TIAGO EVANGELISTA GOMES

Efeitos da temperatura de laminação na formação e na reversão de
martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI
304L

São Paulo

2012

TIAGO EVANGELISTA GOMES

Efeitos da temperatura de laminação na formação e na reversão de
martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI
304L

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de Mestre
em Engenharia.

Área de Concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador:
Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha

São Paulo

2012

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com anuência de seu orientador.

São Paulo, 20 de março de 2012.

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Gomes, Tiago Evangelista

Efeito da temperatura de laminação na formação e na reversão de martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304L / T.E. Gomes. --Ed. rev.--São Paulo, 2012. 72 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Aço inoxidável austenítico 2. Transformação de fase 3. Recristalização I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II. t.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho
a todos que estiveram a minha volta.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha, pela preciosa orientação e enorme dedicação. Por diversas vezes cheguei a pensar que o dia para ele tinha bem mais do que vinte e quatro horas.

Aos meus pais por acreditar em meu sonho, me estimulando para que eu acreditasse também. Vocês são mais que exemplos, verdadeiras inspirações.

Aos meus irmãos, Elias e Viviane. Amigos-irmãos de verdade. Sigo seus passos sem nenhum medo de errar o caminho.

À Raquel pela paciência e estímulo, sem o qual não conseguiria chegar ao fim deste trabalho.

Aos queridos companheiros do PMT, Angelo, Daniel, Denilson, Denise, Fabrício, Leandro, Litzzy, Maysa. Parece que o professor Padilha escolheu a dedo esse grupo, cada um com uma característica, que juntos formam um excelente conjunto. Aprendi muito com cada um de vocês. A cada reunião e confraternização, atenuaram essa árdua jornada.

Ao Glaucus, companheiro das horas boas e das horas ótimas, a convivência com você me deu a certeza que suportaria viver longe de BH. Aos vizinhos e companheiros de churrascos e festinhas, Alice, Arthur e Flavinho.

Ao Cruzeiro Esporte Clube, não poderia esquecer-me de uma fonte de tantas alegrias, que serviram de motivação para o seguimento do trabalho.

Aos meus amigos de BH, durante esses dois anos vi que nossa amizade perdurará por toda vida, transpondo tempo e fronteiras.

Ao professor Dr. Ronald Lesley Plaut pela sempre importante contribuição no trabalho.

Aos funcionários do PMT, sempre solícitos e com grande disposição em contribuir com o trabalho.

Ao Cetec (MG), UEPG, EPUSP e ao IPEN pelas facilidades experimentais oferecidas.

À CAPES pelo financiamento deste trabalho.

EPÍGRAFE

Não tentes ser bem sucedido,
tenta antes ser um homem de valor.

Albert Einstein

RESUMO

Objetivo principal desta dissertação foi verificar os efeitos da temperatura de laminação na formação de martensita induzida por deformação e na sua posterior reversão da martensita para austenita no aço inoxidável austenítico AISI 304L. O estudo foi predominantemente microestrutural e para análise e caracterização foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X, medidas de dureza Vickers e medidas de fases ferromagnéticas por ferritoscopia.

As amostras foram inicialmente solubilizadas a 1100 °C por uma hora, visando a dissolução de uma pequena quantidade residual de ferrita δ encontrada nas amostras na condição como recebida, depois laminadas em diferentes temperaturas, determinando-se curvas de endurecimento por deformação e de formação de martensita induzida por deformação em função do grau de deformação. Em seguida, foram realizados pré-recozimentos a 600 °C, favorecendo apenas a reversão da martensita para austenita, de maneira que não ocorresse a recristalização. A quantidade e a temperatura de deformação apresentaram forte influência na quantidade de martensita formada, no endurecimento por deformação e na cinética de amolecimento durante o recozimento. Os pré-tratamentos realizados a 600 °C causaram acentuada reversão da martensita, algum amolecimento e pequeno efeito no tamanho de grão recristalizado durante o posterior recozimento a 600 °C.

Palavras-chave: Aço inoxidável austenítico 304L, endurecimento por deformação, martensita induzida por deformação, reversão da martensítica, recristalização, refino de grão.

ABSTRACT

ABSTRACT

The main objective of the present dissertation was to verify the effects of the rolling temperature on the formation of strain induced martensite and in its subsequent martensite reversion to austenite in a AISI 304L stainless steel. The study was predominantly microstructural and, for the analysis and characterization, several techniques have been used, namely optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, Vickers hardness measurements and magnetic phase measurements, using the ferritoscope.

The samples were initially solution annealed at 1100 °C for one hour, aiming at the dissolution of a small quantity of the residual δ -ferrite found in the samples in the “as-received” condition; then rolling was performed at different temperatures, evaluating strain hardening and the strain induced martensite as a function of strain. Following, pre-annealing treatments at 600 °C have been performed, favoring only the martensite to austenite reversion, in a way that no recrystallization would occur. Strain and temperature had a strong influence on the amount of formed martensite, on the strain hardening and on the softening kinetics during annealing. The pre-annealing treatments at 600 °C caused an accentuated effect on the martensite reversion, some softening and a small effect on the recrystallized grain size during the subsequent annealing at 600 °C.

Key-words: 304L austenitic stainless steel, strain hardening, strain induced martensite, martensite reversion, recrystallization, grain refinement.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Diagrama de Schaeffler com a ilustração dos campos de composição das principais famílias de aços inoxidáveis	6
Figura 1.2 - Representação esquemática de uma estrutura cúbica corpo centrado - alfa, e de uma cúbica de faces centradas – gama [26]	11
Figura 1.3 - Curvas tensão versus deformação em tração dos aços tipo AISI 430 e AISI 304 [27].	12
Figura 1.4 - Tratamentos térmicos e transformações de fase que ocorrem nos aços inoxidáveis austeníticos [8].....	15
Figura 1.5 - A formação de uma placa de martensita produzindo um relevo na superfície [41].	19
Figura 1.6 - Aniquilação de discordâncias durante a recuperação [46].	22
Figura 1.7 - Cinética de recuperação de metal encruado [47].	23
Figura 2.1 – Diagrama ilustrando a metodologia utilizada neste trabalho.....	28
Figura 2.2 – Figura ilustrando a geometria das amostras utilizadas nas experiências de laminação.	29
Figura 2.3 - Esquema dos tratamentos térmicos para a reversão e recristalização do material laminado.	31
Figura 2.4 - Difração de raios X de um cristal [58].....	34
Figura 2.5 – Difratorômetro (goniômetro) de raios X, esquemático [14].....	35
Figura 2.6 - Ângulo formado, pela impressão, durante o ensaio Vickers.....	36
Figura 2.7 - Medição da dureza no ensaio Vickers através dos valores das diagonais da indentação [60].	37
Figura 3.1 - Espectro de dispersão de energia do AISI 304L, na condição inicial (como recebida).....	39
Figura 3.2 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários com aumento de 650x. Material na condição “como recebida”. Ataque eletrolítico com ácido nítrico 60% em água, 3 Volts por 2 minutos.	41
Figura 3.3 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários com aumento de 10000x. Material na condição “como recebido”. Ataque eletrolítico com ácido nítrico 60% em água, 3 volts por 2 minutos.	42
Figura 3.4 – Difratorograma do aço AISI 304L solubilizado no estado inicial. Radiação $\text{CuK}\alpha$	43

Figura 3.5 - Micrografia obtida por microscopia óptica com aumento de 200x. Material laminado, com redução de espessura de 34% na temperatura de -196°C. Ataque eletrolítico com ácido nítrico 60% em água, 5 Volts por 30 segundos.	47
Figura 3.6 - Curvas de endurecimento por deformação (Dureza Vickers <i>versus</i> % de redução em espessura) para o material solubilizado e laminado nas temperaturas de 25 e 200°C.....	48
Figura 3.7 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação do aço AISI 304L para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%). Valores de dureza na escala Vickers, com carga de 1Kgf.	49
Figura 3.8 - Fração volumétrica da martensita α' em função da temperatura de laminação do aço AISI 304L para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%).	50
Figura 3.9 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%), após sofrerem recozimento em 600 °C durante 2 horas.....	52
Figura 3.10- Material laminado, com redução de espessura de 25% e com 25°C a temperatura de laminação, após sofrer recozimento em 600 °C durante 2 horas.	53
.....	53
Figura 3.11 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%), após sofrerem dois recozimentos o primeiro a 600 °C e o segundo 900 °C durante 2 horas.....	55
Figura 3.12 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%), após recozimento a 900 °C durante 2 horas...	57
Figura 3.13 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três recozimentos 600, 600+900 e 900 °C, por 2 horas, para uma redução de espessura de 15%..	58
Figura 3.14 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três recozimentos 600, 600+900 e 900 °C, por 2 horas, para uma redução de espessura de 25%..	59
Figura 3.15 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três recozimentos 600, 600+900 e 900 °C, por 2 horas, para uma redução de espessura de 34%..	60
Figura 3.16 - Microestrutura do aço AISI 304L com redução de espessura de 25% a 25°C e recozido a (a) 900°C e (b) 600°C + 900°C por 2 horas.	63
(a) (b)	63
Figura 3.17 - Microestrutura do aço AISI 304L com redução de espessura de 25% a 300°C e recozido a (a) 900°C e (b) 600°C + 900°C por 2 horas.	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 - Composição química dos principais aços inoxidáveis austeníticos, % em massa para cada elemento [25].	10
Tabela 1.2 - Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos [28].....	13
Tabela 2.1 - Composição química do aço inoxidável austeníticos 304L (% em massa).	27
Tabela 2.2 – Esquema de laminação.....	29
Tabela 2.3 - Esquema dos tratamentos térmicos de solubilização realizados.	30
Tabela 3.1 - Medidas magnéticas após cada tratamento térmico de solubilização.....	44
Tabela 3.2 - Tamanho de grão e dureza das amostras solubilizadas isentas de deformação. ..	45
Tabela 3.3 - Medidas de microdureza e seus respectivos desvios padrões para o tratamento térmico a 600°C, por 2 horas.	51
Tabela 3.4 - Medidas magnéticas para o tratamento térmico a 600°C, por 2 horas.	53
Tabela 3.5 - Medidas de microdureza e seus respectivos desvios padrões para o tratamento térmico de 600°C até 900°C, ambos por 2 horas.	54
Tabela 3.6 - Medidas de microdureza e seus respectivos desvios padrões para o tratamento térmico de 900°C, por 2 horas.	56
Tabela 3.7 - Tamanho de grão recristalizado (μm) do aço inoxidável AISI 304L com redução de espessura de 25%, para duas temperaturas de deformação (25 e 300°C) e recozimento a 600°C + 900°C e apenas 900°C.	61

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍGLAS

Af	Austenite <i>finished</i>
Als	Aços inoxidáveis
AIAs	Aços inoxidáveis austeníticos
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
As	Austenite <i>start</i>
ASTM	<i>American Society for Testing Materials</i>
CCC	Cúbica de corpo centrado
CFC	Cúbica de face centrada
Cr _{eq}	Cromo equivalente
DRX	Difração de raios X
EDE	Energia de defeito de empilhamento
EDS	<i>Energy dispersive spectroscopy</i>
HC	Hexagonal compacta
HV	Dureza Vickers
LE	Limite de escoamento (MPa)
LR	Limite de resistência (MPa)
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Md	Temperatura abaixo da qual ocorre a transformação martensítica por deformação

Mf	Martensite finished
MO	Microscopia óptica
Ms	Martensite start (Temperatura em que inicia-se a transformação de austenita em martensita devido ao resfriamento.
Ni _{eq}	Níquel equivalente
TTT	Transformação, temperatura e tempo
TCC	Tetragonal de corpo centrado

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Fase austenita – estrutura CFC
α	Fase ferrita – estrutura CCC
σ	Fase sigma – estrutura TCC
δ	Ferrita Delta – estrutura CCC
α'	Martensita induzida por deformação – estrutura CCC
ε	Martensita induzida por deformação – estrutura HC
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
n	Número inteiro de ondas
d	Distância entre planos cristalinos
θ	Ângulo de incidência
λ	Comprimento de onda
HV	medida da dureza Vickers [N/mm^2 ou kgf/mm^2]
Q	carga utilizada na microdureza Vickers [N ou kgf]
L	diagonal medida durante o ensaio de microdureza Vickers [mm^2]

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO.....	1
1 REVISÃO DA LITERATURA	3
1.1 HISTÓRICO.....	3
1.2 AÇOS INOXIDÁVEIS.....	5
1.2.1 Inoxidáveis martensíticos	7
1.2.2 Inoxidáveis ferríticos.....	7
1.2.3 Inoxidáveis duplex.....	8
1.2.4 Inoxidáveis endurecíveis por precipitação.....	8
1.2.5 Inoxidáveis austeníticos	9
1.3 SOLUBILIZAÇÃO	13
1.4 ESTADO ENCRUADO	15
1.5 FORMAÇÃO E REVERSÃO DE MARTENSITA	17
1.5.1 Formação de martensita	17
1.5.2 Reversão de martensita	21
1.6 RECUPERAÇÃO	21
1.7 NUCLEAÇÃO	24
1.8 RECRISTALIZAÇÃO	25

2 MATERIAL E MÉTODOS.....	27
2.1 MATERIAL.....	27
2.2 METODOLOGIA	27
2.2.1 Laminação.....	28
2.2.2 Tratamentos térmicos.....	30
2.2.2.1 Solubilização	30
2.2.2.2 Reversão de martensita e recristalização	30
2.2.3 Microscopia óptica.....	31
2.2.4 Microscopia eletrônica de varredura	32
2.2.5 Difração de raios X.....	33
2.2.6 Dureza Vickers.....	36
2.2.7 Medidas magnéticas	38
2.2.7 Medidas de tamanho de grão.....	38
3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	39
3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA MATRIZ.....	39
3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO ESTADO INICIAL	40
3.2.1 Análises por microscopia óptica e eletrônica de varredura	40
3.2.2 Análises por difração de raios X.....	42
3.2.3 Medidas magnéticas	43
3.3 SOLUBILIZAÇÃO.....	43

3.3.1 Medidas magnéticas após solubilização	44
3.3.2 Tamanho de grão do material solubilizado	45
3.3.3 Seleção do tratamento térmico de solubilização	46
3.4 LAMINAÇÃO	46
3.4.1 Microestrutura do material laminado	46
3.4.2 Curvas de endurecimento por deformação (encruamento)	47
3.4.2 Endurecimento por deformação do material laminado	48
3.4.2 Fração de martensita α' do material laminado	49
3.5 RECOZIMENTO DAS AMOSTRAS LAMINADAS	51
3.5.1 Microdureza do material laminado e recozido a 600 °C	51
3.5.2 Microdureza do material solubilizado e laminado após recozimento a 600 °C e em seguida a 900 °C.....	54
3.5.3 Microdureza do material solubilizado e laminado após sofrer recozimento a 900 °C	55
3.6 TAMANHO DE GRÃO APÓS RECRISTALIZAÇÃO	61
4 CONCLUSÕES	64
5 RERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	65

INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos representam a fração predominante da produção mundial de aços inoxidáveis e têm aplicação em diversas áreas, tais como nas indústrias químicas, petroquímicas, aeronáutica, naval, nuclear, alimentícia e de transporte. O aço AISI 304L devido à suas propriedades é utilizado em grande escala. Ele proporciona excelente combinação de resistência à corrosão, tenacidade, ductilidade e soldabilidade. Por outro lado, o seu limite de escoamento no estado recozido é relativamente baixo, está situado entre 190 e 250 MPa. Uma opção muito utilizada para aumentar a resistência mecânica dos aços inoxidáveis austeníticos é o endurecimento por deformação ou encruamento [1,2]

Os aços inoxidáveis austeníticos, após sofrerem deformação a frio, apresentam elevado endurecimento por deformação, devido à baixa energia de defeito de empilhamento (EDE) e também à formação de martensitas induzidas por deformação. Dois tipos de martensita são formados: α' (CCC, ferromagnética) e ε (HC, paramagnética).

A martensita ε é formada como resultado de baixas deformações, transformando-se posteriormente durante a deformação em martensita α' . A sequência de transformação proposta é $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, em aços inoxidáveis austeníticos com baixa EDE; enquanto a sequência de transformação para alguns aços inoxidáveis austeníticos com EDE mais elevada é, provavelmente, $\gamma \rightarrow \varepsilon + \alpha'$ [3,4,5]. A martensita α' forma-se preferencialmente nas interseções das bandas da martensita ε ou onde a banda de martensita ε encontra-se com um contorno de grão ou de macla [3,4,6]. A formação e a quantidade de α' , cuja quantidade formada aumenta com o grau de deformação, depende também da composição do aço, de sua EDE, assim como da temperatura, quantidade e velocidade de deformação [7,8]. A EDE tem efeito acentuado na distribuição e na densidade dos defeitos cristalinos, na ocorrência de escorregamento com desvio (*cross-slip*) e de escalagem (*climb*) das discordâncias, mecanismos que exercem grande influência no encruamento. A EDE da austenita das ligas Fe-Cr-Ni depende da composição química e seu valor situa-se entre 10 e 100 mJ/m². A EDE aumenta com as adições de Ni e C,

enquanto Cr, Si, Mn e N a diminuem. A relação entre a EDE e a composição química pode ser expressa com auxílio da equação (1.1) [9].

$$\text{EDE (mJ/m}^2\text{)} = -53 + 6,2(\%Ni) + 0,7(\%Cr) + 3,2(\%Mn) + 9,3(\%Mo) \quad (1.1)$$

A EDE tem efeito significativo no aumento da densidade das discordâncias e no endurecimento por deformação em metais e ligas com estrutura cúbica de faces centradas [10]. Um material com EDE alta tem maior propensão para apresentar distribuição celular das discordâncias, em uma microestrutura isenta de martensita induzida por deformação, enquanto para materiais de EDE baixa, esses têm uma distribuição mais homogênea de discordâncias, com a presença de martensita induzida por deformação [3]. Além da composição química, a temperatura de deformação tem um forte efeito na EDE. Um incremento na temperatura de deformação resulta em mudanças nos mecanismos de deformação. Em baixas temperaturas (< 100 °C), a EDE decresce e durante a deformação a austenita se transforma parcialmente em martensita e a maclação mecânica também pode ocorrer. Em temperaturas mais altas (>150 °C), a EDE aumenta e o escorregamento com desvio (*cross-slip*) passa a ser o principal mecanismo de deformação [11].

1 REVISÃO DA LITERATURA

1.1 HISTÓRICO

Os três tipos mais conhecidos de aços inoxidáveis (austeníticos, ferríticos e martensíticos) foram descobertos no início da segunda década do século XX. Os aços inoxidáveis duplex foram descobertos algumas décadas mais tarde e os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação foram desenvolvidos em meados do século XX. Os aços inoxidáveis austeníticos foram desenvolvidos nos laboratórios da Krupp, em Essen, na Alemanha, enquanto os inoxidáveis ferríticos foram descobertos em Pittsburgh, nos EUA, e os inoxidáveis martensíticos foram descobertos em Sheffield, na Inglaterra [12]. Portanto, pode-se dizer que os aços inoxidáveis tradicionais e mais consumidos são materiais com cerca de um século de existência.

Em seguida é reproduzida de maneira resumida a saga do descobrimento dos aços inoxidáveis martensíticos e austeníticos, para que o leitor tenha uma idéia do impacto que o descobrimento desta nova classe de aços causou no mercado e na vida das pessoas.

O aço inoxidável martensítico foi descoberto pelo inglês Harry Brearley, que viveu de 1871 a 1948. Seu primeiro emprego foi como operário numa produtora de aço quando tinha apenas 12 anos de idade, em Sheffield, cidade onde nasceu [13].

No ano de 1912, Harry Brearley iniciou uma pesquisa, a pedido dos fabricantes de armas. Ele deveria apresentar uma liga metálica com maior resistência ao desgaste, devido ao calor liberado pelos gases no interior dos canos das armas.

De início, a sua pesquisa consistia em investigar uma liga que apresentasse uma maior resistência à corrosão. Porém, ao realizar o ataque químico para revelar a microestrutura desses novos aços com altos teores de cromo que estava a pesquisar, Brearley notou que o ácido nítrico, um reativo metalográfico comum para os aços, não atacava os corpos-de-prova.

Brearley não obteve uma liga metálica resistente ao desgaste, obteve, porém uma liga metálica resistente à corrosão. Seu aproveitamento inicial foi destinado para a fabricação de talheres, que até aquele momento eram fabricados a partir de aço carbono e se corroíam com facilidade devido aos ácidos presentes nos alimentos.

A palavra “inoxidável” dá idéia de um material que não sofre oxidação, nas diversas modalidades de utilização, o que não é real, pois dependendo do meio, os aços inoxidáveis sofrem alguma oxidação. O termo original em inglês, *STAINLESS STEEL*, tem tradução literal como “aço que mancha pouco”, compreende-se o exagero que houve na tradução para o português. Os aços inoxidáveis são aços que resistem mais à corrosão, porém não isento dela. Hoje existem aços inoxidáveis resistentes à corrosão na maior parte das situações e meios em que são submetidos no dia a dia. A adição de cromo está diretamente ligada à formação de uma película protetora, que ocasiona a resistência à corrosão nos aços inoxidáveis.

Entre 1908 e 1910 Breno Strauß e Eduard Maurer começaram a trabalhar com aços ao cromo e ao cromo-níquel, eles eram pesquisadores do laboratório da empresa Krupp, a grande empresa siderúrgica alemã. Em 20 de dezembro de 1912 foi patenteado o aço austenítico V2A (V de Versuch, que significa pesquisa e A de Austenit, austenita em alemão), este aço apresentava 20% de cromo, 7% de níquel e 0,25 % de carbono [12].

A Krupp, portanto, foi a primeira empresa a comercializar aço inoxidável austenítico. Desde então, uma nova classe de materiais, com excelentes características mecânicas e agora resistentes também a meios corrosivos, estava disponível. Entre 1950 e 1980, os aços inoxidáveis representavam 2/3 da produção de aço inoxidável.

Aço inoxidável pode ser definido como uma liga de ferro-cromo, contendo no mínimo 10,5% em peso de cromo. De acordo com o conceito de inoxidável, hoje existem mais

de 100 tipos desses aços, que são classificados em famílias de acordo com a microestrutura estável na temperatura ambiente. As adições de elementos de liga, especialmente o cromo e o níquel, alteram a estrutura cristalina do ferro, surgindo-se assim, aços com variadas estruturas cristalinas, definidas pela quantidade adicionada de cada um desses elementos. No caso dos aços inoxidáveis, as estruturas ferríticas, austeníticas, martensíticas ou uma combinação de duas delas podem ocorrer durante o processamento, gerando características metalúrgicas e mecânicas bastante distintas entre os diferentes tipos de aço. Esse fato levou a classificação dos aços inoxidáveis em “famílias”, de acordo com microestrutura predominantemente estável na condição de uso. As principais famílias de aços inoxidáveis são as seguintes: aços martensíticos, que apresentam um comportamento semelhante a um aço de médio carbono, ou seja, podem ser endurecidos por têmpera com a obtenção de uma estrutura martensítica; a dos aços ferríticos onde não há formação de austenita com o aquecimento e a estrutura predominante é a ferrita; e a dos austeníticos, com a austenita estável em temperatura ambiente.

1.2 AÇOS INOXIDÁVEIS

Em seguida são apresentadas as famílias dos aços inoxidáveis e algumas características importantes de cada uma.

Com o intuito de analisar a influência dos elementos de liga presentes nos aços inoxidáveis austeníticos (AIAs) na microestrutura após soldagem ou solidificação, foram criadas, a partir de estudos experimentais, algumas expressões 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}) [14-16]. O diagrama de Schaeffler [17], muito usado em soldagem (figura 1.1) foi estabelecido levando em consideração o resultado das equações (1.2 e 1.3), chegando-se em uma previsão da microestrutura de solidificação de uma

determinada composição química. Duas equações frequentemente utilizadas são apresentadas:

$$Cr_{eq} = Cr + 1,37Mo + 1,5Si + 2Nb + 3Ti \quad (1.2)$$

$$Ni_{eq} = Ni + 0,3Mn + 22C + 14,2N + Cu \quad (1.3)$$

Figura 1.1 - Diagrama de Schaeffler com a ilustração dos campos de composição das principais famílias de aços inoxidáveis [17].

As propriedades mecânicas dos AIAs são altamente dependentes da composição química. Uma grande quantidade de ajustes de propriedades pode ser conseguida por meio de variações nas composições, obtendo-se materiais adequados para um amplo número de aplicações [18-20].

1.2.1 Inoxidáveis martensíticos

São obtidos após tratamento térmico conhecido por têmpera, que pode propiciar a formação de austenita em elevadas temperaturas e transformá-la em martensita por resfriamento rápido (têmpera). São basicamente ligas Fe-C-Cr com teores de Cr variando de 12 até 18% e carbono entre 0,1 e 1,20%, podendo haver pequena quantidade de molibdênio, para se ter uma melhor resistência à corrosão. Possuem temperabilidade alta, devido aos altos teores de elementos de liga presentes, apresentam uma estrutura inteiramente martensítica em peças espessas, mesmo com resfriamento ao ar. Sua resistência à corrosão não é muito significativa comparada a dos outros tipos de aços inoxidáveis, porém satisfatória em meios pouco agressivos. Eles são ferromagnéticos. Suas principais aplicações estão ligadas às peças e componentes que demandam alta dureza, resistência mecânica e resistência à abrasão, tais como lâminas de facas, molas de caminhão e tesouras. O tipo mais comum desta família de aços inoxidáveis é o AISI 420 [21].

1.2.2 Inoxidáveis ferríticos

São ligas Fe-Cr que apresentam estrutura ferrítica na temperatura ambiente. Têm Cr entre 10,5 e 30% e baixos teores de C, menores que 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 [21].

São largamente 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 [22]. O tipo AISI 430 é o que melhor representa essa família.

1.2.3 Inoxidáveis duplex

Essa família se distingue por apresentar simultaneamente as fases austenita e ferrita estáveis na temperatura ambiente. Esse fato se deve ao balanceamento adequado dos elementos de liga utilizados, da ordem de 18 a 30% de Cr, 3,5 a 8% de Ni e 1,5 a 4,5% de Mo. A quantidade de cada fase, austenita e ferrita, é função da composição química e do tratamento térmico empregado, mas a maioria das ligas é projetada para ter quantidades iguais de cada fase na condição solubilizada. Além do Cr, Ni e Mo, podem ser adicionados N, Cu, Si e W para controlar as propriedades e o balanço microestrutural. A resistência à corrosão dos aços duplex é comparável ou superior à dos aços austeníticos, entretanto os aços duplex possuem maiores limites de resistência e escoamento, com a vantagem de ter melhor resistência à corrosão-sob-tensão. Um exemplo de aplicação é no casco de submarinos e em plataformas de petróleo, além de usinas de biodiesel. Os tipos mais utilizados são os tipos 2205 e o 2304 [23].

1.2.4 Inoxidáveis endurecíveis por precipitação

Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação mais comuns são martensíticos. São ligas Fe-C-Cr e contêm elementos que provocam a formação de precipitados (compostos intermetálicos), tais como Ti, Al e Cu [24]. Possuem elevados níveis de resistência mecânica devido à formação dos precipitados em uma matriz geralmente martensítica. Apresentam ductilidade e tenacidade superiores em comparação com outros aços de resistência similar (martensíticos) e, além disto, apresentam boa resistência à corrosão. O endurecimento é obtido após tratamento térmico, da seguinte forma: recozimento de solubilização a 1040 °C para dissolver os agentes endurecedores; resfriamento a temperatura ambiente para estrutura se transformar em martensita (supersaturada pelos elementos endurecedores); um simples recozimento na faixa de 480-620 °C é suficiente para precipitar a segunda fase e aumentar a resistência da liga [24]. Um exemplo desta família é o 17-4 PH (*Precipitation*

Hardening). São usados em peças muito solicitadas, por exemplo, cano de revólver ou espingarda de grosso calibre, e equipamentos para indústria petroquímica [24].

1.2.5 Inoxidáveis austeníticos

Os inoxidáveis austeníticos são paramagnéticos e têm grande capacidade de conformação. Possuem grande versatilidade e podem ser utilizados desde aplicações simples com um garfo de mesa até aquelas mais complexas como os tubos utilizados na extração de petróleo. A grande estabilidade estrutural desses aços permite que eles trabalhem em uma larga faixa de temperaturas, desde condições criogênicas (tanques para congelamento) até altas temperaturas (fornos de tratamento térmico). Em muitos casos eles são designados por números que indicam o seu percentual de Cr e Ni, o aço inoxidável austenítico mais conhecido, o tipo AISI 304L [25], é conhecido popularmente como 18-8. Esses aços, assim como os ferríticos, não podem ser endurecidos por têmpera, pois, para qualquer taxa de resfriamento a austenita não se transformará em martensita. Entretanto, para certas classes menos estáveis, é possível induzir a transformação parcial da austenita para martensita por deformação plástica a frio.

Cada elemento, presente na composição dos aços inoxidáveis austeníticos, desempenha um papel importante para que a liga tenha características favoráveis durante suas distintas e variadas aplicações, portanto serão apresentados em seguida os efeitos dos principais elementos de liga [1].

Devido à presença do **níquel**, esses aços apresentam-se com estrutura cúbica de faces centradas (CFC), estável a temperatura ambiente, pois o níquel é um elemento fortemente estabilizante de austenita, já sua contribuição para a resistência à corrosão é bem pequena se comparada à do cromo.

O **cromo** é o principal responsável pelo aumento da resistência à corrosão e oxidação, porém o teor de cromo presente na liga deve ser bem controlado, pois, ele desestabiliza a austenita, favorecendo a formação de outras fases, indesejáveis em sua maioria.

O **carbono** estabiliza a austenita e aumenta a resistência mecânica da liga, porém ele também pode causar uma maior corrosão intergranular devido à precipitação de C na forma de carbonetos, mesmo para pequenas quantidades de carbono [1].

O **molibdênio** contribui de forma positiva tanto na resistência à corrosão por pites, como na resistência mecânica da liga, principalmente em altas temperaturas.

O **silício** quando presente em solução sólida na liga aumenta a resistência mecânica do material e também a resistência à oxidação em altas temperaturas.

O **manganês**, assim como o níquel, é um estabilizante de austenita, também atenua o efeito de enxofre na liga, isso é um fato importante já que o enxofre diminui a ductilidade durante trabalho a quente.

A composição química dos principais tipos de aços inoxidáveis austeníticos é listada na tabela 1.1 [25].

Tabela 1.1 - Composição química dos principais aços inoxidáveis austeníticos, % em massa para cada elemento [25].

AISI								
	C(%)	Si(%)	Mn(%)	P(%)	S(%)	Cr(%)	Ni(%)	Mo(%)
301	0,15	1,00	2,00	0,045	0,030	16,0–18,0	6,0–8,0	
302	0,15	0,75	2,00	0,045	0,030	17,0–19,0	8,0–10,0	
304	0,07	0,75	2,00	0,045	0,030	17,5–19,5	8,0–10,5	
304L	0,03	0,75	2,00	0,045	0,030	17,5–19,5	8,0–12,0	
304H	0,04–	0,75	2,00	0,045	0,030	18,0–20,0	8,0–10,5	
316	0,08	0,75	2,00	0,045	0,030	16,0–18,0	10,0–14,0	2,0–3,0
316L	0,03	0,75	2,00	0,045	0,030	16,0–18,0	10,0–14,0	2,0–3,0
317	0,08	0,75	2,00	0,045	0,030	18,0–20,0	11,0–15,0	3,0–4,0
317L	0,03	0,75	2,00	0,045	0,030	18,0–20,0	11,0–15,0	3,0–4,0
321	0,08	0,75	2,00	0,045	0,030	17,0–19,0	9,0–12,0	

Os aços inoxidáveis austeníticos são mais frequentemente designados pela nomenclatura AISI (*American Iron and Steel Institute.*), um exemplo é o AISI 304 que ficou conhecido como 18-8 devido aos seus teores habituais de liga, com 18% de Cr e 8% de Ni. Tem o teor de níquel mínimo para que a estrutura seja totalmente austenítica.

Conforme já foi mencionado, a principal característica dessa família de aços inoxidáveis é a presença predominante da austenita, que traz consigo muitas características diferentes dos aços ao carbono. Uma representação esquemática das estruturas austeníticas (cúbica de faces centradas) e ferríticas (cúbica de corpo centrado) pode ser vista na figura 1.2.

Figura 1.2 - Representação esquemática de uma estrutura cúbica corpo centrado - alfa, e de uma cúbica de faces centradas – gama [26].

A estrutura cúbica de corpo centrado apresenta maior facilidade de ser deformada, com 48 sistemas de deslizamento possíveis, porém na estrutura CCC, diferentemente da estrutura CFC, não apresenta planos compactos. A estrutura cúbica de face centrada apresenta apenas 12 sistemas de deslizamento [26]. A austenita é caracterizada por uma excelente ductilidade, que pode ser observada nas curvas de ensaio de tração de um aço AISI 304 comparada com a de um AISI 430, que representa um aço ferrítico,

conforme ilustra a figura 1.3. O alongamento do AISI 304 é bastante superior, atingindo valores de cerca de 50% contra menos de 30% do AISI 430 [27]. Outra característica é o maior encruamento, ou seja, o aumento da resistência mecânica com o progresso da deformação plástica, que possibilita aos austeníticos atingirem valores de limite de resistência quase 50% superiores aos ferríticos [27].

Figura 1.3 - Curvas tensão versus deformação em tração dos aços tipo AISI 430 e AISI 304 [27].

As propriedades mecânicas dos principais aços inoxidáveis austeníticos são listadas na tabela 1.2.

Tabela 1.2 - Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos [28].

AÇO (AISI)	Limite escoamento (MPa)	Limite Resistência (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HRb)
301	205	515	40	95
302	205	515	40	92
304	205	515	40	92
304L	170	485	40	92
304H	205	515	40	92
316	205	515	40	95
316L	170	485	40	95
317	205	515	35	95
317L	205	515	40	95
321	205	515	40	95

1.3 SOLUBILIZAÇÃO

A solubilização é um tratamento térmico que consiste no aquecimento até uma temperatura apropriada para o determinado material e por tempo suficiente para que ocorra a dissolução de um ou mais constituintes. Posteriormente ao aquecimento, é feito o resfriamento bastante rápido (têmpera) para evitar a precipitação. Para o caso do aço AISI 304L, esse tratamento térmico gera a formação de uma microestrutura predominantemente austenítica.

Nos aços inoxidáveis os tratamentos de solubilização têm os seguintes objetivos [29]:

- remover tensões devidas aos tratamentos mecânicos a frio ou a quente;
- diminuir a dureza para melhorar a usinabilidade do aço;
- melhorar propriedades mecânicas, tais como ductilidade e tenacidade;
- facilitar o trabalho a frio;
- modificar as características elétricas e magnéticas;

- ajustar o tamanho de grão;
- ajustar a textura cristalográfica;
- produzir uma microestrutura definida.

É extremamente importante o controle da temperatura de solubilização, pois com o aumento da temperatura de solubilização também ocorre um aumento progressivo do tamanho de grão e isto pode comprometer a qualidade do produto.

A temperatura ideal para a solubilização dos aços inoxidáveis austeníticos situa-se entre 1050 e 1100 °C, com duração entre 30 e 60 minutos, seguido de resfriamento rápido até a temperatura ambiente. Esse tratamento garante a presença da fase austenítica e confere a melhor ductilidade e tenacidade ao aço. Na figura 1.4 são apresentados os distintos tratamentos térmicos e a respectivas transformações de fases que acontecem nos AIAs.

Figura 1.4 - Tratamentos térmicos e transformações de fase que ocorrem nos aços inoxidáveis austeníticos [8].

1.4 ESTADO ENCRUADO

Durante a deformação plástica o material armazena energia e essa energia é o potencial termodinâmico para a recristalização, no posterior recozimento deste material [30]. Esta energia é armazenada na forma de defeitos cristalinos criados durante a deformação, principalmente discordâncias. Os núcleos e locais de início da recristalização são definidos pela distribuição de defeitos cristalinos. De uma maneira geral, a recristalização inicia-se preferencialmente em locais cuja concentração de discordâncias é alta.

Durante a deformação a frio o metal armazena de 2 a 10% da energia [31] utilizada na deformação, em maior parte, essa energia se deve à presença das discordâncias.

A mobilidade das discordâncias, em materiais com baixa energia de defeito de empilhamento, como é o caso dos aços inoxidáveis austeníticos, é reduzida [32]. O escorregamento com desvio das discordâncias em hélice e a escalada das discordâncias em cunha são dificultados, pelo fato de que nestes materiais as discordâncias unitárias se dissociam em discordâncias parciais com grandes distâncias entre elas [30].

Os aços inoxidáveis austeníticos têm baixa EDE, enquanto os metais de estrutura CFC apresentam uma grande variação na EDE e os valores encontrados na literatura para os AIAs variam dentro da faixa de 10 a 100 mJ/m² [33,34].

A mobilidade das discordâncias aumenta com o aumento da EDE e com o acréscimo da temperatura de deformação [35].

O tamanho de grão inicial afeta a microestrutura do metal no estado encruado. Metais com tamanhos de grãos, no estado inicial, diferentes, quando submetidos a uma deformação em iguais condições, a densidade de discordâncias após a deformação será diferente. Quanto menor o tamanho de grão inicial, maior será o valor da densidade de discordâncias para o material encruado.

Existe uma fórmula proposta por CONRAD e CHRIST [36] que relaciona deformação (ϵ_0), com o tamanho de grão inicial e densidade de discordâncias (ρ) para o ferro puro [37], porém, ela é aproximadamente válida para os demais metais e suas ligas.

$$\rho = (\epsilon_0/K_1).(1/d^n) \quad (1.4)$$

onde b é o módulo do vetor de Burgers, K_1 e n são constantes que não dependem da deformação aplicada ao material [37].

Durante a deformação a frio, o material está sujeito a formação de heterogeneidades, estas são apresentadas na forma de bandas de deformação, bandas de cisalhamento e maclas [33].

As bandas de deformações são regiões no interior de um grão que durante a deformação sofreu certa rotação devido aos diferentes sistemas de escorregamentos [38]. Essa heterogeneidade é mais comum em materiais com grãos de grande tamanho [30, 33].

As bandas de cisalhamento estão presentes em maior frequência em metais de baixa EDE [39,40]. Diferentes das bandas de deformações, que são confinadas no interior de grão, as bandas de cisalhamento atravessam os contornos de grão, sua formação está associada aos altos graus de deformações.

Assim como as bandas de cisalhamento, as maclas também dependem da EDE. Materiais com EDE baixa são mais suscetíveis a formação de maclas [41].

1.5 FORMAÇÃO E REVERSÃO DE MARTENSITA

1.5.1 Formação de martensita

A formação da martensita pode acontecer tanto por resfriamento brusco, quanto por deformação. Esta transformação de fase tem seguintes características principais [41]:

- Ocorre sem mudança de composição química;
- Ocorre com mudança de estrutura cristalina;
- Ocorre sem difusão;
- A velocidade de transformação é altíssima: 10^6 mm/s;
- Causa formação de grande quantidade de defeitos cristalinos durante a transformação;
- Existem relações de orientação entre a matriz e a fase formada;
- Ocorre tanto em ligas ferrosas como em não ferrosas e também em não metais.

A possibilidade de formação de martensita induzida por deformação a partir da estrutura CFC está ligada com a diminuição da energia de defeito de empilhamento. Dependendo da composição química e da temperatura de deformação, o aço inoxidável austenítico está sujeito a transformação martensítica quando é deformado.

Dois tipos de martensita podem ocorrer nos AIs. A formação de martensita ϵ , cuja estrutura cristalina é hexagonal compacta (HC), e de martensita α' , de estrutura cúbica de corpo centrada (CCC) [39]. A martensita ϵ é encontrada, inicialmente, no ferro puro em baixas temperaturas e sob alta pressão. A austenita é uma estrutura cúbica de face centrada e é determinada por uma sequência de átomos empilhados de maneira ABCABC, porém, quando este empilhamento possui uma descontinuidade na sua ordem, como do tipo AB|ABC, obtém-se, localmente, a estrutura HC, essa estrutura é chamada de ϵ [39]. Para altas deformações, a martensita ϵ pode sofrer novo cisalhamento, dando origem a uma estrutura cúbica de corpo centrada CCC, a martensita α' [40].

As martensitas presentes em um determinado material alteram expressivamente as propriedades e, portanto, as aplicações dos aços são fortemente dependentes da quantidade formada de martensita [41]. A quantidade, a distribuição e a morfologia das martensitas ϵ e α' também alteram a conformabilidade dos aços inoxidáveis austeníticos [7, 40].

A morfologia mais corriqueira é a de placas finas. Nos aços, com baixos teores de carbono, a martensita adota a forma de "ripas" [41]. A martensita em forma de placas difere da martensita em ripas não só morfologicamente, mas também quanto à subestrutura. As placas possuem uma subestrutura de maclas finas paralelas, enquanto a martensita em ripas possui uma subestrutura caracterizada por uma alta densidade de discordâncias [39]. A subestrutura está relacionada à cristalografia da martensita que será discutida a seguir.

Na interface entre a martensita e a austenita é observado um plano, este é denominado de hábito e durante a transformação este plano permanece invariante [41]; não sofre nenhuma deformação ou rotação. Este plano da interface é coerente ou semicoerente e

possui uma orientação cristalográfica bem definida para todas as placas de martensita [42]. Este plano de hábito quando próximo a superfície do material gera um defeito superficial, conforme ilustrado na figura 1.5.

Figura 1.5 - A formação de uma placa de martensita produzindo um relevo na superfície [41].

Conforme já foi discutido anteriormente, a quantidade de martensita α' formada depende da composição do aço, da energia de defeito de empilhamento e da temperatura, quantidade e velocidade de deformação [2, 3, 6]. A energia de defeito de empilhamento (EDE) tem forte influência na natureza, densidade e distribuição dos defeitos cristalinos gerados na deformação plástica e na tendência à formação da martensita α' [42]. Uma EDE mais alta produz uma distribuição celular das discordâncias com menos martensita induzida por deformação. Para aços com EDE baixa, as discordâncias têm uma distribuição planar com grande quantidade de martensita induzida por deformação [6].

Em aços com carbono alto, quando a austenita é resfriada ela pode se transformar em martensita. A temperatura na qual este fenômeno começa é chamada M_s , *martensite start* e a temperatura na qual a formação de martensita se completa é chamada M_f , *martensite finished* [43].

A transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ usualmente ocorre em baixas temperaturas, como poderá ser visto mais adiante. Através da equação 1.5, que é uma expressão empírica, pode-se calcular a temperatura na qual inicia-se a transformação martensítica durante o

resfriamento, para uma determinada composição de aço, onde as percentagens, de cada elemento são expressas em % em massa [45]:

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 539 - 423(\% \text{C}) - 30,4(\% \text{Mn}) - 17,7(\% \text{Ni}) - 12,1(\% \text{Cr}) - 7,5(\% \text{Mo}) \quad (1.5)$$

Nas curvas TTT, a transformação martensítica é representada por duas linhas paralelas ao eixo horizontal e correspondentes a M_s e M_f . De acordo com a curva TTT, percebe-se que quantidade volumétrica transformada não varia com o tempo.

Outra variável importante nesta transformação é a velocidade de resfriamento, pois o resfriamento rápido evita que outras transformações que dependem de difusão ocorram.

A martensita do sistema ferro-carbono é tetragonal de corpo centrado, isso se deve a quantidade de carbono, pois, a razão (c/a) do parâmetro de reticulado depende do teor de carbono, para isso têm-se a seguinte equação 1.6 [41].

$$(c/a) = 1 + 0,045 \times (\% \text{ em peso de carbono}) \quad (1.6)$$

Para aços, com o teor muito baixo de carbono, a razão (c/a) é muito próxima de 1 sendo assim, a estrutura TCC pode ser considerada uma CCC.

No caso de martensitas induzidas por deformação, é importante ter conhecimento da temperatura M_d . Ela é definida como a temperatura em que ocorre a formação de uma determinada quantidade de martensita após um determinado grau de deformação, por exemplo, temperatura na qual 50% de martensita α' é produzida depois de 30% de deformação verdadeira no ensaio de tração. Situa-se comumente acima da temperatura ambiente e é mais alta em comparação com M_s pode ser determinada a partir da equação proposta por Angel [3], equação 1.7:

$$M_d(30/50)(^{\circ}\text{C}) = 413 -$$

$$[9,5(\%\text{Ni})+13,7(\%\text{Cr})+8,1(\%\text{Mn})+9,2(\%\text{Si})+18,5(\%\text{Mo})+462(\%\text{C}+\%\text{N}) \quad (1.7)$$

$M_d(30/50)$ é temperatura na qual ocorre 50% de martensita formada para 30% de deformação.

O teor de carbono da martensita é o principal responsável pela sua alta resistência mecânica. Outros fatores relevantes são o tamanho de grão da martensita e a subestrutura composta de maclas e discordâncias. Portanto, do ponto de vista microestrutural, mesmo uma martensita com teor de carbono muito baixo acarretará em uma resistência mecânica superior à da ferrita.

1.5.2 Reversão de martensita

As α' (martensitas CCC) e as ε (martensitas HC) são fases metaestáveis e reverterem para γ (austenita CFC) quando o aço encruado é aquecido, este fenômeno é denominado “reversão da martensita”. A reversão da martensita ε ocorre na faixa de temperatura entre 150 e 400 $^{\circ}\text{C}$, já a reversão da martensita α' situa-se entre 400 e 850 $^{\circ}\text{C}$ [6, 43, 45].

Quando o material é aquecido, a martensita começa a transforma-se para austenita e a temperatura na qual este fenômeno começa a acontecer é chamado A_s (*austenite start*) e a temperatura na qual este fenômeno se completa é chamado A_f , (*austenite finished*) [45].

1.6 RECUPERAÇÃO

Antes de discutir a recristalização, é importante diferenciá-la da recuperação. A recuperação é outro fenômeno que acontece durante a deformação plástica em altas

temperaturas ou após um simples recozimento do material deformado plasticamente . Consiste da restauração parcial da microestrutura do material advinda da deformação plástica [42]. A aniquilação e rearranjo de discordâncias são os principais fenômenos que ocorrem na recuperação para temperatura abaixo de $0,4T_f$ (temperatura absoluta de fusão) [42]. A figura 1.6 mostra de maneira esquemática como isso ocorre. A figura apresenta uma distribuição de discordâncias do tipo cunha, onde ocorre à aniquilação de discordâncias do mesmo plano, porém, de sinais opostos, 1 e 2, em planos diferentes e com vetores de Burgers opostos ocorre a aniquilação de discordâncias, 3 e 4.

Figura 1.6 - Aniquilação de discordâncias durante a recuperação [46].

A velocidade de recuperação diminui com o tempo em um recozimento isotérmico, a medida a força motriz da reação vai sendo consumida. Ao contrário disso, a cinética da recristalização vai crescendo com o tempo, pois a recristalização é um fenômeno que ocorre por nucleação e crescimento [46]. Outra importante diferença dos processos. É que a recristalização leva certo tempo para se iniciar, já a recuperação se inicia no começo do ciclo de recozimento. Durante a recuperação não ocorre a movimentação de contornos de alto ângulo.

Para que a recuperação aconteça, ela necessita grande ativação térmica, pois os processos associados a ela são: escorregamento com desvio ("*dislocation cross-slip*") e escalada ("*dislocation climb*") [47]. A formação dos subgrãos requer temperaturas mais altas.

A cinética de recuperação é dada pela seguinte equação:

$$(1/\rho) - (1/\rho_0) = k.t \quad (1.8)$$

ρ e ρ_0 são as densidades de discordâncias no instante t e inicial, t é o tempo do recozimento e k é uma constante [47]. O gráfico da figura 1.7 representa a equação (1.4).

Figura 1.7 - Cinética de recuperação de metal encruado [47].

1.7 NUCLEAÇÃO

O núcleo de recristalização é definido como uma região com baixa densidade de defeitos cristalinos, rodeada por contornos de alto ângulo. Os embriões da recristalização, que se transformarão em núcleos durante o recozimento, já são formados durante a deformação do material [48].

Locais que podem constituir possíveis núcleos de recristalização são bandas de transição e cisalhamento, ou seja, locais com grande concentração de defeitos cristalinos e com grandes diferenças de orientações [47].

PADILHA e SICILIANO [44] mencionam que três possibilidades ou modelos de nucleação são propostos na literatura:

Migração de contornos de grão induzida por deformação: Neste modelo contornos de grãos pré-existent migram para o interior de um grão mais deformado, a favor desse mecanismo está a eliminação de defeitos com isso, acontece uma redução da energia armazenada relacionada aos defeitos.

Nucleação por migração de contornos de baixo ângulo (sub-contornos)

Modelo este proposto por CAHN [49] e BECK [50]. Está relacionado ao fenômeno conhecido como poligonização, crescimento de um subgrão, pela migração de seus subcontornos.

Nucleação por coalescimento de subgrãos

Subgrãos sofrem uma rotação e os reticulados cristalinos passam a ser coincidentes, eliminando alguns subcontornos e aumentando a desorientação e a energia de outros.

O início da recristalização geralmente ocorre em regiões ou locais que contem grandes quantidades de defeitos cristalinos e distorções no reticulado e são locais preferenciais para ocorrer a nucleação da recristalização.

1.8 RECRISTALIZAÇÃO

A recristalização acontece pela movimentação de contornos de alto ângulo no interior do material. A movimentação de contornos de alto ângulo varre a microestrutura eliminando defeitos cristalinos. Este fenômeno está ligado à nucleação de grãos com baixa densidade de defeitos cristalinos e estes crescem até que as frentes de reação se encontrem [51].

O fenômeno de recristalização pode ser entendido como o resultado de um conjunto de alterações da microestrutura de um material em decorrência de tratamento térmico onde os grãos formados estão relativamente livres de defeitos, ou seja, com menor energia armazenada na forma de defeitos cristalinos [44].

Na nucleação são ativados mecanismos de rearranjo de discordâncias para formar uma região livre de defeitos associada a um contorno de alto ângulo com alta mobilidade. Esses contornos migram em alta velocidade pela microestrutura recuperada ou encruada. A nucleação ocorre de forma bem heterogênea e preferencialmente nos contornos de grão iniciais, nas bandas de deformação ou nas proximidades de precipitados e inclusões [51].

A nucleação ocorre por variadas formas ou mecanismos, conforme já foi mencionado anteriormente. Os contornos de grão já existentes migram para o interior de um grão vizinho mais deformado. Este mecanismo ocorre para pequenas deformações [44].

Outra maneira de nucleação durante a recristalização é a migração dos subcontornos, formados ainda na etapa de recuperação. Eles vão se movimentando e absorvendo as discordâncias encontradas pelo caminho, aumentando assim sua energia, desorientação e mobilidade até transformarem em contornos de alto ângulo [51].

A terceira forma de nucleação é chamada de nucleação por coalescimento de subgrãos. Subgrãos vizinhos sofrem uma determinada rotação, até que seus reticulados cristalinos coincidam. Neste processo de coalescimento ocorre também um

aumento na diferença de orientação com outros subgrãos vizinhos, levando ao aparecimento de um contorno de alto ângulo, este com alta velocidade de migração, ocorrendo assim a nucleação na recristalização [44].

Um parâmetro importante durante o estudo de recristalização é a temperatura de recristalização, porém este parâmetro depende de vários fatores, como a composição química do aço, modo, quantidade, velocidade, temperatura de deformação, tempo de recozimento e a taxa de aquecimento [52]. Portanto é mais fácil determinar uma faixa de temperaturas, pois estas variáveis impedem a determinação, com razoável exatidão, de uma única temperatura de recristalização. As variáveis citadas acima, que provocarem um aumento da energia armazenada durante a deformação, levam a uma diminuição da temperatura de recristalização.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos o material pesquisado, os tratamentos térmicos e mecânicos utilizados e as técnicas de caracterização microestrutural empregadas.

2.1 MATERIAL

O material pesquisado nesta dissertação foi o aço inoxidável austenítico AISI 304L, na forma de chapa laminada, com 3,0 mm de espessura, cuja composição química (% em massa) é apresentada na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Composição química do aço inoxidável austeníticos 304L (% em massa).

AISI	Fe	Cr	Ni	Mo	S	Mn	Si	P	Ti	C	N
304L	71,53	18,31	8,23	0,19	0,002	0,76	0,72	0,12	0,15	0,025	0,0595

2.2 METODOLOGIA

Neste item será dada uma visão geral da metodologia utilizada, que será detalhada nos itens seguintes deste capítulo. Amostras foram inicialmente solubilizadas e em seguida laminadas em um laminador de laboratório, nas temperaturas nominais de -196, 25, 100 e 200, 250 e 300 °C, com reduções de espessura de 15, 25 e 34%. Os corpos de prova obtidos nesta série de experimentos foram usados para determinar as curvas de endurecimento por deformação (encruamento) e a quantidade de martensita ferromagnética induzida por deformação, em função do grau de redução nas temperaturas mencionadas.

Para avaliar o endurecimento por deformação foram utilizadas medidas de dureza Vickers, as quais foram realizadas em corpos-de-prova metalográficos polidos e atacados, usando a carga de 1 kg. Em média, foram feitas 20 medidas por amostra.

Várias técnicas de análise microestrutural tais como microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X (DRX) foram utilizadas para caracterizar as microestruturas das amostras. Para a determinação das fases ferromagnética (ferrita δ e martensita α') foram utilizadas medidas magnéticas (ferritoscopia) e difração de raios X.

O diagrama apresentado em seguida na Figura 2.1 ilustra os principais procedimentos adotados neste trabalho.

Figura 2.1 – Diagrama ilustrando a metodologia utilizada neste trabalho.

2.2.1 Laminação

Inicialmente, foram cortadas amostras na forma de pequenas chapas, conforme ilustrado na figura 2.2, apresentada em seguida.

Figura 2.2 – Figura ilustrando a geometria das amostras utilizadas nas experiências de laminação.

Antes da laminação, as amostras permaneceram no forno até atingir a temperatura determinada para cada laminação e em seguida foram levadas ao laminador de forma rápida, para minimizar as perdas térmicas durante esta operação. O laminador utilizado neste trabalho foi um laminador do tipo FENN 042/4-046, que se encontra instalado na Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG). O diâmetro dos cilindros deste laminador medem 108 mm e a rotação utilizada foi de 20 rpm. As reduções de espessura utilizadas estão apresentadas na tabela a seguir, com os respectivos valores de deformação verdadeira.

Tabela 2.2 – Esquema de laminação.

Número de passes	Redução de espessura (%)	Deformação verdadeira
1	10	0.105
1	15	0.163
2	20	0.223
2	25	0.288
3	30	0.357
3	34	0.416

2.2.2 Tratamentos térmicos

2.2.2.1 Solubilização

A solubilização foi realizada para dissolver toda ferrita δ presente nas chapas recebidas; essa fase é oriunda do processo de solidificação do material. A tabela abaixo mostra um esquema de todas as solubilizações realizadas no material como recebido, com o objetivo de escolher o melhor par tempo e temperatura em que toda a ferrita δ fosse totalmente dissolvida, sem a ocorrência de significativo crescimento de grão. Essa série de tratamentos térmicos foi realizada em forno de laboratório, já equipado com um termopar.

Tabela 2.3 - Esquema dos tratamentos térmicos de solubilização realizados.

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	1050	30
2	1050	60
3	1100	60
4	1150	30
5	1150	60
6	1200	30

2.2.2.2 Reversão de martensita e recristalização

Após a laminação, outro tipo de tratamento térmico foi realizado, este agora com o objetivo de reversão de martensita e de recristalização. Para o estudo da influência da reversão da martensita na cinética de recristalização, as amostras foram divididas em três grupos. O primeiro grupo foi tratado termicamente em uma temperatura de 600 °C. O segundo grupo foi tratado a uma temperatura de 600 °C e retornou ao forno a 900 °C por um tempo de duas horas. O terceiro grupo foi recozido diretamente a 900 °C. O

tratamento realizado a 600 °C teve como objetivo a reversão da martensita, enquanto o tratamento realizado a 900 °C teve como objetivo causar a recristalização. Em todas as etapas citadas o tempo do tratamento térmico foi de duas horas. Na figura 2.3 é apresentado um esquema destes tratamentos.

Figura 2.3 - Esquema dos tratamentos térmicos para a reversão e recristalização do material laminado.

2.2.3 Microscopia óptica

A microscopia óptica destina-se às observações nas quais o aumento é geralmente menor que 1500 vezes, sendo, portanto, uma técnica destinada à observação de características microestruturais micrométricas. Por meio desta técnica pode-se observar contornos de grão e às vezes contornos de subgrãos. Esta técnica permite a análise de uma grande área [53,54].

A preparação das superfícies observadas no microscópio óptico seguiu os seguintes passos:

Embutimento: é indispensável para o melhor manuseio de peças pequenas e obtém com maior facilidade uma superfície plana e paralela nas etapas de lixamento e polimento, impedindo que corpos de prova danifiquem a lixa ou pano de polimento. O embutimento foi realizado a quente e utilizou-se uma baquelite de resina termoendurecível.

Lixamento: utilizou-se a seguinte série de lixas de granulometria de 220, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200 # .

Polimento mecânico: as amostras foram polidas com pasta de diamante de 6,3 e 1 μm .

Polimento eletrolítico: este polimento foi realizado para as amostras após sofrerem laminação e tratamentos térmicos, ele é adequado, pois evita formação de martensita durante o polimento, como pode acontecer no polimento mecânico.

Ataque eletrolítico: Ataque da superfície: tem o objetivo realçar certos constituintes da microestrutura de forma a torná-los visíveis ao microscópio óptico e eletrônico de varredura. O reagente utilizado foi uma solução de ácido nítrico 60% em água. Os ataques foram realizados com 3 Volts por 2 minutos [55]. Este ataque foi também o que melhor revelou os contornos de grãos da austenita.

2.2.4 Microscopia eletrônica de varredura

A técnica da microscopia eletrônica foi utilizada para analisar a microestrutura devido à sua capacidade de produzir grandes aumentos das imagens, podendo-se assim, observar áreas grandes com uma melhor qualidade de resolução que o microscópio óptico. Esta técnica baseia-se na interação de elétrons com a matéria e as informações geradas dessa interação [56]. Os elétrons são acelerados através de lentes eletromagnéticas por tensões que chegam até 30 kV. A variação da voltagem permite a variação da aceleração dos elétrons. A parte positiva em relação ao filamento do microscópio (eletrodo positivo) atrai fortemente os elétrons gerados, resultando numa aceleração em direção ao eletrodo positivo. A correção do percurso dos feixes é

realizada pelas lentes condensadoras que alinham os feixes em direção à abertura da objetiva. A objetiva ajusta o foco dos feixes de elétrons antes dos elétrons atingirem a amostra analisada. A resolução do microscópio eletrônico de varredura é cerca de pelo menos uma ordem de grandeza melhor que o microscópio óptico [1].

A preparação das amostras para a microscopia eletrônica de varredura seguiu o mesmo padrão das amostras preparadas para microscopia óptica.

O MEV foi utilizado para analisar as microestruturas nas condições como recebida, laminada e pós-tratamento térmico. A composição química (elementos metálicos) das fases foi determinada com auxílio de análise por dispersão de energia (EDS) acoplada ao MEV. O MEV utilizado pertence ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

2.2.5 Difração de raios X

Esse método tem grande importância na análise microestrutural, pois fornece informação precisa sobre as estruturas cristalinas das fases presentes no material [57].

Esta técnica consiste em um feixe de raios X, com uma dada frequência incidir sobre um átomo isolado, elétrons deste átomo serão excitados e vibrarão com a frequência do feixe incidente. Estes elétrons vibrando emitirão raios X em todas as direções com a frequência igual ao do feixe incidente. O átomo isolado lança o feixe incidente de raios X em todas as direções. Porém, quando os átomos estão em um reticulado cristalino, ou seja, regularmente espaçados e a radiação incidente tem comprimento de onda da ordem deste espaçamento, ocorrerá interferência construtiva em certas direções e interferência destrutiva em outras [58].

Só ocorrerá difração, isto é, interferência construtiva, se a distância adicional percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de λ . Por exemplo, o feixe difratado pelo segundo plano de átomos percorre uma distância PO + OQ a mais do que o feixe difratado pelo primeiro plano de átomos. A equação 2.1 é a condição para que ocorra interferência construtiva é:

$$PO + OQ = n\lambda = 2d \text{ Sen } (\theta) \quad (2.1)$$

Onde:

n Número inteiro de ondas. $n = 1, 2, 3, 4, \dots$

d Distância interplanar.

θ O ângulo de incidência.

λ Comprimento de onda.

A figura 2.4 mostra um feixe monocromático de raios X, com comprimento de onda λ , incidindo com um ângulo θ em um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d .

Figura 2.4 - Difração de raios X de um cristal [58].

A figura 2.5 mostra de maneira esquemática o funcionamento de um difratômetro. O feixe de raios X é gerado pela fonte S, passa pelo colimador A e incide na amostra C, a qual está sobre o suporte H. A amostra sofre movimento de rotação em torno do eixo O, perpendicular ao plano da figura. O feixe difratado passa pelos colimadores B e F e incide no detector G, o qual está sobre o suporte E. Os suportes E e H são acoplados mecanicamente de modo que o movimento de $2 \times$ graus do detector é acompanhado pela rotação de X graus da amostra. Este acoplamento assegura que o ângulo de incidência e o de reflexão serão iguais à metade do ângulo de difração. O contador pode varrer toda a faixa de ângulos com velocidade constante ou ser posicionado manualmente em uma posição desejada. A intensidade do feixe difratado é medida pelo contador, o qual pode ser um contador proporcional, Geiger, de cintilação ou ainda um semicondutor [59].

Figura 2.5 – Difratômetro (goniômetro) de raios X, esquemático [14].

A amostra deve ter uma superfície plana. A área da amostra iluminada pelo feixe tem em geral um diâmetro de aproximadamente 5 a 10 mm [58]. O difratômetro de raios X utilizado pertence ao Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Em todas as análises foi utilizada a radiação Cu K α .

2.2.6 Dureza Vickers

Introduzida em 1925, utiliza-se um penetrador de diamante em forma de pirâmide de base quadrada, com um ângulo de 136° entre as faces opostas figura 2.4, este ângulo foi escolhido em função de sua proximidade com o ângulo formado no ensaio Brinell entre duas linhas tangentes às bordas de impressão e que partem do fundo desta impressão.

Figura 2.6 - Ângulo formado, pela impressão, durante o ensaio Vickers.

A dureza Vickers se baseia na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de 136°, sob uma determinada carga. A máquina que faz o ensaio Vickers não fornece o valor da área de impressão da pirâmide, mas permite obter, por meio de um microscópio acoplado, as medidas das diagonais (d_1 e d_2) formadas pelos vértices opostos da base da pirâmide, como pode ser visto na figura 2.7.

Figura 2.7 - Medição da dureza no ensaio Vickers através dos valores das diagonais da indentação [60].

Cálculo e unidades da medida de dureza Vickers:

$$HV = \frac{\text{Carga}}{\text{área da superfície piramidal}} = \frac{2Q \sin\left(\frac{136}{2}\right)}{L^2} \quad (2.2)$$

$$HV = \frac{1,8544 \times Q}{L^2} \quad (2.3)$$

Onde:

HV medida da dureza Vickers [N/mm² ou kgf/mm²].

Q carga utilizada [N ou kgf].

L diagonais, área medida [mm²].

As medidas de dureza foram realizadas em um microdurômetro Future Tech, modelo tester FM-700, em corpos-de-prova metalográficos polidos e atacados, usando carga de 1 kg, de acordo com a norma ASTM-384-09 [60]. Em média, foram feitas 20 medidas por amostra [58]. O durômetro utilizado pertence ao Centro Tecnológico (Cetec-MG) do Estado de Minas Gerais.

2.2.7 Medidas magnéticas

O teor de ferrita delta (δ) presente na liga em seu estado “como recebido” foi determinado através de medidas magnéticas.

O teor de martensita α' também foi determinado por um ferritoscópio, assim como a ferrita delta (δ). Foram realizadas medidas, após a laminação e os tratamentos térmicos de reversão de martensita.

Foram realizadas 10 medidas em cada amostra. Para as medidas foram utilizadas um ferritoscópio da marca Fischer, modelo MP 30E.

2.2.7 Medidas de tamanho de grão

Para a determinação do tamanho de grão neste trabalho foi utilizada a norma ASTM E 112 [63] e foi escolhido o método de circunferência com diâmetro conhecido. Este método consiste na superposição de uma linha teste (circunferência) sobre a micrografia onde será medido o tamanho de grão e são contadas as interseções dos contornos de grãos com a linha teste aplicada (circunferência) [58].

Para calcular o valor do tamanho de grão são usadas as seguintes equações:

$$N_L = N_i / p \quad (2.4)$$

$$D = 1 / N_L \quad (2.5)$$

N_L é o número de interceptos por unidade de comprimento da linha teste, p é o perímetro da linha teste, D é o tamanho médio de grão, também conhecido como diâmetro médio de grão.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados serão apresentados e discutidos na seguinte sequência: composição química da matriz austenítica, caracterização microestrutural do aço na condição como recebida, tratamento térmico de solubilização, laminação das chapas, recozimento das amostras laminadas e tamanho de grão das amostras recristalizadas.

3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA MATRIZ

A figura 3.1 apresenta um espectro de dispersão de energia (EDS) típico, obtido de análise de uma área aleatória da matriz do material na sua condição inicial.

Figura 3.1 - Espectro de dispersão de energia do AISI 304L, na condição inicial (como recebida).

O espectro, mesmo de forma semiquantitativa, indica os elementos presentes no material na condição analisada e essa análise é compatível com a composição química apresentada pela tabela 2.1.

Com base na composição química apresentada na tabela 2.1 e na equação 1.1 foi calculado o valor da EDE para o AISI 304L, o valor encontrado foi de $15,04 \text{ mJ/m}^2$. Este valor é relativamente baixo se comparado com a faixa de 1 a 200 mJ/m^2 [64], valores típicos dos demais e ligas com estrutura cristalina CFC.

O valor calculado para o aço AISI 304L, cerca de 15 mJ/m^2 , é típico de materiais que durante a deformação plástica apresentam acentuado endurecimento por deformação (encruamento), discordâncias com baixa mobilidade, devido às restrições para ocorrência de escorregamento com desvio ("*dislocation cross-slip*") e escalada ("*dislocation climb*") e distribuição relativamente homogênea de discordâncias, ou seja, ausência de células de discordâncias e dificuldade para a formação de sub-grãos [56]. No caso de aços inoxidáveis austeníticos, valores baixos de EDE indicam instabilidade da austenita e forte propensão à formação de martensitas induzidas por deformação [57].

3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO ESTADO INICIAL

O material foi recebido na forma de chapas laminadas a quente, com 3,0 mm de espessura, nominalmente solubilizadas. Amostras do material na condição como recebida foram analisadas por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X e ferritoscopia.

3.2.1 Análises por microscopia óptica e eletrônica de varredura

Na figura 3.2 é apresentada a uma imagem obtida no MEV, do material na condição “como recebida”, onde são observados grãos recristalizados e equiaxiais, isentos de deformação. É interessante notar que o ataque metalográfico selecionado não revela maclas de recozimento, o que facilita as determinações de tamanho de grão. O material apresentou diâmetro médio de grão de aproximadamente 50 μm .

Figura 3.2 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários com aumento de 650x. Material na condição “como recebida”. Ataque eletrolítico com ácido nítrico 60% em água, 3 Volts por 2 minutos.

Para verificar se havia algum tipo de precipitado nos contornos de grão ou até no interior dos grãos, foram realizadas observações com maior aumento, conforme ilustra a micrografia da figura 3.3 obtida com 10000 vezes de aumento.

Na figura 3.3 são observadas pequenas manchas escuras, estas são devido ao ataque eletrolítico, porém não foram encontrados precipitados em contorno ou no interior dos grãos.

Figura 3.3 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários com aumento de 10000x. Material na condição “como recebido”. Ataque eletrolítico com ácido nítrico 60% em água, 3 volts por 2 minutos.

3.2.2 Análises por difração de raios X

Com auxílio de difração de raios X é possível a identificação inequívoca de fases pela sua cristalografia e determinação de suas quantidades [59]. Na figura 3.4, em seguida, é apresentado o difratograma do material na condição de “como recebida”.

Figura 3.4 – Difratoograma do aço AISI 304L solubilizado no estado inicial. Radiação $\text{CuK}\alpha$.

No estado inicial, pode-se perceber através da difração de raios X a presença de uma fase com estrutura cristalina CCC, esta fase é a ferrita δ , pelas intensidades apresentadas no difratograma, a ferrita δ , quando comparada com a austenita γ , de estrutura CFC, está presente em pequena quantidade.

3.2.3 Medidas magnéticas

As medidas realizadas com o ferritoscópio confirmaram a presença de uma fase ferromagnética em pequena quantidade. As medidas de ferritoscopia são apresentadas na tabela 3.1.

3.3 SOLUBILIZAÇÃO

Conforme descrito no item anterior, foi detectada a presença de uma fase ferromagnética com estrutura CCC na chapa no estado como recebido. Após análise microestrutural e pelo histórico mecânico e térmico do material foi possível concluir que se tratava de ferrita delta (δ). Com o objetivo de eliminar a ferrita δ , o material foi submetido a uma série de tratamentos térmicos de solubilização em várias temperaturas (1050, 1100, 1150 e 1200 °C) por dois tempos de exposição (30 e 60 minutos).

3.3.1 Medidas magnéticas após solubilização

Após os tratamentos térmicos de solubilização, foram realizadas as medidas magnéticas com o ferritoscópio, e os resultados dessas medidas são apresentados na tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Medidas magnéticas após cada tratamento térmico de solubilização.

Medidas	Como recebida	1050 °C 30 min	1050 °C 60 min	1100 °C 60 min	1150° C 30 min	1150 °C 60 min	1200 °C 30 min
1	0,33	0,07	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
2	0,09	0,06	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01
3	0,14	0,02	0,01	0,01	0,03	0,01	0,01
4	0,09	0,05	0,04	0,01	0,01	0,01	0,01
5	0,12	0,18	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
6	0,09	0,08	0,06	0,01	0,03	0,01	0,01
7	0,1	0,09	0,09	0,01	0,04	0,01	0,03
8	0,25	0,12	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02
9	0,08	0,19	0,03	0,01	0,02	0,01	0,02
10	0,09	0,05	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Média	0,14	0,09	0,03	0,01	0,02	0,01	0,04
Desvio padrão	0,08	0,06	0,03	0,00	0,01	0,00	0,01

Com auxílio das medidas magnéticas pode-se verificar que a quantidade de fase magnética presente no material é pequena, porém foi necessária toda a sua remoção, para que se pudesse ter certeza que toda fase magnética, presente após a laminação, fosse apenas da martensita α' , fase esta também ferromagnética.

3.3.2 Tamanho de grão do material solubilizado

Para verificar se os tratamentos térmicos de solubilização não provocavam um aumento exagerado no tamanho de grão, foram realizadas as medidas de tamanho de grão. O diâmetro médio medido para cada tratamento térmico é apresentado na tabela 3.2.

Na tabela 3.2 também são apresentados os valores medidos de dureza Vickers para cada tratamento. A dureza do material no estado como recebido é típica de material recristalizado [46], todavia exposições em temperaturas elevadas por tempos mais longos causam eliminação de defeitos cristalinos e um amolecimento adicional.

Tabela 3.2 - Tamanho de grão e dureza das amostras solubilizadas isentas de deformação.

Solubilização	Diâmetro médio de grão (μm)	Dureza 1HV
Como recebido	49 ± 4	169 ± 7
1050°C 30min	76 ± 8	146 ± 9
1050°C 60min	90 ± 6	136 ± 8
1100°C 60min	95 ± 7	128 ± 10
1150°C 30min	87 ± 9	142 ± 5
1150°C 60min	97 ± 6	129 ± 11
1200°C 30min	90 ± 8	139 ± 7

De acordo com os resultados apresentados na tabela 3.3, observa-se que com o aumento da temperatura e do tempo em cada tratamento, o tamanho de grão também aumenta, conforme esperado.

3.3.3 Seleção do tratamento térmico de solubilização

O tratamento térmico de solubilização escolhido, teve como critério, a seleção do tratamento que eliminasse toda a ferrita δ em menor temperatura e tempo possível, causando menor crescimento de grão. Portanto, a solubilização adotada para as amostras que foram laminadas posteriormente foi 1100 °C e por 60 minutos. Após este tratamento, a microestrutura obtida era completamente austenítica com diâmetro médio de grão por volta de 95 μm .

3.4 LAMINAÇÃO

Após o tratamento térmico de solubilização (1100 °C por 60 minutos), o material foi laminado em seis graus de redução 10, 15, 20, 25, 30 e 34% em seis diferentes temperaturas (-196, 25, 100, 200, 250 e 300 °C). Nesta série de amostras encruadas foram realizadas medidas de dureza, quantidade de fase ferromagnética, além de análises com auxílio de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

3.4.1 Microestrutura do material laminado

As micrografias obtidas por meio de microscopia revelaram uma leve orientação dos grãos na direção de laminação, conforme ilustra a micrografia da figura 3.5.

Figura 3.5 - Micrografia obtida por microscopia óptica com aumento de 200x. Material laminado, com redução de espessura de 34% na temperatura de -196°C . Ataque eletrolítico com ácido nítrico 60% em água, 5 Volts por 30 segundos.

3.4.2 Curvas de endurecimento por deformação (encruamento)

Com o objetivo de estudar o efeito da temperatura de deformação no endurecimento por deformação, foram selecionadas duas temperaturas (25 e 200°C) e o material foi então laminado em um único passe nessas temperaturas. As curvas obtidas são apresentadas na figura 3.6. As curvas mostram uma forte influência da temperatura de laminação no endurecimento. O aumento da temperatura de deformação aumenta a mobilidade das discordâncias e diminui a quantidade de martensita formada. Os dois fatores acima mencionados, aumento da mobilidade das discordâncias e diminuição da quantidade de martensita formada, contribuem para um menor endurecimento por deformação.

Figura 3.6 - Curvas de endurecimento por deformação (Dureza Vickers *versus* % de redução em espessura) para o material solubilizado e laminado nas temperaturas de 25 e 200°C.

3.4.2 Endurecimento por deformação do material laminado

A Figura 3.7 apresenta a variação da dureza Vickers com a temperatura de laminação para três graus de redução utilizados (15, 25 e 34%).

Figura 3.7 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação do aço AISI 304L para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%). Valores de dureza na escala Vickers, com carga de 1Kgf.

Além da forte dependência da dureza com o grau de redução, observam-se para os três graus de redução pesquisados, quedas acentuadas na dureza entre -196°C e a temperatura ambiente, mas partir de 200°C a dureza permanece praticamente constante até 300°C .

3.4.2 Fração de martensita α' do material laminado

A figura 3.8 apresenta a variação da fração volumétrica de martensita α' em função da temperatura de laminação. A quantidade de martensita induzida por deformação

depende fortemente do grau de redução e da temperatura de deformação [41]. A fração volumétrica da martensita α' aumenta com o incremento do grau de redução e o decrescimento da temperatura de deformação, mas partir de 100°C a quantidade de martensita α' não apresenta variações significativas para os três graus de redução.

Figura 3.8 - Fração volumétrica da martensita α' em função da temperatura de laminação do aço AISI 304L para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%).

Os resultados da figura 3.7 e 3.8 evidenciam também o papel destacado que a martensita α' tem no aumento de resistência mecânica do aço AISI 304L. A fase α' forma uma dispersão muito fina (de dimensões nanométricas) de obstáculos eficientes

ao movimento das discordâncias [8,54]. Com o abaixamento da temperatura de deformação, a mobilidade intrínseca das discordâncias também diminui [45]. Além disto, durante a deformação, a quantidade de obstáculos como defeitos de empilhamento e partículas de martensita α' aumenta com a diminuição da temperatura de deformação plástica [8], acarretando um acentuado encruamento.

3.5 RECOZIMENTO DAS AMOSTRAS LAMINADAS

Visando verificar o comportamento da cinética de amolecimento e da evolução no tamanho de grão recristalizado, foram aplicados três tratamentos térmicos distintos. Os resultados de cada tratamento térmico serão descritos e discutidos a seguir.

3.5.1 Microdureza do material laminado e recozido a 600 °C

Após a laminação, as amostras foram submetidas a um recozimento a 600°C com duração de 2 horas. Este tratamento térmico teve o objetivo de causar somente a reversão da martensítica para austenita, pois nesta temperatura [45], não ocorre recristalização da austenita [14].

Tabela 3.3 apresenta os resultados de microdureza para o tratamento térmico apresentado neste item.

Tabela 3.3 - Medidas de microdureza e seus respectivos desvios padrões para o tratamento térmico a 600°C, por 2 horas.

Temperatura de deformação	15% de redução	25% de redução	34% de redução
-196	326±7	372±6	409±3
25	271±5	325±5	350±5
100	255±7	302±7	324±4
200	253±3	300±5	318±6
250	250±4	287±4	314±5
300	247±3	275±2	303±7

Com base nos valores medidos de microdureza e os respectivos desvios padrões foi construído o gráfico apresentado na figura 3.9.

Figura 3.9 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%), após sofrerem recozimento em 600 °C durante 2 horas.

Os valores de dureza apresentados na figura 3.9 sugerem que a temperatura para a ocorrência de recristalização completa não foi atingida, pois a dureza continuou alta mesmo após o tratamento térmico, principalmente, para as amostras deformadas em baixas temperaturas.

Na tabela 3.4, em seguida, é apresentado o valor médio das medidas magnéticas para as amostras que sofreram o tratamento térmico a 600°C.

Tabela 3.4 - Medidas magnéticas para o tratamento térmico a 600°C, por 2 horas.

Temperatura de deformação (°C)	15% de redução	25% de redução	34% de redução
-196	1,7	1,1	0,6
25	0,5	0,09	0,07
100	0,2	0,06	0,04
200	0,1	0,03	0,03
250	0,09	0,02	0,03
300	0,06	0,02	0,01

Através das medidas magnéticas pode-se comprovar que a hipótese de que a temperatura de 600°C não foi suficiente para reverter toda martensita α' proveniente da laminação, este residual de martensita contribui para elevar a dureza do material [43]. Deste modo para a reversão total de martensita neste material, quando laminado em baixas temperaturas, é necessária uma temperatura acima de 600°C.

A figura 3.10 apresenta a micrografia da amostra que sofreu o tratamento térmico a 600°C, após laminação com redução de espessura de 25% a 25°C.

Figura 3.10- Material laminado, com redução de espessura de 25% e com 25°C a temperatura de laminação, após sofrer recozimento em 600 °C durante 2 horas.

Pode-se perceber que o material não está recristalizado. Este comportamento já era esperado, pois esta temperatura em geral não é suficiente para causar a recristalização deste material.

3.5.2 Microdureza do material solubilizado e laminado após recozimento a 600 °C e em seguida a 900 °C

O material nessa etapa assim como na anterior foi tratado termicamente por duas horas a uma temperatura de 600 °C, em seguida foi tratado termicamente do mesmo modo, porém agora na temperatura de 900 °C. A figura 3.11 apresenta o gráfico construído apartir dos resultados presentes na tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Medidas de microdureza e seus respectivos desvios padrões para o tratamento térmico de 600°C até 900°C, ambos por 2 horas.

Temperatura de deformação	15% de redução	25% de redução	34% de redução
-196	179±6	199±3	211±3
25	172±4	195±2	200±2
100	167±2	188±2	191±4
200	166±4	179±2	188±2
250	164±3	176±3	182±3
300	163±3	172±3	178±3

O gráfico da figura 3.11 mostra um decréscimo acentuado do valor de dureza para este tratamento térmico se comparado ao tratamento anterior, quando o material foi recozido em 600°C. A queda de dureza se deve à ocorrência de recristalização do material, e a eliminação total da martensita α' residual que havia no material.

Figura 3.11 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%), após sofrerem dois recozimentos o primeiro a 600 °C e o segundo 900 °C durante 2 horas.

A evidência que este material sofreu recristalização será apresentada mais adiante através de micrografias.

3.5.3 Microdureza do material solubilizado e laminado após sofrer recozimento a 900 °C

O terceiro tratamento térmico, que o material depois de ser laminado sofreu, foi um recozimento a 900 °C, com intenção provocar no material a total recristalização. A tabela 3.6 apresenta os valores de dureza obtidos após o tratamento térmico.

Tabela 3.6 - Medidas de microdureza e seus respectivos desvios padrões para o tratamento térmico de 900°C, por 2 horas.

Temperatura de deformação	15% de redução	25% de redução	34% de redução
-196	181±1	193±2	200±4
25	171±3	187±2	193±5
100	169±5	184±3	187±3
200	169±4	180±4	185±3
250	166±1	177±4	183±3
300	164±2	174±4	181±3

Com base nos valores da tabela 3.6, foi construído o gráfico da figura 3.12. Assim como no tratamento térmico anterior, neste também houve uma redução acentuada nos valores de dureza, pois neste tratamento térmico, também houve a recristalização do material. Os valores de dureza para este tratamento são ligeiramente menores do que para o tratamento em que o material tratado termicamente a 600°C e em seguida a 900°C.

Figura 3.12 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três graus de redução pesquisados (15, 25 e 34%), após recozimento a 900 °C durante 2 horas.

O valor mais baixo de dureza dos gráficos das figuras 3.11 e 3.12 em relação ao gráfico da figura 3.9 sugerem que realmente 600 °C o material não sofreu recristalização.

A seguir são apresentados os gráficos de durezas separados agora por quantidade de deformação, pois assim é mais fácil visualizar a influência do tratamento térmico nas propriedades mecânicas do material.

O gráfico da figura 3.13 é apresentado os três tratamentos térmicos para o material deformado a 15%.

Figura 3.13 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três recozimentos 600, 600+900 e 900 °C, por 2 horas, para uma redução de espessura de 15%.

Na figura 3.14 o gráfico apresenta os três tratamentos térmicos para uma redução de espessura de 25%.

Figura 3.14 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três recozimentos 600, 600+900 e 900 °C, por 2 horas, para uma redução de espessura de 25%.

No gráfico da figura 3.15 são apresentados os valores de microdurezas para o material laminado, com redução de espessura de 34%.

Figura 3.15 - Variação da dureza Vickers em função da temperatura de laminação para os três recozimentos 600, 600+900 e 900 °C, por 2 horas, para uma redução de espessura de 34%.

Nos gráficos das figuras 3.13, 3.14 e 3.15, para as curvas onde o material foi tratado termicamente em temperatura suficiente para que o mesmo recristalizasse (curvas verde e preta), pode-se ver que nas temperaturas mais baixas (-196 e 25 °C), as diferenças nos valores de dureza foram aumentando com o acréscimo da deformação. Isso pode estar ligado ao fato de que, o tratamento de reversão de martensita elimina alguns possíveis núcleos de recristalização, e isto é mais evidente em baixas temperaturas, onde o material encruou mais ou também ao refino de grão causado pelo tratamento prévio de reversão de martensita.

3.6 TAMANHO DE GRÃO APÓS RECRISTALIZAÇÃO

O tamanho de grão recristalizado foi medido com intenção de analisar o efeito do tratamento térmico de reversão da martensita α' . Na tabela 3.7 são apresentados os valores de tamanhos de grãos para amostras que foram laminadas com 25% de redução em espessura nas temperaturas de 25°C e 300°C.

Tabela 3.7 - Tamanho de grão recristalizado (μm) do aço inoxidável AISI 304L com redução de espessura de 25%, para duas temperaturas de deformação (25 e 300°C) e recozimento a 600°C + 900°C e apenas 900°C.

% de Redução e Temperatura de laminação	Tratamentos térmicos	Diâmetro de grão (μm)
25% a 25°C	Tratamento 600°C + 900°C	18,4 $\pm$ 1,7
25% a 25°C	Tratamento 900°C	15,8 $\pm$ 1,8
25% a 300°C	Tratamento 600°C + 900°C	23,2 $\pm$ 2,1
25% a 300°C	Tratamento 900°C	20,3 $\pm$ 2,3

Em comparação com o tamanho de grão medido após o tratamento térmico de solubilização e antes da deformação, cerca de 95 μm de diâmetro médio, observa-se que a recristalização ocorrida a 900 °C causou acentuado refino de grão nas quatro amostras. Além disto, o tamanho de grão recristalizado diminuiu com a diminuição da temperatura de deformação [65], pois a energia armazenada na deformação, que é o potencial termodinâmico para a recristalização, é maior quanto menor for a temperatura de deformação [7,8].

Ainda conforme mostra a tabela 3.7, o tamanho de grão foi maior, mesmo que de forma moderada, para o tratamento em que a martensita α' foi revertida previamente. Possivelmente essa diferença se acentue mais para maiores deformações, pois, quanto maior a deformação maior é a quantidade de martensita induzida por deformação formada no material, sendo assim, o tratamento térmico de reversão de martensita α' terá um efeito mais perceptível com relação ao tamanho de grão final (após os tratamentos citados acima 900°C e 600°C + 900°C). Pode-se concluir com o resultado da tabela 3.7, que quanto maior a quantidade de martensita α' presente na amostra antes da recristalização, menor será o tamanho de grão após recristalização.

Nas figuras 3.16 e 3.17 são apresentadas as micrografias das amostras referentes à tabela 3.7. As micrografias apresentam uma microestrutura totalmente recristalizada, podendo-se notar a presença de numerosas maclas de recozimento; microestrutura típica de metais e soluções sólidas com estrutura cristalina CFC e baixa energia de defeito de empilhamento [9,12,64].

Figura 3.16 - Microestrutura do aço AISI 304L com redução de espessura de 25% a 25°C e recozido a (a) 900°C e (b) 600°C + 900°C por 2 horas.

Figura 3.17 - Microestrutura do aço AISI 304L com redução de espessura de 25% a 300°C e recozido a (a) 900°C e (b) 600°C + 900°C por 2 horas.

4 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitem as seguintes conclusões:

A temperatura mais adequada de solubilização para a corrida de aço AISI 304L utilizada no presente trabalho foi 1100 °C, desde que o material permaneça por 60 minutos nessa temperatura, pois a essa temperatura, toda fase magnética (ferrita δ) é eliminada durante o tratamento térmico. O aumento da temperatura ou do tempo de solubilização leva ao aumento exagerado de tamanho de grão.

A quantidade de martensita formada durante a laminação é fortemente dependente da quantidade e da temperatura de deformação. Aumenta com o aumento do grau de deformação e com a diminuição da temperatura de deformação. A quantidade de martensita formada em temperaturas de deformação acima de 100 °C é muito baixa, mesmo para os graus maiores de deformações.

Os ensaios de dureza mostram que a quantidade de martensita formada durante a deformação tem efeito acentuado no endurecimento do material. Por outro lado, é relativamente pequena a diferença de dureza entre o material apenas deformado e o que foi deformado e pré-tratado a 600 °C, para ocorrência de reversão de martensita, evidenciando que não ocorreu recristalização a 600 °C.

Quanto maior for a quantidade de martensita formada durante a deformação, menor é o tamanho de grão após a recristalização. O tratamento de reversão de martensita α' , mesmo que de forma pouco acentuada, aumenta o tamanho de grão do material recristalizado.

5 RERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] PADILHA, A.F.; GUEDES, L. C. **Aços inoxidáveis austeníticos**, Editora Hemus, São Paulo, p. 107-119, 1994.
- [2] PADILHA, A.F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P.R. Stainless steels heat treatment. In: TOTTEN, G.E. (Ed.). **Steel heat treatment: metallurgy and technologies**. 2nd ed. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, v. 2, p. 695-739, 2007.
- [3] ANGEL, T. Formation of martensite in austenitic stainless steels - effects of deformation, temperature, and composition. **Journal of the Iron and Steel Institute**, vol. 177, p.165-174, 1954.
- [4] MANGONON Jr., P. L.; GARETH, T. The martensite phases in 304 stainless steel. **Metallurgical Transactions** , vol. 1, p.1577-1586, 1970.
- [5] LECROISEY, F.; PINEAU, A. Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system. **Metallurgical Transactions**, vol. 3, p. 387-396, 1972.
- [6] REED, R.P. **Austenitic steels at low temperatures**, ed. By Reed, R.P. and HORIUCHI, T. Plenum Press, New York, 1983.
- [7] 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**, vol. 38, p. 572-579, 1998.
- [8] PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. **ISIJ International**, vol. 43, p. 135-143, 2003.

- [9] SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. **Metallurgical Transactions A**, vol. 6A, p.1345-1351, 1975.
- [10] EL DANAF, E.; KALIDINDI, S.R.; DOHERTY, R.D. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in FCC metals. **Metallurgical Transactions A**, vol. 30, p.1223-1233, 1999.
- [11] BYUN, T.S.; HASHIMOTO, N.; FARRELL, K. Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviors in austenitic stainless steel. **Acta Materialia**, vol. 52, p. 3889-3899, 2004.
- [12] PADILHA, A.F.; GUEDES, L. C. **Aços inoxidáveis austeníticos**, Editora Hemus, São Paulo, p. 11-16, 1994.
- [13] WWW.scientistsbiography.info/harrybrearley. Acessado em novembro de 2010
- [14] SAKAI, T. and JONAS, J.J. Dynamic recrystallization mechanical and microestrutural considerations. **Acta Metal**, vol. 32, p. 189-209, 1984.
- [15] 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.
- [16] SOUZA, S.A., Ensaio Mecânicos de materiais metálicos – **Fundamentos Teóricos e Práticos** – 5ª edição – Ed. Edgard Blucher Ltda, São Paulo, 1982.
- [17] ASM Speciality Handbook: Stainless Steels. Ed. by DAVIS, J.R. Metals Park, Ohio: **ASM International**, 1994. vol. 1, 577P.
- [18] 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.

- [19] 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.
- [20] ALLAN, G.K. Solidification of austenitic stainless steels. **Ironmaking and Steelmaking**, vol. 22, p.465-477, 1995.
- [21] CLARET, R., Aços Inoxidáveis Ferríticos e Martensíticos. **Seminário Inox 2000, ACESITA**, 2000.
- [22] 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.
- [23] ARMAS, I. A. Duplex stainless steels: brief history and some recent alloys. **Recent Patents on Mechanical Engineering**, vol.1, p. 51 – 57, 2008.
- [24] HONECOMBE, R. W. K., BHADESHIA, H. K. D. H. Steels. **Microstructure and properties**. Londres: Edward Arnold, 1981.
- [25] MORAES, J.M. Aços Inoxidáveis Austeníticos. **Seminário Inox 2000**, ACESITA, 2000.
- [26] CALLISTER, W.D.Jr. Propriedades Mecânicas dos Metais. In: **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução**. LTC, 5ª EDIÇÃO, p. 79-100, 2000.
- [27] EURO INOX – THE EUROPEAN STAINLESS STEEL DEVELOPMENT ASSOCIATION. **Stainless Steel Properties for Structural Automotive Applications**. 2000.
- [28] – International Stainless Steel Forum, The Ferritic Solution, 2007.

- [29] CHIAVERINI, V. Aços e ferros fundidos. São Paulo, **Associação Brasileira de Metais**, São Paulo, 1982.
- [30] Martins, L.F. M.; **Efeito do carbono na recristalização dos aços inoxidáveis austeníticos do tipo 18%Cr-9%Ni**. 1996. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996.
- [31] DOHERTY, R.D. Nucleation. In: HAESSNER, F. (ed) **Recrystallization of metallic materials**. Stuttgart, Dr. Riederer-Verlag, chapter 3, 1978.
- [32] HULL, D.; BACON, D.J. **Introduction to Dislocations**, 3rd Edition, Oxford, Pergamon Press, 1984.
- [33] KESTENBACH, H.J. Efeito da energia de falhas de empilhamento sobre a deformação plástica em aços inoxidáveis austeníticos. **Metalurgia**, vol. 32, p. 181-186, 1976.
- [34] SINGH, J. Influence of deformation on the transformation of austenitic stainless steel. **Journal of Materials Science**, vol. 20, p. 3157-3166, 1985.
- [35] RÉMY, L.; PINEAU, A.; THOMAS, B. Temperature dependence of stacking fault energy in closed packed metals and alloys. **Materials Science and Engineering**, vol. 36, p.47-63, 1978.
- [36] H. CONRAD & B. CHRIST, Changes in internal energy associated with recovery and recrystallization (Discussion). In: L. HIMMEL (ed.) recovery and recrystallization in metals. **Interscience**, p 30-134, New York, 1963.
- [37] PADILHA, A.F.; SICILIANO JR, F., Introdução histórica. In: Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3^a edição revisada e ampliada, **Associação brasileira de metalurgia e materiais – ABM**, São Paulo, p. 12-28. 2005.

- [38] TENG, F.; YANG, B.; WANG, Y. A study of stacking faults in deformed austenitic stainless steel by X-ray diffraction. **Metallurgical Transactions A**, vol. 23A, p. 2859-2861, 1992.
- [39] 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.
- [40] 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.
- [41] RIOS, P.R.; PADILHA, A.F.. Capítulo 7: Transformação martensítica. In: **Transformações de fase**. São Paulo, SP: Artliber Editora, p. 189 – 204, 2007.
- [42] ROSEN, G.I.; JENSEN, D.J. e HANSEN, N. Recovery of deformation microstructures in pure aluminium. **Materials Science Forum**, p.113-115, 1993.
- [43] MUMTAZ, K.; TAKAHASHI, S.; ECHIGOYA, J.; KAMADA, Y.; ZHANG, L.F.; KIKUCHI, H.; ARA, K.; SATO, M. Magnetic measurements of martensitic transformation in austenitic stainless steel after room temperature rolling. **Journal of Materials Science**, vol. 39, p. 85-97, 2004.
- [44] HONECOMBE, R. W. K., BHADESHIA, H. K. D. H. Steels. **Microstructure and properties**, Edward Arnold, Londres, 1981.
- [45] GUY, K.B.; BUTLER, E.P.; WEST, D.R.F. Reversion of bcc α' martensite in Fe-Cr-Ni austenitic stainless-steels. **Metal Science**, vol. 17, p.167-176, 1983.

- [46] ESPÓSITO, I. M.; **Caracterização e cinética de recristalização da liga de Alumínio 6063 após tratamento térmico**. Dissertação de Mestrado, São Paulo USP, 2006.
- [47] PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F., Introdução histórica. In: Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3ª edição revisada e ampliada, **Associação brasileira de metalurgia e materiais – ABM**, São Paulo, p. 29-47. 2005.
- [48] W. BOLLMANN electron-microscopy observations on the recrystallization of nickel. **Journal of the Institute of Metals**, vol. 87, p. 439-443, 1959.
- [49] CAHN R. W. A new theory of recrystallization nuclei. **Proceedings of the Physical Society of London**, vol. 63, p. 323-336, 1950.
- [50] BECK P.A. The formation of recrystallization nuclei. **Journal of Applied Physics**, vol. 20, p. 663-634, 1949.
- [51] CHO, S-H.; YOO, Y-C.; JONAS, J. J. Static and dynamic strain aging in 304 austenitic stainless steel at elevated temperatures. **Journal of Materials Science Letters**, vol.19, p.2019-2022, 2000.
- [52] PADILHA, A.F.; SICILIANO JR, F., Introdução histórica. In: Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3ª edição revisada e ampliada, **Associação brasileira de metalurgia e materiais – ABM**, São Paulo, p. 132-167. 2005.
- [53] PADILHA, A. F; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de análise microestrutural**. Hemus, 1ª edição, 1985.

- [54] Rudolf Kingslake (ed.), "Applied Optics and Optical Engineering", vol. 4, p. 31-93, 1967.
- [55] HADDAD, P. T. R.; PADILHA, A. F. Efeito do nióbio na recristalização de aços inoxidáveis completamente austeníticos do tipo 15%Cr - 15%Ni. In: 50 Congresso Anual da ABM, 1996, São Pedro, SP. Anais do. São Paulo : ABM,. vol. 1. p. 39-54, 1995.
- [56] JOHNSON, C. A., **Metallography: Principles and procedures**, New York, Leco Corporation, 1984.
- [57] RIOS, P.R.; PADILHA, A. F. Capítulo 2: Principais técnicas de caracterização microestrutural. In: **Transformações de fase**. São Paulo, SP: Artliber Editora, p. 35 – 88, 2007.
- [58] PADILHA, A. F; ZIMMERMANN, A. J. O. Principais técnicas de caracterização microestrutural, apostila da disciplina PMT 2301, 2011.
- [59] CULLITY, B. D. and STOCK, S. R.: **Elements of X-ray diffraction**. 3rd Edition, Prentice Hall, New Jersey, chap. 1, p. 1-25, 2001.
- [60] <http://www.google.com.br>. Acessado em 18/05/2011.
- [61] ASTM E384-09- **Standart test method for microindentation hardness of materials**. American Society for Testing and Materials. Philadelphia, 2009.
- [62] HECKER, S.S.; STOUT, M.G.; STAUDHAMMER, K.P.; SMITH, J.L. 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**, vol. 13A, p. 619-626, 1982.
- [63] ASTM E112-95. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. American Society for Testing and Materials. Philadelphia, 2009.

[64] CAMPOS, M. F.; FARIAS, M.C.M.; PADILHA, A.F. **Uma compilação crítica de valores de energia de defeito de empilhamento para diversos metais**. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP. BT/PMT, São Paulo, BT/PMT 9901, p. 1-20, 1999.

[65] PULGARIN, C. H., **Estudos dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento dos aços inoxidáveis 304L e 316L deformados em várias temperaturas**. Tese (Doutorado), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. 2006.