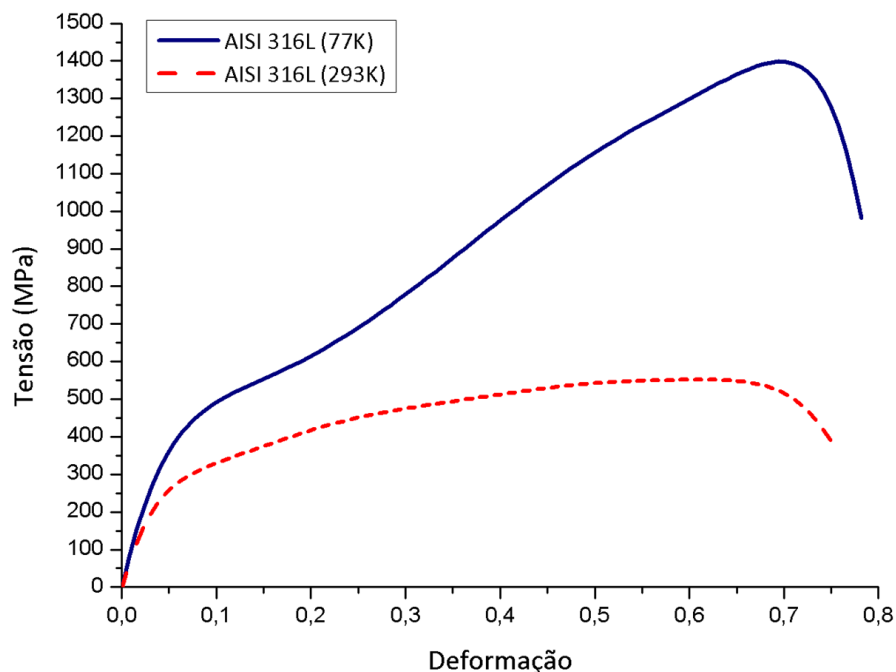
Fonte: O Autor

Pode-se observar, também, para esse aço uma presença de grãos equiaxiais nas três direções estudadas, o que indica a efetividade do tratamento de recristalização. O valor médio de dureza obtido para o aço AISI 430 nas condições iniciais foi de 203 HV, com desvio padrão de 14HV.

5. 2 Ensaio De Tração

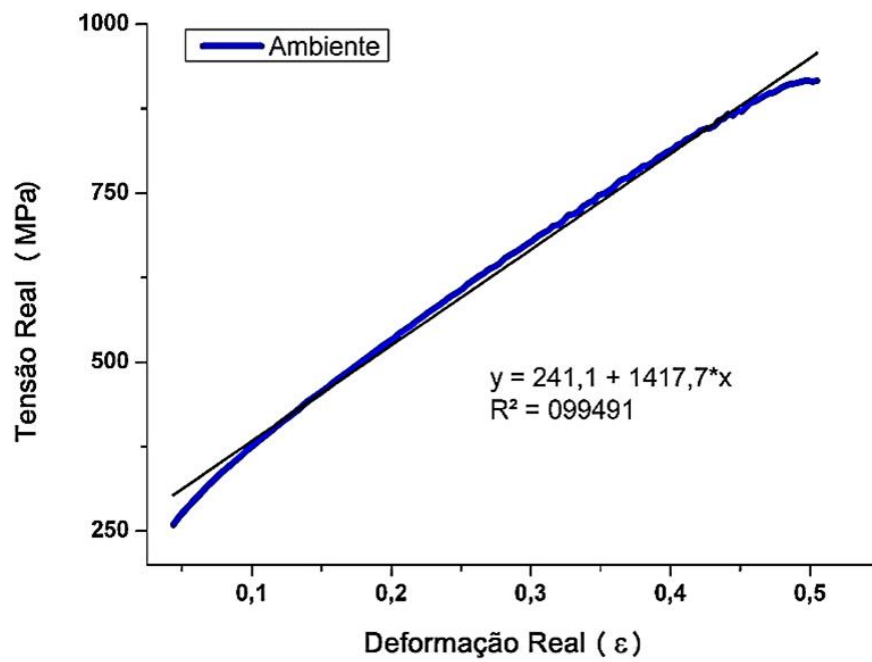
Nas figuras 27, 28 e 29, são mostrados os resultados obtidos com testes de tração de à temperatura ambiente e criogênica para os aços AISI 316L. A Figura 27 trata-se de tensão *versus* deformação de engenharia em temperatura ambiente e criogênica e as Figuras 28 e 29 tratam-se das curvas de tensão *versus* deformação verdadeiras para o mesmo aço em temperaturas ambiente e criogênica, respectivamente.

Figura 27 – Curvas tensão *versus* deformação de engenharia para o aço AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K)



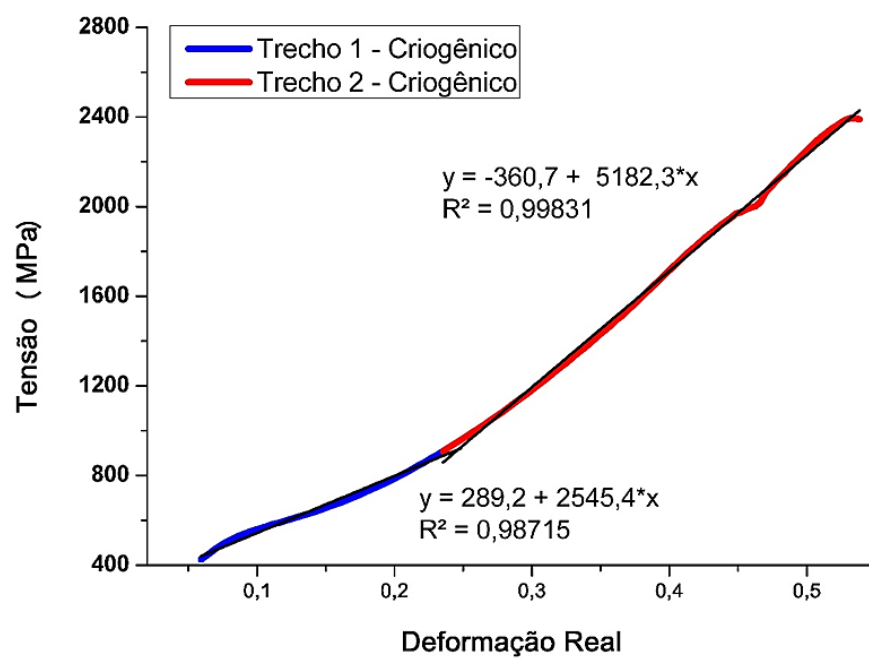
Fonte: O Autor

Figura 28 – Curva tensão *versus* deformação verdadeira para o aço AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 29 – Curva tensão *versus* deformação verdadeira para o aço AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Fica evidente, pela comparação das curvas verdadeiras 25 e 26 que há diferença no comportamento do aço AISI 316 L quando deformado em temperatura ambiente e criogênica. A evidência mais pronunciada é que na curva de tensão deformação relacionada ao ensaio realizado à temperatura criogênica ocorre uma mudança de inclinação (expoente de encruamento) pronunciada próximo a 0,23 de deformação real. Estas inclinações estão assinaladas no gráfico como trecho 1 e trecho 2. Este tipo de comportamento é reportado na literatura como função da mudança de mecanismo preponderante associado à deformação plástica, enquanto que para o material deformado à temperatura ambiente há uma única inclinação, ou seja, um único mecanismo mais preponderante do início ao fim da deformação⁷⁴.

Os expoentes de encruamento calculados pelo método analítico descrito no capítulo anterior a partir da equação de Hollomon são listados na Tabela 6.

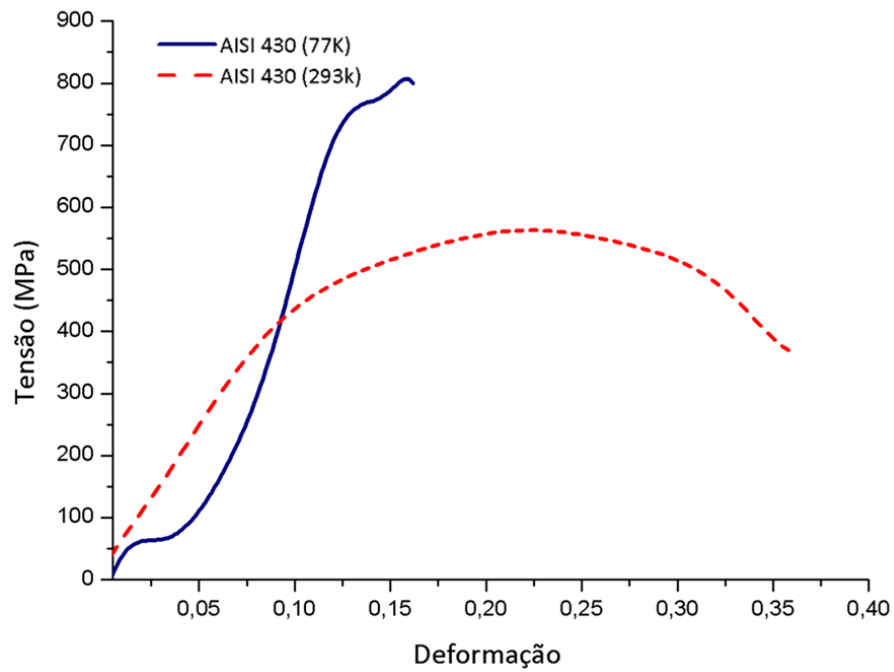
Tabela 6 – Expoentes de encruamento calculados por meio de ajustes feitos a partir da equação de Hollomon das curvas tensões versus deformações verdadeiras dos ensaios realizados em temperatura ambiente e criogênica. Cálculos efetuados pelo método analítico para os trechos válidos de deformação e regiões indicadas na tabela.

Curva	Região	Expoente de encruamento (n)
Ambiente	Única	$n = 0,54$
Criogênica	Trecho 1	$n_1 = 0,50$
Criogênica	Trecho 2	$n_2 = 1,26$

Fonte: O autor.

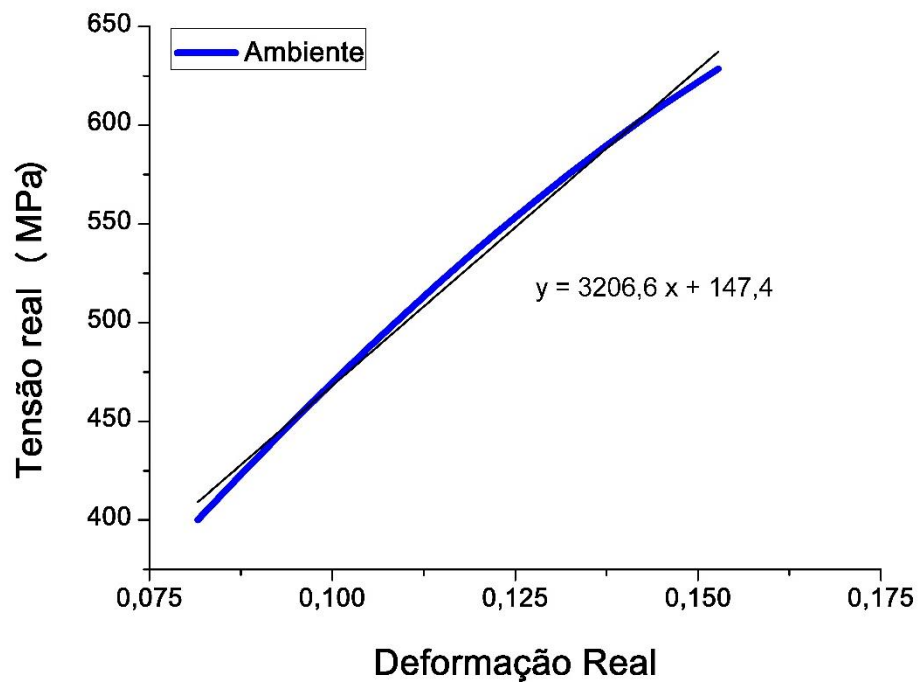
Nas Figuras 30, 31 e 32, são mostrados os resultados obtidos com testes de tração de à temperatura ambiente e criogênica para os aços AISI 430. A Figura 30 trata-se de tensão *versus* deformação de engenharia em temperatura ambiente e criogênica e as Figuras 31 e 32 tratam-se das curvas de tensão *versus* deformação verdadeiras para o mesmo aço em temperaturas ambiente e criogênica, respectivamente.

Figura 30 – Curvas tensão *versus* deformação de engenharia para o aço AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K)



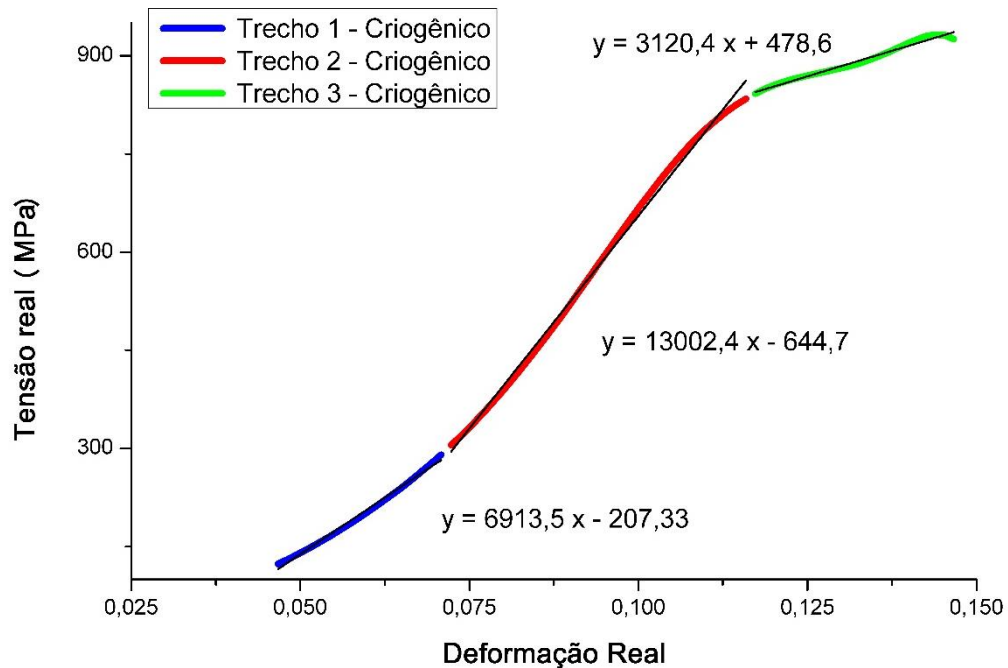
Fonte: O Autor

Figura 31 – Curva tensão *versus* deformação verdadeira para o aço AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 32 – Curva tensão versus deformação verdadeira para o aço AISI 430 ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Fica evidente, pela comparação das curvas verdadeiras 31 e 32 que há diferença no comportamento do aço AISI 430 quando deformado em temperatura ambiente e criogênica. A evidência mais pronunciada é que na curva de tensão deformação relacionada ao ensaio realizado à temperatura criogênica ocorre duas mudanças de inclinação (expoente de encruamento) pronunciada próximo a 0,075 e 0,12 de deformação real. Estas inclinações estão assinaladas no gráfico como trecho 1, trecho 2 e trecho 3. Da mesma forma que explicado anteriormente para o aço AISI 316L, este tipo de comportamento é reportado na literatura como função da mudança de mecanismo preponderante associado à deformação plástica, enquanto que para o material deformado à temperatura ambiente há uma única inclinação, ou seja, um único mecanismo mais preponderante do início ao fim da deformação⁷⁴.

Os expoentes de encruamento calculados pelo método analítico descrito no capítulo anterior a partir da equação de Hollomon são listados na tabela 7.

Tabela 7 – Expoentes de encruamento calculados por meio de ajustes feitos a partir da equação de Hollomon das curvas tensões versus deformações verdadeiras dos ensaios realizados em temperatura ambiente e criogênica. Cálculos efetuados pelo método analítico para os trechos válidos de deformação e regiões indicadas na tabela.

Curva	Região	Expoente de encruamento (n)
Ambiente	Única	$n = 0,75$
Criogênica	Trecho 1	$n1 = 2,06$
Criogênica	Trecho 2	$n2 = 2,16$
Criogênica	Trecho 3	$n2 = 0,48$

Fonte: O Autor.

Na tabela 8 é apresentado um resumo com as propriedades mecânicas obtidas nestes testes de tração em temperatura ambiente e criogênica.

Tabela 8 – Resultados de propriedades mecânicas obtidas nos testes de tração em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K).

MATERIAL	AISI 316L (293K)	AISI 316L (77K)	AISI 430 (293K)	AISI 430 (77K)
Redução de Área (%)	79	67	81	15
Alongamento Total	0,75	0,78	0,36	0,16
Variação em Alongamento (%)		4		-56
Alongamento Uniforme	0,57	0,69	0,22	--
Variação do Alongamento Uniforme (%)		21		--
		$n1 = 0,50$		$n1 = 2,06$
Expoente de Encruamento	$n = 0,54$		$n=0,75$	$n2 = 2,16$
		$n2 = 1,26$		$n3 = 0,48$
Tensão de Escoamento (MPa)	296	470	477	--
Limite de Resistência (MPa)	566	1411	564	807
Variação do Lim. Escoamento (%)		159		--
Variação do limite de Resistência (%)		249		143

Fonte: O Autor.

Para o aço inoxidável AISI 316L, várias diferenças são observadas para as temperaturas utilizadas no ensaio. Pode ser claramente observado um grande

aumento no limite de escoamento (159%) e no limite de resistência (249%) da amostra ensaiada em temperatura criogênica.

O alongamento final, não apresentou grande diferença de valores quando comparadas às temperaturas ensaiadas, entretanto a forma da curva obtida em temperatura criogênica se apresenta muito diferente da observada em ensaios convencionais.

Outra diferença evidente entre as curvas está no formato, com uma forma parabólica usual apresentada em temperatura ambiente e uma espécie de forma sigmoidal apresentada em temperatura criogênica. Vários autores já observaram a forma sigmoidal e sua variação de declive é comumente associada à formação de martensita induzida por deformações em aços inoxidáveis austeníticos⁷⁵⁻⁷⁸.

A martensita induzida por deformação pode ser associada ao efeito TRIP e ao aumento de resistência em aços inoxidáveis austeníticos. Trabalhos anteriores observaram que a martensita transformada se apresentava em estruturas pequenas e homogeneamente dispersas ao longo de uma matriz austenítica dúctil⁷⁹.

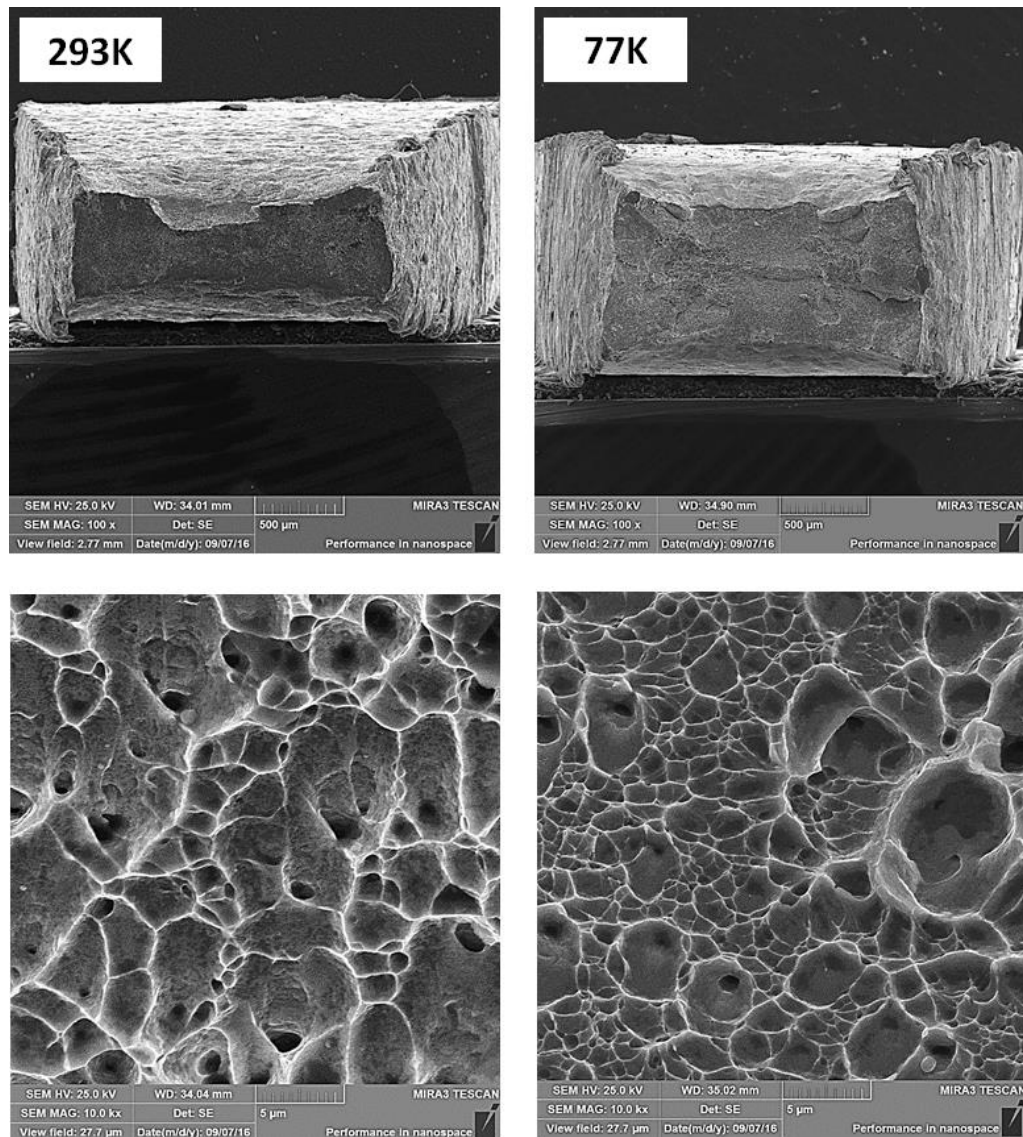
Para o aço AISI 430, houve um aumento significativo no limite de resistência à tração, entretanto este apresentou uma grande redução no alongamento final. Além disso, observa-se grande diferença no formato das curvas obtidas.

5.3 Fractografia

Observa-se uma menor redução de área para a amostra testada à temperatura criogênica e, para essa mesma temperatura, nota-se uma maior formação de *dimples* devido ao aumento da quantidade de defeitos proporcionados pela supressão da recuperação dinâmica.

Uma comparação entre as superfícies de fratura para o aço AISI 316L testado à temperatura ambiente e criogênica, respectivamente, é mostrada na Figura 33.

Figura 33 – Fractografia das amostras de aço inoxidável AISI 316L ensaiadas a temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K), respectivamente.

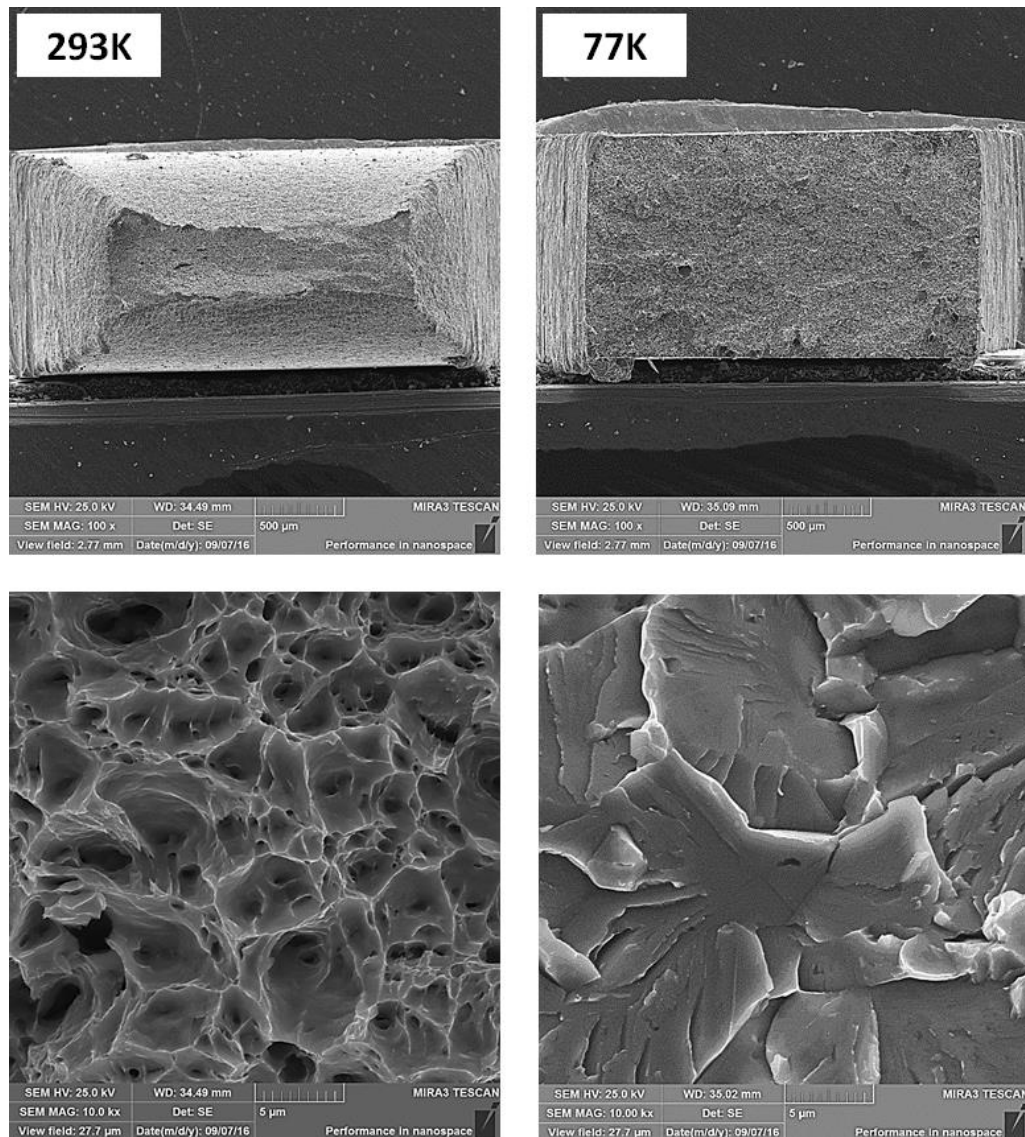


Fonte: O Autor

As superfícies de fratura das amostras do aço AISI 430, também testadas em temperatura ambiente e temperatura criogênica, respectivamente, são mostradas na Figura 34.

Neste caso, observa-se também um aumento na resistência final para o aço inoxidável AISI 430, contudo com perda significativa de ductilidade para a condição criogênica. Esse comportamento é esperado para metais CCC, que têm maior EDE que os metais de estrutura CFC e geralmente apresentam transição dúctil-frágil, evidenciado pelas marcas de rios, com menor alongamento final.

Figura 34 – Fractografia de amostra de aço inoxidável AISI 430 deformado em temperaturas ambiente (293K) e criogênica (77K), respectivamente.



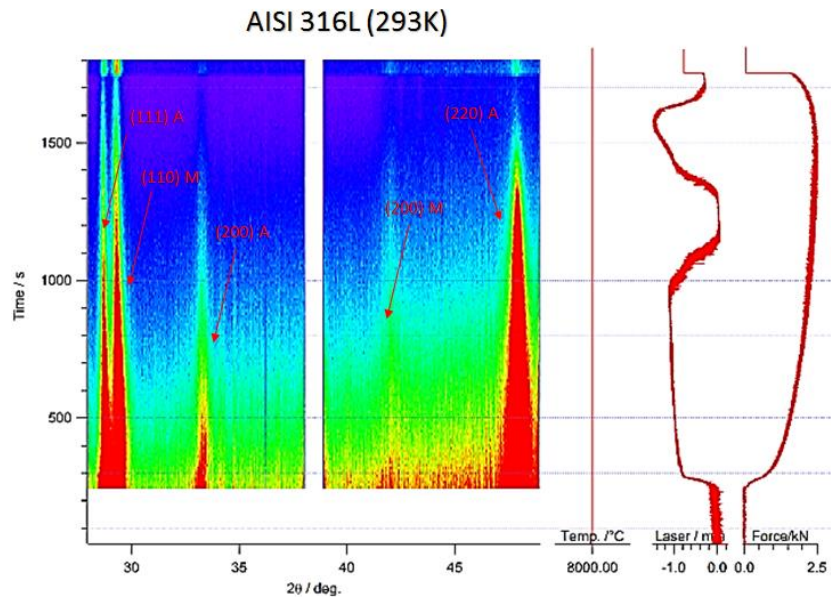
Fonte: O Autor

5.4 Difração De Raios X Utilizando Radiação Síncrotron

5.4.1 AISI 316L

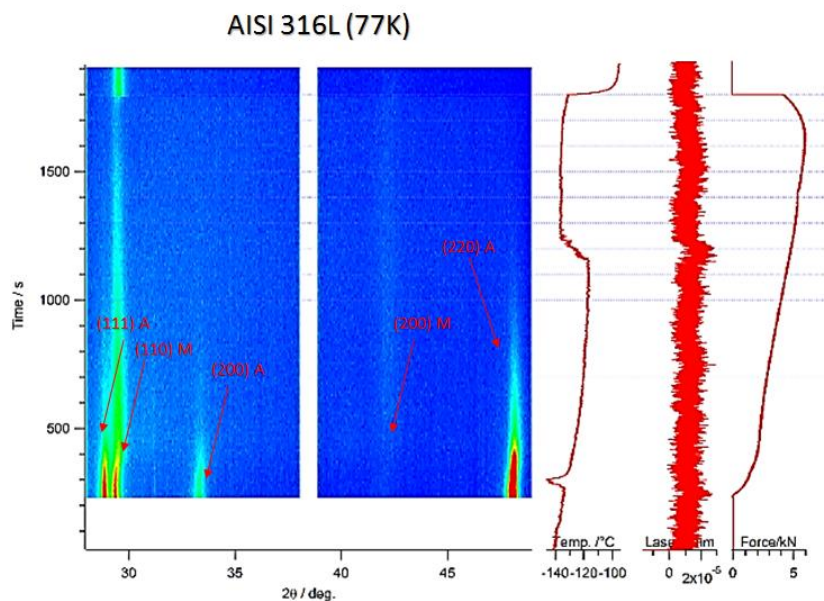
Nas Figuras 35 e 36 são mostrados os mapas de difração para as amostras do aço AISI 316L, testadas em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente.

Figura 35 – Mapa de difração para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K).



Fonte: O Autor

Figura 36 – Mapa de difração para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Nestes mapas, a intensidade crescente de difração é indicada pela sequência de cores: azul, verde, amarelo, laranja e vermelho. Assim, cor azul indica baixa intensidade dos perfis de difração, enquanto que a cor vermelha representa elevadas intensidades atingidas pelos perfis.

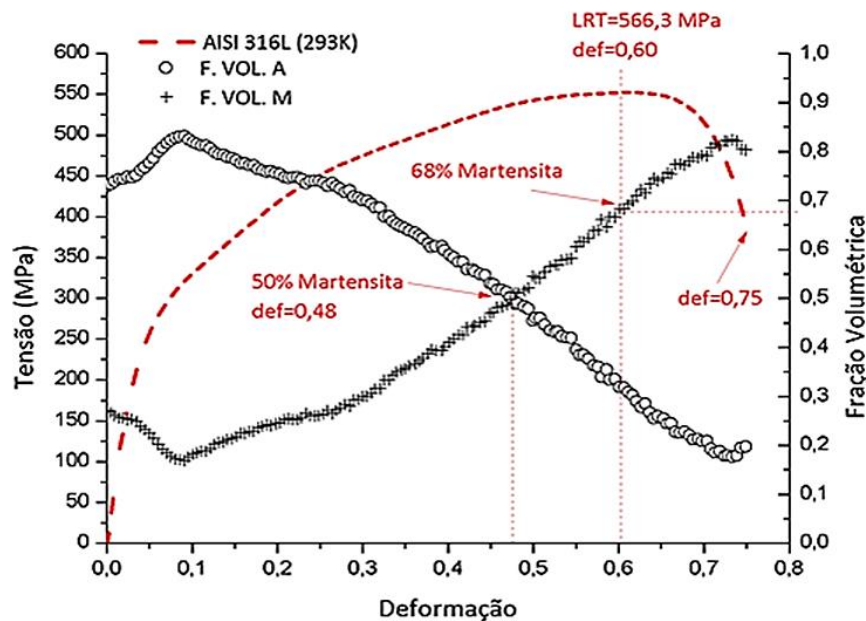
Este código de cores varia no eixo Y do mapa de acordo com os pontos da curva do ensaio de tração apresentado na extrema direita da figura.

Para este material, ao longo do ensaio de tração foram obtidos 177 perfis de difração para cada temperatura com os quais foram construídos os mapas de difração apresentados.

A linha XTMS possui um sistema à laser, o qual possibilita uma medida da variação da espessura do corpo de prova, durante a realização do teste. Entretanto, esse sistema não pôde ser utilizado para as temperaturas criogênicas devido à interferência ocasionada sobre o feixe de laser pelo nitrogênio injetado no interior da câmara de teste. Em função disso, esse sistema de correção foi desconsiderado também para os testes realizados para temperatura ambiente.⁶⁷

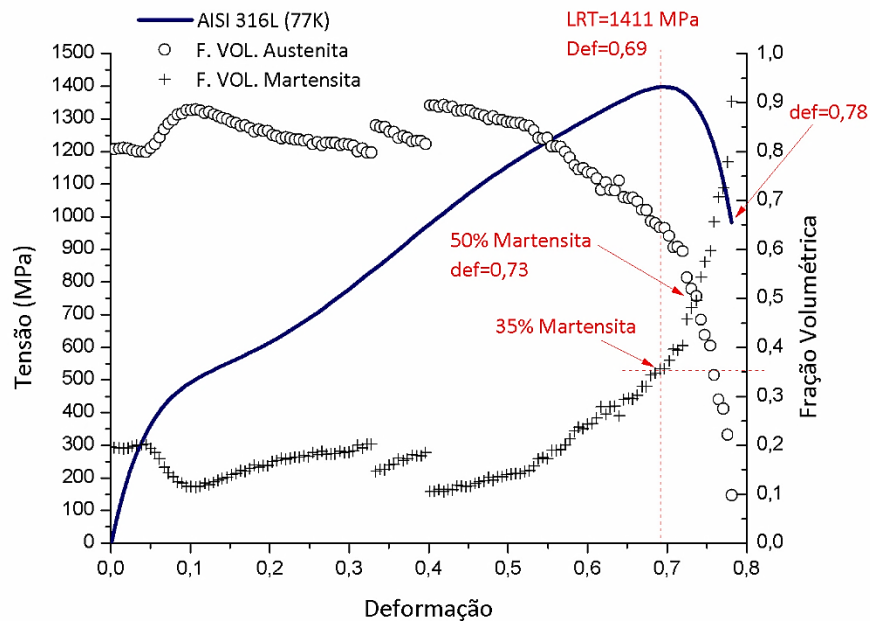
A partir da análise dos dados de difração de raios X obteve-se também os gráficos da variação de fração volumétrica das fases de austenita e martensita para o aço AISI 316L ao longo do ensaio de tração. As Figuras 37 e 38 mostra os gráficos obtidos para as amostras do aço citado ensaiadas à temperatura ambiente e criogênica, respectivamente.

Figura 37 – Variação da fração volumétrica para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 38 – Variação da fração volumétrica para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Para a temperatura ambiente (293K) observa-se um aumento constante da fração volumétrica de martensita ao longo do ensaio, indicando a formação da martensita induzida por deformação a partir da fase de austenita.

Por sua vez, no gráfico referente à temperatura criogênica (77K) a fração volumétrica de martensita formada, obteve um crescimento contínuo a partir de uma deformação de aproximadamente 0,4.

Comparando os gráficos de ambas as temperaturas testadas, nota-se um retardo na formação da martensita induzida por deformação, para o ensaio criogênico. Este fato pode ser evidenciado pelo valor de deformação necessário (0,73) para a formação de aproximadamente 50% de martensita. Em contrapartida, para o ensaio realizado à temperatura ambiente (293K), a formação de 50% de martensita já ocorre para um valor de deformação de 0,48.

Esse comportamento é bem estabelecido para vários materiais deformados em temperatura criogênica uma vez que uma restrição parcial é imposta aos mecanismos convencionais de deformação plástica⁸⁰.

Observa-se ainda, que nos limites de resistência à tração, as frações volumétricas de martensita formada para ambas as temperaturas, diferem

consideravelmente. Sendo que para o ensaio criogênico a fração volumétrica de martensita formada foi de 35% e para o ensaio realizado à temperatura ambiente, a fração transformada foi praticamente o dobro, atingindo o valor de 68%.

Essa diferença da fração volumétrica formada pode estar associada às diferenças nas formas das curvas de tensão deformação em função de uma menor contribuição da transformação martensítica como mecanismo de deformação no alongamento total.

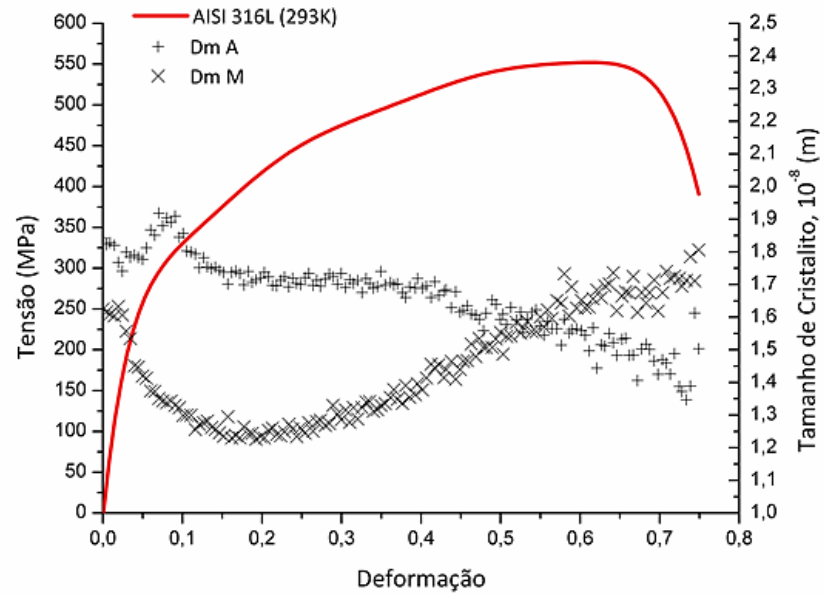
Deve-se ressaltar que nos pontos iniciais das curvas os dados podem estar sujeitos à distorções em função de vários fatores, como por exemplo:

- Presença de ferrita delta residual, cujos picos de difração são idênticos aos da martensita;
- Os valores dos ângulos de difração de martensita e austenita são muito próximos ($29,3532^\circ$ - plano (110); $28,7935^\circ$ - plano (111), respectivamente) e para baixos valores de deformação a suas respectivas intensidades são muito diferentes. No processo de ajuste e deconvolução dos picos, a precisão no cálculo da fração volumétrica é muito comprometida.
- Para baixos valores de alongamento a deformação permanece, predominantemente, no regime elástico.

Por outro lado, nos pontos finais das curvas, a precisão do cálculo da fração volumétrica é comprometida em função da estricção do corpo de prova. Com a redução da secção transversal do mesmo, o caminho percorrido pelos raios X incidentes, torna-se maior, bem como a distância entre a superfície do corpo de prova e o detector de raios X.

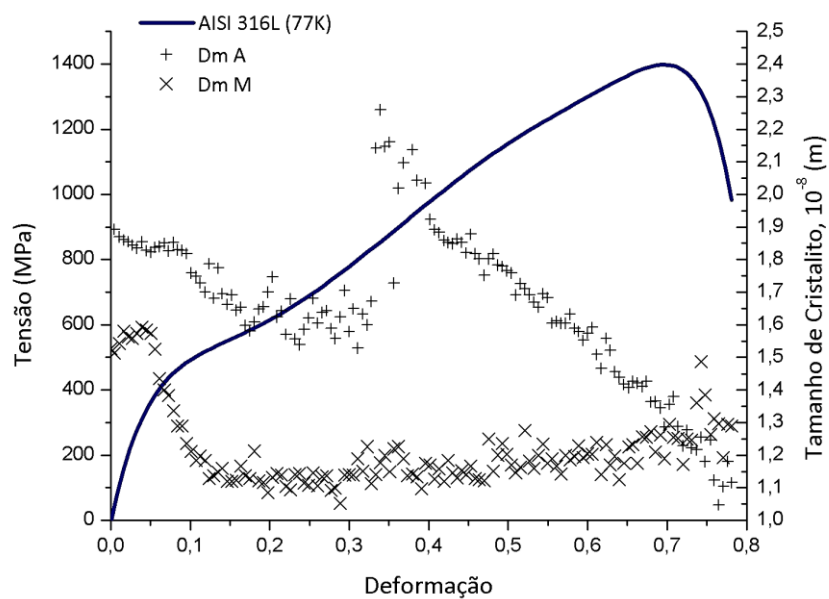
As variações dos tamanhos de cristalito de austenita e martensita em função das temperaturas de ensaio, podem ser visualizadas nas Figuras 39 e 40, respectivamente.

Figura 39 – Variação do tamanho de cristalito para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 40 – Variação do tamanho de cristalito para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Desconsiderando as deformações iniciais e finais, conforme explicado anteriormente, para o ensaio realizado à temperatura ambiente, verifica-se que o tamanho de cristalito da austenita decresce continuamente enquanto que a martensita exibe um aumento do tamanho de cristalito com a evolução da deformação.

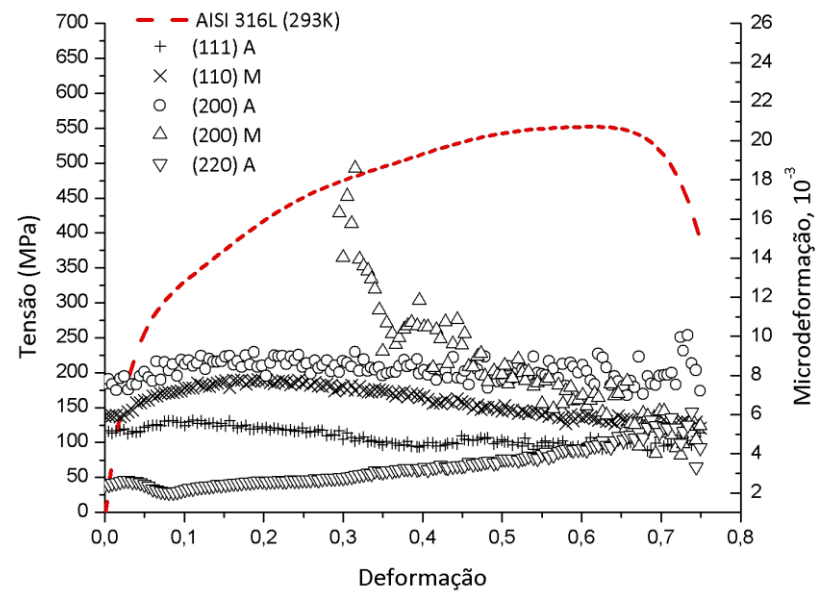
Este fato está associado à deformação contínua da austenita, resultando em sub-grãos cada vez menores com o alongamento. Por outro lado, a martensita é formada e, aparentemente, coalesce à medida que a amostra sofre deformação, como sugerido pela literatura^{40,46}. Possivelmente isto pode estar associado ao aumento do tamanho de cristalito.

Para o ensaio criogênico, o tamanho de cristalito da martensita permaneceu constante ao longo da deformação total. Esse resultado está associado ao atraso na formação da martensita induzida por deformação, verificado na figura 38. Aparentemente, em baixas temperaturas o crescimento e coalescimento dos cristalitos de martensita é dificultado, diferentemente do observado em temperatura ambiente.

Já o tamanho de cristalito da austenita, apresenta uma queda muito suave até uma deformação de aproximadamente 0,35. A partir desse ponto de deformação, observa-se um aumento abrupto de tamanho de cristalito seguido de uma redução mais acentuada do tamanho de cristalito com a deformação. Isso pode estar associado ao início da transformação da martensítica, para este nível de deformação, mostrado na figura 38.

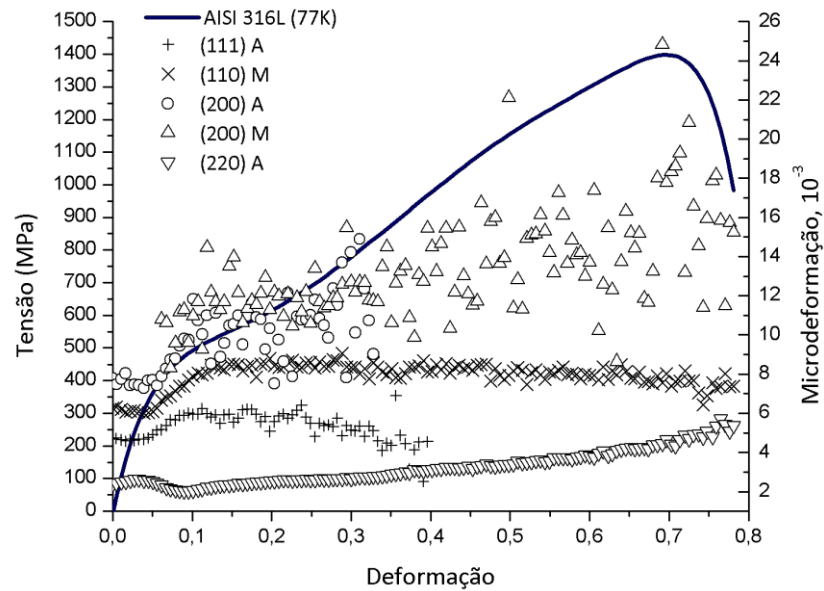
Nas Figuras 41, 42 são mostrados os resultados obtidos para a microdeformação para os aços AISI 316L para ambas as temperaturas de ensaio.

Figura 41 – Microdeformação de planos de austenita para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 42 – Microdeformação de planos de austenita para o aço inoxidável austenítico AISI 316L ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Igualmente às considerações anteriores, as regiões iniciais e finais dos gráficos apresentados não foram consideradas na análise destes resultados.

A partir da análise destes gráficos pode-se observar que não houve grande variação na microdeformação nos planos (111), (200), (220) da austenita assim como nos planos (110) da martensita para ambas as temperaturas investigadas.

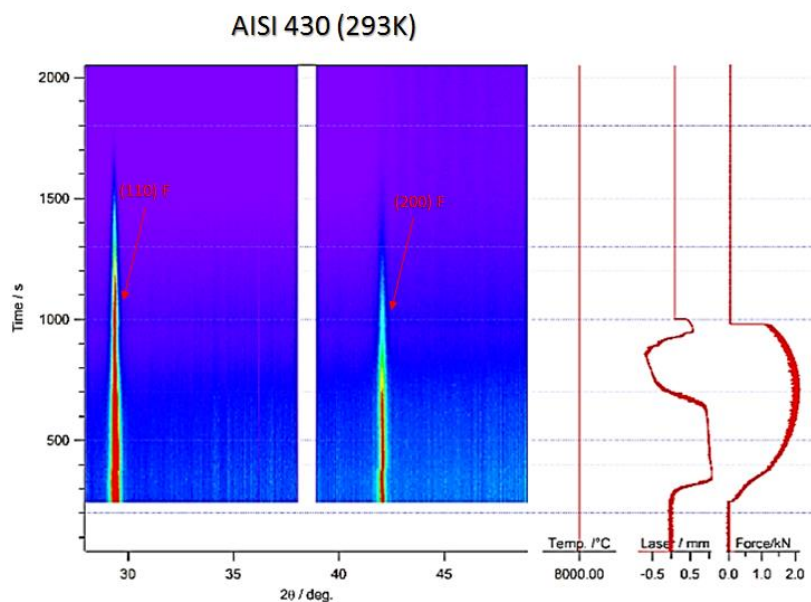
Entretanto, para os planos (200) da martensita nas temperaturas de ensaio, nota-se variações mais intensas e distintas na microdeformação. Em temperatura ambiente, o início da detecção deste plano ocorre em torno de uma deformação de 0,3 imediatamente seguido de uma grande redução nos valores de microdeformação. Isto pode estar associado a uma maior formação da martensita conforme indicado na inflexão da curva de fração volumétrica de martensita para este mesmo nível de deformação, verificado na Figura 37.

Para a temperatura criogênica observa-se, para estes planos (200), que a microdeformação da martensita se apresenta de forma bastante dispersa e aparentemente crescente com a deformação. Este fato, pode estar associado ao grande atraso na formação da martensita com a deformação, conforme verificado na figura 30 e à pequena quantidade de martensita formada.

5.4.2 AISI 430

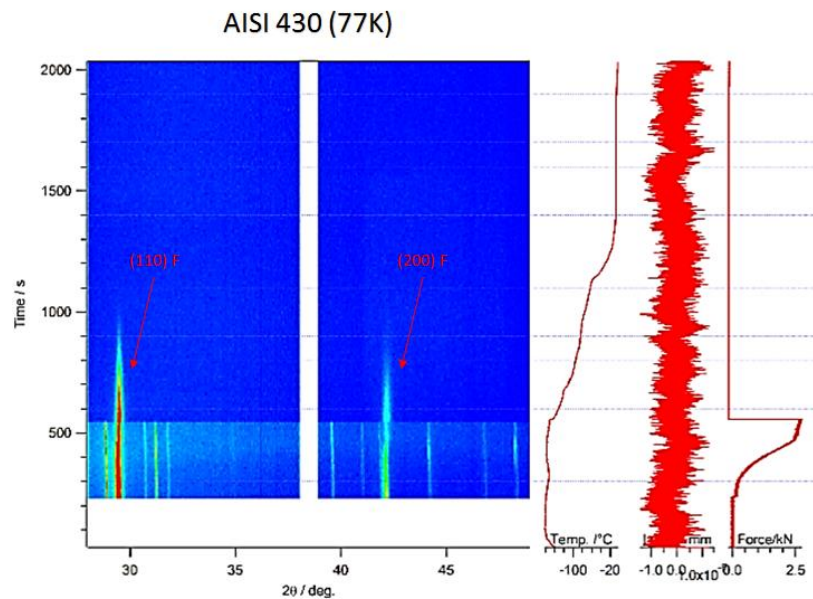
Nas Figuras 43 e 44 são mostrados os mapas de difração para as amostras do aço AISI 430, testadas em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente.

Figura 43 – Mapa de difração para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 44 – Mapa de difração para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura criogênica (77K)

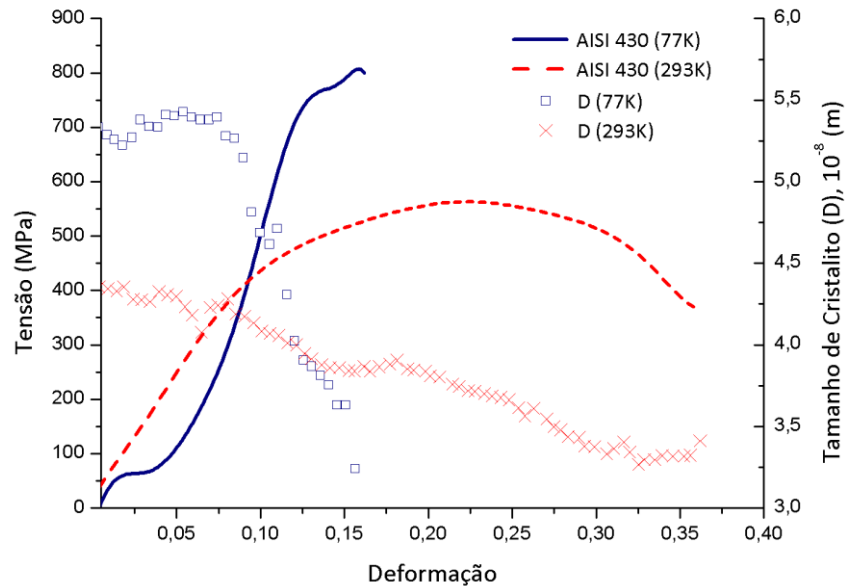


Fonte: O Autor

Assim como para as amostras de aço inoxidável AISI 316L ensaiadas em ambas as temperaturas de estudo, os mapas de difração de raios X criogênicos obtidos para o aço AISI 430 apresentam níveis de intensidade muito menores em relação aos mapas obtidos em temperatura ambiente.

A Figura 45 faz referência ao tamanho de cristalito para o aço AISI 430, ensaiado em ambas as temperaturas estudadas.

Figura 45 – Variação do tamanho de cristalito para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K)

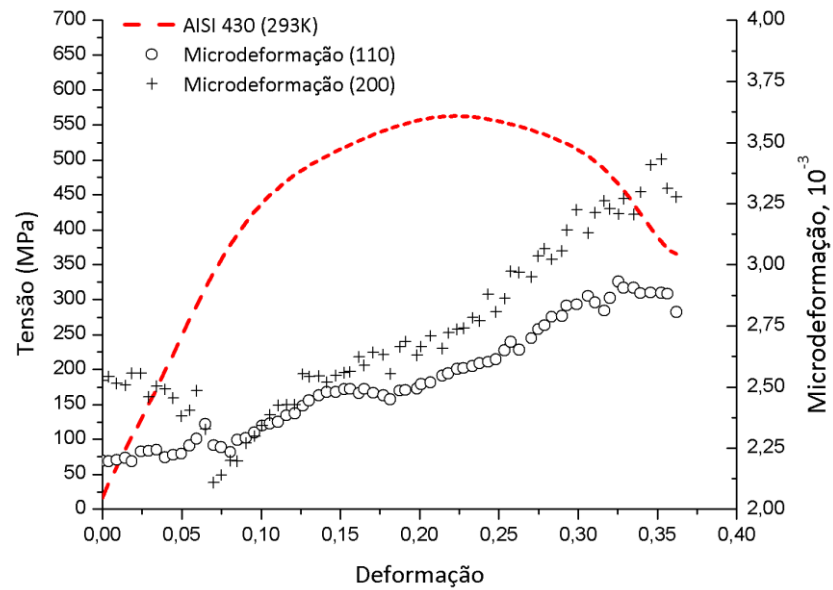


Fonte: O Autor

Em ambas as condições de ensaio, verifica-se a redução contínua do tamanho de cristalito com a deformação resultando em valores finais muito próximos embora o alongamento à temperatura ambiente seja muito maior, conforme indicado na tabela 7. Este comportamento pode estar associado ao emaranhamento crescente de discordâncias durante o processo de deformação da ferrita, formando cada vez mais estruturas de subgrão, reduzindo assim, a coerência de difração (cristalito - o qual está associado aos subcontornos de grão)⁶.

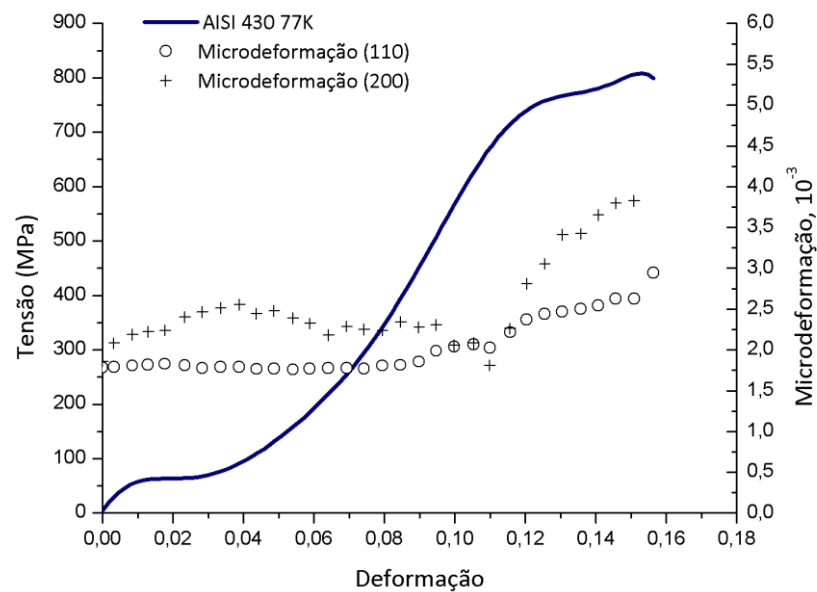
As microdeformações para os planos (110) e (200) para o aço AISI 430, ensaiado em ambas as temperaturas de estudo, são apresentadas nas Figuras 46 e 47, respectivamente.

Figura 46 – Microdeformação dos planos (110) e (200) para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura ambiente (293K)



Fonte: O Autor

Figura 47 – Microdeformação dos planos (110) e (200) para o aço inoxidável ferrítico AISI 430 ensaiado à temperatura criogênica (77K)



Fonte: O Autor

Verifica-se que para ambas as condições de ensaio a microdeformação cresce com a deformação atingindo valores finais próximos para esses dois planos. Nota-se também que, para ambas as temperaturas de ensaio, os valores de microdeformação

para os planos (200), são ligeiramente maiores do que os valores apresentados para os planos (110). Esse fenômeno é esperado uma vez que os planos (200) são planos de menor densidade atômica que os planos (110) da ferrita.

À temperatura ambiente, esse crescimento ocorre a partir de níveis de deformação próximos à região de escoamento estando associado à deformação plástica do material. Utilizando a mesma consideração para a temperatura criogênica, verifica-se que a deformação plástica para o material ensaiado nessa temperatura ocorreria a partir de níveis de deformação de aproximadamente 0,11.

6 CONCLUSÕES

Considerando-se as condições de ensaios utilizadas neste trabalho e com base nos resultados obtidos a partir de deformações uniaxiais em temperaturas ambiente e criogênica, aplicadas em aço inoxidável ferrítico AISI 430 e austenítico AISI 316L, conclui-se que:

- Segundo o ponto de vista de comportamento mecânico, no aço austenítico AISI 316 L houve aumento do limite de resistência à tração na temperatura criogênica em comparação com a temperatura ambiente de 249 %, bem como um aumento no alongamento uniforme de 17%, características em aços sujeitos ao efeito TRIP. No o aço inoxidável ferrítico AISI 430, houve o aumento no limite de resistência à tração de 143% acompanhado de significativa perda de ductilidade de 56% na temperatura criogênica em comparação com a temperatura ambiente.
- Sob o ponto de vista de análise de fratura, para o aço AISI 316L a redução de área foi menor na condição criogênica, porém, a quantidade de *dimples* aumentou devido ao refino microestrutural atingido, evidenciando uma deformação dúctil. No aço inoxidável AISI 430, na temperatura criogênica o modo de fratura apresentou uma redução de área significativamente menor comparado com a temperatura ambiente. Este fato evidencia a ocorrência do fenômeno de transição dúctil-frágil, com marcas de rios, o que é esperado para os metais CCC em temperaturas criogênicas com a taxa de deformação utilizada neste estudo.
- Sob o ponto de vista de parâmetros obtidos a partir da difração de raios X, para o aço AISI 316L, a microdeformação na austenita e na martensita formada durante a deformação aparentemente cresce continuamente com o aumento da deformação em ambas as condições de temperatura. A microdeformação residual no aço AISI 430 apresenta crescimento contínuo com a evolução da deformação em ambas as condições de temperatura. No aço AISI 316L deformado em temperatura ambiente, o valor do tamanho de cristalito da austenita cai continuamente com a evolução da deformação, enquanto o da martensita aumenta. No mesmo aço deformado em temperatura criogênica, o tamanho de cristalito da austenita tem uma queda suave até 0,35 de deformação seguido do aumento abrupto com posterior queda acentuada. O tamanho de cristalito da martensita para esta condição, manteve-se constante durante o processo. No aço AISI 430, é observada a redução contínua

do tamanho de cristalito durante a deformação em ambas as condições de temperatura (ambiente e criogênica).

- Por fim, houve um retardo na formação de martensita α' induzida por deformação no aço AISI 316L em temperatura criogênica, para esta condição de taxa de deformação.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Em trabalhos posteriores pretende-se:

- Realizar análises de densidade de defeitos, medidas de EDE, tamanho de cristalito, e transformação martensítica induzida por deformação com base em Williamson-Hall e outros métodos.
- Realizar os ensaios nos aços AISI 316L e AISI 430 em outras temperaturas consideradas criogênicas.
- Investigar o comportamento mecânico do aço AISI 430 em diferentes taxas de deformação.
- Estudar a ocorrência da transformação martensítica em diferentes temperaturas e taxas de deformação no aço AISI 316L.

REFERÊNCIAS

- 1 KELHAM ISLAND MUSEUM. **Harry Brearley and the History of Stainless Steel, 1913 - 2013.** Disponível em: <
<http://www.hawleytoolcollection.com/uploads/PDF/FOM%20%20Harry%20Brearley%20and%20the%20History%20of%20Stainless%20Steel%20by%20Geoff%20Preece.pdf>>. Acesso em 17 jan 2017.
- 2 PADILHA, A. F. G., L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades.** 3. São Paulo: 1994.
- 3 PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P.R. **Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies.** 2007.
- 4 WASHKO, S. D.; AGGEN, G. Wrought Stainless Steels. In: **ASM Metals Handbook Vol. 1 Properties and Selection Irons Steels and High-Performance Alloys.** EUA: ASM International, 1993. pg. 841 – 907.
- 5 STREICHER, M.A. Stainless Steels: Past, Present and Future. **Proceedings of the Stainless Steel'77 Conference**, London, September 26–27, p. 1–34, 1977.
- 6 AGUIAR, Denilson José Marcolino de. **Estudo da formação e reversão de martensita induzida por deformação na austenita de dois aços inoxidáveis dúplex.** 2012. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.
- 7 SAKAI, T. and JONAS, J.J. **Dynamic recrystallization mechanical and microestrutural considerations.** Acta Metal, vol. 32, p. 189-209, 1984.
- 8 PADILHA, A.F. PLAUT R.L., **Work hardening, recovery, recrystallization and grain growth.** In TOTTEN G.E. and MACKENZIE D.S. Handbook of aluminum, alloy production and materials manufacturing. New York. Marcel Dekker, 2003.
- 9 SOUZA, S.A., Ensaios Mecânicos de materiais metálicos – **Fundamentos Teóricos e Práticos** – 5º edição – Ed. Edgard Blücher Ltda, São Paulo, 1982.
- 10 ASM Speciality Handbook: Stainless Steels. Ed. by DAVIS, J.R. Metals Park, Ohio: **ASM International**, 1994. vol. 1, 577P.
- 11 BROOKS, J.A.; LIPPOLD, J.C. **Selection of wrought austenitic stainless steel. In: ASM Handbook.** Metals Park, Ohio; ASM International, 1993. vol. 1, p.456-470, 1993.
- 12 NOVAK, C.J. **Structure and constitution of wrought austenitic stainless steels.** In: PECKNER, D., ed. Handbook of Stainless Steel. New York: McGraw Hill, p. 4-78, 1977.
- 13 ALLAN, G.K. **Solidification of austenitic stainless steels.** Iron making and Steelmaking, vol. 22, p.465-477, 1995.

- 14 CAMPBELL, R.D. **Ferritic stainless steel welding metallurgy**. Key Engineering Materials, v.69&70, p.167-216, 1992.
- 15 OUTOKUMPU STAINLESS, A. Handbook of Stainless Steel. **Avesta: Outokumpu Stainless AB**, 2013.
- 16 BHADESHIA, H. K. D. H. S., T.; **Stainless Steels**. Disponível em: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2005/Stainless_steels/stainless.html>. Acesso em 14 mar 2017.
- 17 GOMES, Tiago Evangelista. **Efeitos da temperatura de laminação na formação e na reversão de martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304L**. (Dissertação de Mestrado em Engenharia). Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- 18 TOO, C. H. **Sensitization of Austenitic Stainless Steels**. 2002. 56 Master 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>>. Acesso em 22 fev 2017.
- 20 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. Disponível em: <<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84950260686&partnerID=40&md5=63d402a78c031b5d9de5fae26495eff3>>. Acesso em 20 fev 2017.
- 21 BRESCIANI FILHO, E. **Conformação Plástica dos Metais**. Campinas, SP.: 1991.
- 22 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>. Acesso em 17 fev 2017.
- 23 COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4ª edição, São Paulo, ed. Blücher, 2008.
- 24 CUNHA, M.A.: **Efeito de uma normalização na evolução da textura e no enrugamento do aço inoxidável AISI 430**, Dissertação de Mestrado, Belo Horizonte; UFMG; 1978.
- 25 DA COSTA e SILVA, A. L. V.; MEI, P.R. **Aços e Ligas Especiais**. 2ª edição, São Paulo. ed. Edgard Blücher, 2006.

- 26 ASKELAND, D. R.; FULAY, P. P.; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials**. Stamford: Cengage Learning, 2010.
- 27 WALSH, R. P. Tension and compression testing at low temperatures. In: **ASM Handbook v. 8: Mechanical testing and evaluation**. ASM, 2004. p. 384-402.
- 28 RIOS, P.R.; PADILHA, A. F. **Transformações de fase**. São Paulo: Artliber Editora, 2007.
- 29 PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: ABM, 1996.
- 30 DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 1967.
- 31 HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2 ed. Oxford: Elsevier, 2004.
- 32 MARTINS, L. F. M.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Effect of carbon on the cold worked state and annealing behavior of two 18 wt %Cr – 8 wt %Ni austenitic stainless steel. **ISIJ International**, v. 38, p. 572 – 579, 1998.
- 33 HERRERA, C.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Microstructural refinement during annealing of plastically deformed austenitic stainless steels. **Materials Science Forum**, v. 550, p. 423 – 428, 2007.
- 34 TALONEN, J., NENONEN, P., PAPE, G., HÄNNINEN, H., "Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ - martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steel", **Metallurgical and Materials Transactions A**, vol. 36, p. 421-432, 2005.
- 35 CHOI, J.Y., JIN, W., "Strain induced martensite formation and its effect on strain hardening behavior in the cold drawn 304 austenitic stainless steels", **Scripta Materialia**, vol. 36, p. 94-104, 1997.
- 36 TSAY, L.W.; YOUNG, M.C.; SHIN, C.; CHAN, S.L.I. Hydrogen-enhanced cracking of 2205 duplex stainless steel. **Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures**, v. 30, p. 1228 – 1236, 2007.
- 37 PADILHA, A. F. Materiais de Engenharia: microestrutura e propriedades. **Hemus**, p. 343, 2000.
- 38 HULL, D., BACON, D.J. Defects in Crystals. In: **Introduction to Dislocations**. Oxford: Elsevier, 2011, p. 1–20.
- 39 PADILHA, A.F.; AGUIAR, D.J.M.; et al. Duplex Stainless Steels : a Dozen of Significant Phase Transformations. **Defect and Diffusion Forum: 164 Recent Advances in Mass Transport in Materials**, v. 322, p. 163–174, 2012.

- 40 TALONEN, J.; HANNINEN, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. **Acta Materialia**, v. 55, n. 18, p. 6108–6118, 2007.
- 41 LECROISE, F.; PINEAU, A. Martensitic Transformations Induced By Plastic-Deformation in Fe-Ni-Cr-C System. **Metallurgical Transactions**, v. 3, n. 2, p. 387–396, 1972.
- 42 QI-XUN, D.; XIAO-NONG, WANG AN-DONG, C.; et al. Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels. **Chinese Physics**, v. 11, n. 6, p. 315, 2002.
- 43 ABRASSART, F. Stress-induced $\gamma \rightarrow \alpha$ martensitic transformation in two carbon stainless steels. Application to trip steels. **Metallurgical Transactions**, v. 4, n. 9, p. 2205–2216, 1973.
- 44 WAN J.; CHEN, S.; et al. The influence of temperature on stacking fault energy in Fe-based alloys. **Science in China, Series E: Technological Sciences**, v. 44, n. 4, p. 345–352, 2001.
- 45 LATANISION, R.M.; et al. The temperature dependence of stacking fault energy in Fe-Cr-Ni alloy. **Metallurgical Transactions**, v. 2, n. FEBRUARY, p. 505–509, 1971.
- 46 FERREIRA, P.J.; SANDE, J.B. VANDER; et al. Microstructure Development during High-Velocity Deformation. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35, n. October, p. 3091–3101, 2004.
- 47 LISCHKA, F.T.; OLIVEIRA, C.A.S. De The study of TRIP effect in an austenitic stainless steel AISI 304. **Journal of Achievments in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 71, n. 1, p. 34–38, 2015.
- 48 PARK, W.S.; YOO, S.W.; et al. Strain-rate effects on the mechanical behavior of the AISI 300 series of austenitic stainless steel under cryogenic environments. **Materials and Design**, v. 31, n. 8, p. 3630–3640, 2010.
- 49 TSUCHIDA, N.; YAMAGUCHI, Y.; et al. Effects of temperature and strain rate on trip effect in SUS301L metastable austenitic stainless steel. **ISIJ International**, v. 53, n. 10, p. 1881–1887, 2013.
- 50 TSUCHIDA, N.; MORIMOTO, Y.; et al. Stress-Induced Martensitic Transformation Behaviors at Various Temperatures and Their TRIP Effects in SUS304 Metastable Austenitic Stainless Steel. **ISIJ International**, v. 51, n. 1, p. 124–129, 2011.
- 51 SWAN, P.R., Dislocations Arrangements in Face Centered Cubic Metals. Electron Microscopy and Strength off Crystals, Interscience, New York 1963.
- 52 CAMILO, D. C. **Estudo da laminação criogênica e do envelhecimento natural na liga AA7050: microestrutura e propriedades**. 2013, 124 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais – Área de Processamento de Materiais) – UEPG, Ponta Grossa, 2013.

- 53 MAEDA, M. **Estudo da deformação criogênica de alumínio, cobre e prata.** 2017, 85 f. Dissertação Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais – Área de Processamento de Materiais) – UEPG, Ponta Grossa, 2013.
- 54 EL-TAHAWY, M., LANGDON, T. G., PEREIRA, P. H., HUANG, Y., "Exceptionally high strength and good ductility in an ultrafine-grained 316L steel processed by severe plastic deformation and subsequent annealing", **Materials Letters**, 214 (2018) 240–242.
- 55 SAKAI, T., BELYAKOV, A., KAIBYSHEV, R., MIURA, H., JONAS, J.J., "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions ", **Prog Mater Sci**, 60 (2014) 130–207.
- 56 AZEVEDO, M. S.; *et al.* Study of mechanical behavior at cryogenic temperature of AISI 430 with different strain rates. In: **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**. Trabalho aceito. 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering, December 3-8, 2017, Curitiba, PR, Brazil.
- 57 CALLISTER JR., W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução.** 7^a ed. São Paulo: LTC, 2008.
- 58 MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical Behavior of Materials.** New York: Cambridge University Press, 2009.
- 59 CULLITY, B. D. et al. **Elements of X-ray Diffraction.** 2 ed. Addison-Wesley Reading, 1978.
- 60 PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de análise microestrutural.** São Paulo: Hemus, 1985.
- 61 STOKES, A. R.; WILSON, A. J. C. The diffraction of X rays by distorted crystal aggregates – I. **Proceedings of the Physical Society**, v. 56, n.3, p. 174-181, 1944.
- 62 ICHIKAWA, R. U. **Aplicações do método de Warren-Averbach de análise de perfis de difração.** 2013, 94 f. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de Tecnologia Nuclear e Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), São Paulo, 2013.
- 63 CNPEM. **Síncrotron: anel de luz.** Disponível em: <<http://cnpem.br/sincrotron-anel-de-luz/>>. Acesso em 07 Jan 2017.
- 64 CNPEM. **Introdução à máquina.** Disponível em: <<http://lnls.cnpem.br/sirius/introducao-a-maquina/>>. Acesso em 08 Jan 2017.
- 65 OOI, L. **Principles of X-ray Crystallography.** Oxford University Press, 2010.
- 66 **SOLEIL SYNCHROTRON.** Disponível em: <<http://www.synchrotron-soleil.fr/>>. Acesso em 18 set 2016.

- 67 FÁRIA, G. et al. Advanced Facility for Parallel Thermo-Mechanical Simulation and Synchrotron X-Ray Diffraction. In: **In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering II**. Springer International Publishing, 2014. p. 245-259.
- 68 ASM. **ASM Handbook v. 4 – Heat Treating**. ASM, 2004.
- 69 Haller, M. N. Cemented Carbides Metallography Techniques and Microstructures. In: **ASM Metals Handbook Vol 9 Metallography and Microstructures**. ASM International, 1985, pg 532.
- 70 CNPEM. **UVX**. Disponível em: <http://lnls.cnpem.br/uvx/maquina/>. Acesso em 16 ago 2017.
- 71 FÁRIA, G. **Explorando o comportamento de materiais metálicos através de estudos cristalográficos in situ via radiação síncrotron** [Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. Área de concentração de Materiais e Processos de Fabricação]. Campinas: Unicamp; 2014.
- 72 BABU, S. S. et al. In-situ observations of lattice parameter fluctuations in austenite and transformation to bainite. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 2005; 36(12), 3281-3289.
- 73 VERCAMMEN, S.; BLANPAIN, B.; et al. Cold rolling behaviour of an austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP-steel: The importance of deformation twinning. **Acta Materialia**, v. 52, n. 7, p. 2005–2012, 2004
- 74 ANTUNES, A.E.B.; ANTUNES, L.M.D. Comportamento plástico do aço inoxidável austenítico em baixa temperatura. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 141–147, 2007.
- 75 KULA E.; DESISTO, T. Plastic Behavior of Metals at Cryogenic Temperatures. In: **Behavior of Materials at Cryogenic Temperatures**. ASTM International; 1966, p. 3-59.
- 76 HECKER, S. S. et al. Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel - Part I. Magnetic Measurements and Mechanical Behavior. **Metallurgical Transactions A**. 1982; 13A, 619-626.
- 77 PARK W. S. et al. Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part 1- Experimental investigations. **Materials Science and Engineering A**. 2011; 528, 5790-5803.
- 78 LEE K. J. et al. A new constitutive model of austenitic stainless steel for cryogenic applications. **Computational Materials Science**. 2009; 46, 1152-1162.
- 79 GAUSS, C. et al. In situ synchrotron X-ray evaluation of strain-induced martensite in AISI 201 austenitic stainless steel during tensile testing. **Materials Science and Engineering A**. 2016; 651, 507–516.

80 NILSSON, J. O. Physical metallurgy of duplex stainless steels. In: **Proceedings duplex stainless steel**. 97, 5th World Conference. Maastich, p.73-82, 1997.