

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

LETICIA FALCÃO STARCK

ESTUDO *IN SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON DO AÇO INOXIDÁVEL  
316L PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA

PONTA GROSSA  
2021

LETICIA FALCÃO STARCK

ESTUDO *IN SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON DO AÇO INOXIDÁVEL  
316L PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Orientador:

Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

PONTA GROSSA  
2021

S795 Starck, Leticia Falcão  
Estudo *in situ* utilizando radiação síncrotron do aço inoxidável 316L  
produzido por manufatura aditiva. / Leticia Falcão Starck. Ponta Grossa, 2021.  
145 f.

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

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho.

1. Manufatura aditiva. 2. Fragilização por hidrogênio. 3. Deformação  
criogênica. 4. Transformação de fase. 5. Radiação síncrotron. I. Cintho, Osvaldo  
Mitsuyuki. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e  
Caracterização de Materiais. III.T.

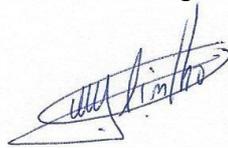
CDD: 620.11

LETICIA FALCÃO STARCK

ESTUDO *IN SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON DO AÇO INOXIDÁVEL  
316L PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA

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

Ponta Grossa, 26 de agosto de 2021.



---

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



---

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

---

Pedro da Silva Craidy  
Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais  
Centro de Pesquisa e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguêz de Mello

Dedico este trabalho aos meus pais, Maria Cleiri Falcão Starck e Luiz Artur Vieira Starck, meu irmão, Bruno Falcão Starck e minha avó, Genovilda Vieira.

## **AGRADECIMENTOS**

À Deus.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho, por todo o conhecimento passado, pela oportunidade de realização deste projeto, pela paciência durante o período do mestrado e por todo o incentivo.

À minha família por todo o suporte e ensinamentos dados ao longo de minha vida.

A todos os professores que ajudaram na realização deste trabalho, em especial os professores Dr. Kahl Zilnyk, Dr. Márcio Ferreira Hupalo e Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar.

Ao professor Me. Selauco Vurobi Júnior pelo incentivo à pesquisa ainda em minha graduação.

Ao CNPEM pela infraestrutura disponibilizada para a realização do projeto (propostas nº 20180252 e 20190101), em especial ao Eng. Leonardo Wu pelo apoio durante os experimentos.

Ao professor Dr. Antonio Ramirez pela infraestrutura disponibilizada para a produção das amostras deste trabalho.

Ao Dr. Ricardo Namur pela fabricação das amostras e todo o conhecimento compartilhado.

Aos colaboradores da UEPG, em especial ao Dr. Milton Michel, e às secretárias Selma e Josely, pela paciência e apoio técnico.

À Petrobras e à CAPES pelo auxílio financeiro.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa e ao Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-LabMu) pela infraestrutura fornecida.

Ao Dr. Edson Cesar Grzebielucka e Fabricio Leandro Grzebielucka pelo desenvolvimento do software que possibilitou o fracionamento dos dados de difração de raios X.

Ao meu grupo de pesquisa, em especial Ana Luisa Terasawa Senra, Maurício de Castro, Marcel Tadashi Izumi e Milene Yumi Maeda que, além de toda a ajuda técnica fornecida durante a realização deste trabalho, também se tornaram amigos que fizeram com que o período de meu mestrado fosse um dos melhores de minha vida.

## RESUMO

Corpos de prova do aço inoxidável austenítico AISI 316L foram fabricados pela técnica de manufatura aditiva (MA). O comportamento mecânico e microestrutural foi investigado por meio de ensaios de tração com difração de raios X *in situ* utilizando-se um simulador termomecânico situado na estação XTMS do LNLS, localizado no CNPEM. Foram estudadas três condições: 316L MA como fabricado, 316L MA após tratamento térmico de recozimento e 316L laminado (para comparação). Estudou-se o efeito do hidrogênio e de temperaturas negativas durante ensaio de tração uniaxial. Estas são condições as quais esse material é submetido em diversos setores da indústria. Destaca-se o uso desse aço na indústria de petróleo e gás natural. Uma vez que a microestrutura obtida em peças produzidas por MA é mais refinada e com diferentes morfologias em relação aos processamentos convencionais, o estudo do desempenho de peças produzidas por MA é de grande importância para sua correta implementação na indústria e substituição da manufatura subtrativa. O hidrogênio gera fragilização em componentes fabricados por processos convencionais. Para peças produzidas por MA, pode não haver a fragilização, dependendo dos parâmetros utilizados, devido ao refino microestrutural e transformações de fase. Neste trabalho, foram encontrados resultados em que não houve fragilização nas amostras fabricadas por MA. Observou-se mesmo nível de LRT para a amostra MA como fabricada e aumento de 17,9% no LRT para a condição tratada termicamente. Houve aumento de 40,7% e 55,1% na deformação para as condições MA como fabricada e tratada termicamente, respectivamente. Para as amostras de aço laminado, observou-se pouco efeito da hidrogenação. Em temperaturas criogênicas, ocorre aumento da tenacidade do material devido à ativação de outros mecanismos de deformação, supressão parcial de recuperação dinâmica (devido à baixa temperatura) e a transformações de fase, o que pode ser observado tanto em peças laminadas como fabricadas por MA.

**Palavras-chave:** Manufatura aditiva, fragilização por hidrogênio, deformação criogênica, transformação de fase, radiação síncrotron.

## ABSTRACT

Test specimens of AISI 316L austenitic stainless steel were fabricated by Additive Manufacturing (AM). Mechanical and microstructural behavior were investigated by tensile tests with *in situ* X-ray diffraction accomplished in a thermomechanical simulator situated in the XTMS station of LNLS, located in CNPEM. Three conditions were studied: 316L AM as-built, 316L AM after annealing heat treatment, and 316L as-rolled (for comparison). The effect of hydrogen and negative temperatures were studied during uniaxial tensile tests. These conditions are applied to this type of material in several industry sectors. The use of this steel in the oil and natural gas industry stands out. Once the microstructure obtained by AM is more refined and has different morphologies when compared to conventional processes, the study of the performance presented by parts made by AM is very important for its correct implementation and substitution of the subtractive manufacturing. Hydrogen leads to the embrittlement of components produced by the conventional process. For parts built by AM, it may not occur, depending on the parameters used, due to the microstructural refinement and phase transformation. In this work, the results showed that there was no hydrogen embrittlement in the AM samples. It was observed similar levels of UTS for the AM as-built condition and an increase of 17.9% of UTS for the heat-treated condition. There was an increase of 40.7% and 55.1% in strain for the AM as-built and AM heat-treated conditions, respectively. For the as-rolled condition, it was observed a low influence of hydrogen in the mechanical behavior. In cryogenic temperatures, an increase of toughness occurs owing to activation of other deformation mechanisms, partial suppression of dynamic recovery (due to low temperature), and phase transformations, which can be observed in rolled specimens as well as in AM parts.

**Keywords:** Additive manufacturing, hydrogen embrittlement, cryogenic deformation, phase transformation, synchrotron radiation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Classes de aços inoxidáveis obtidas a partir de modificações do tipo AISI 304. ....	28
Figura 2 - Esquema de desenho e impressão de um componente feito por MA. ....	30
Figura 3 - Diagrama esquemático de alguns processos DED e FLP. ....	31
Figura 4 - Desenho esquemático do processo de L-FLP. ....	32
Figura 5 - Influência da morfologia da poça de fusão no crescimento de grãos em processos de MA. ....	33
Figura 6 - Morfologia de grão e poça de fusão do aço AISI 316L fabricado por L-FLP com diferentes potências de laser. a) 380 W, b) 320 W, c) 260 W, d) 200 W. ....	34
Figura 7 - Microscopia eletrônica de transmissão do aço AISI 316L forjado (a, b) e produzido por FLP como fabricado (c, d), após alívio de tensão (e, f) e recozido a 1050 °C/30 min (g, h). ....	37
Figura 8 - Figuras de Polo do aço AISI 316L fabricado por L-FLP com diferentes potências de laser. a) 380 W, b) 320 W, c) 260 W e d) 200 W. ....	41
Figura 9 - Efeito de tensões no pico de difração. ....	45
Figura 10 - Exemplo de um gráfico $2\text{sen}\theta \times b\text{cos}\theta$ para cálculo dos valores de D e $\varepsilon$ pelo método de Williamson–Hall. ....	46
Figura 11 - Estrutura do Anel Síncrotron e linhas de luz do LNLS. ....	47
Figura 12 - Exemplo gráfico de variação de taxa de desorção de H com a temperatura – ensaio TDA. ....	51
Figura 13 - Relação entre as redes CFC (austenita), HC (martensita $\varepsilon$ ) e CCC (martensita $\alpha'$ ). ....	52
Figura 14 - Morfologia das fases martensíticas $\alpha'$ e $\varepsilon$ . ....	53
Figura 15 - Ilustração esquemática do efeito TRIP durante a deformação. ....	54
Figura 16 - Variação da fração volumétrica de martensita $\alpha'$ com a temperatura e deformação. ....	57

Figura 17 - Variação da quantidade de martensita $\alpha'$ formada com a deformação plástica para ensaios em temperatura ambiente (a) e a 77 K (b).....	58
Figura 18 - Curvas tensão x deformação para o aço 316L deformado à uma taxa de $1,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em diferentes temperaturas.....	59
Figura 19 - Mlab cusing R Concept Laser para FLP, marca GE. ....	61
Figura 20 - Modelo dos corpos de prova utilizados para os ensaios de tração – dimensões em mm. ....	61
Figura 21 - Desenho esquemático da estratégia de varredura do laser.....	63
Figura 22 - Corpos de prova do aço 316L MA após confecção.....	64
Figura 23 - Desenho esquemático do sistema de hidrogenação.....	66
Figura 24 - Sistema utilizado para hidrogenação catódica.....	67
Figura 25 - Fluxograma de condições experimentais para ensaios mecânicos – estudo do efeito do hidrogênio.....	67
Figura 26 - Fluxograma de condições experimentais para ensaios mecânicos – estudo da deformação criogênica. ....	68
Figura 27 - Suporte desenvolvido para ensaio de tração em temperatura criogênica no simulador termomecânico Gleeble 3S50®.....	69
Figura 28 - Demonstração dos movimentos possíveis no sistema composto por goniômetro, mesa e detectores.....	71
Figura 29 - Estágios obtidos pela análise de Crussard-Jaoul modificada para um aço AISI 316L com 10% de pré-deformação, hidrogenado (quadrados vazios) e não hidrogenado (quadrados cheios).....	77
Figura 30 - Análise metalográfica da seção longitudinal (a, b), transversal (c, d) e superior (e, f) dos corpos de prova do aço inoxidável AISI 316L MA na condição como fabricado.....	80
Figura 31 - Análise metalográfica das três seções dos corpos de prova do aço inoxidável austenítico 316L MA, na condição como fabricado. ....	81
Figura 32 - Análise microestrutural da seção longitudinal (a), superior (b) e transversal (c) do corpo de prova do aço inoxidável AISI 316L MA na condição tratado termicamente.....	82
Figura 33 - Análise microestrutural das três seções dos corpos de prova do aço inoxidável austenítico 316L MA, na condição tratado termicamente.....	82

Figura 34 - Análise metalográfica da seção longitudinal (a, b), transversal (c, d) e superior (e, f) dos corpos de prova do aço inoxidável AISI 316L laminado.....	83
Figura 35 - Análise metalográfica das três seções da chapa do aço inoxidável austenítico 316L.....	84
Figura 36 - Porosidade observada em amostra produzida por MA. ....	85
Figura 37 - IPF para as amostras de AISI 316L MA como fabricado e após tratamento térmico. ....	86
Figura 38 - FP para as amostras produzidas por MA nas condições como fabricado e tratado termicamente. ....	87
Figura 39 - Curvas tensão-deformação de amostras do aço inoxidável 316L MA como fabricado (a), MA tratado termicamente (b) e laminado (c) nas condições ambiente (vermelho) e hidrogenada (azul). ....	90
Figura 40 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado, nas condições ambiente e hidrogenada. ....	92
Figura 41 - Regiões de fratura do AISI 316L MA como fabricado nas condições não hidrogenado (a, b) e hidrogenado (c, d).....	93
Figura 42 - Regiões de fratura do AISI 316L MA tratado termicamente nas condições não hidrogenado (a, b) e hidrogenado (c, d).....	94
Figura 43 - Regiões de fratura do AISI 316L laminado nas condições não hidrogenado (a, b) e hidrogenado (c, d).....	94
Figura 44 - Regiões de fratura da amostra 316LMAH, (a) vista de toda a extensão de fratura, (b) vista da região superior, (c) vista da região central e (d) vista da lateral de fratura.....	96
Figura 45 - Regiões de fratura da amostra 316LMATH, (a) vista de toda a extensão de fratura, (b) vista da região superior, (c) vista da região central de fratura. ....	97
Figura 46 - Regiões de fratura da amostra 316LH, (a) vista de toda a extensão de fratura, (b) vista da região superior, (c) vista da região central e (d) vista da lateral de fratura.....	97
Figura 47 - Taxa de encruamento e Análise de Crussard-Jaoul modificada. a) Taxa de encruamento para 316LMATA e 316LMAH, b) Taxa de encruamento para 316LMATTA e 316MATH, c) Taxa de encruamento para 316LTA e 316LH, d) Crussard-Jaoul modificada para 316LMATA e 316LMAH, e) Crussard-Jaoul	

modificada para 316LMATTA e 316LMATH, f) Crussard-Jaoul modificada para 316LTA e 316LH. ....	100
Figura 48 - Difratogramas iniciais das amostras 316L MATA, 316LMAH, 316LMATTA, 316LMATH, 316LTA e 316LH. ....	103
Figura 49 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L nas condições hidrogenada e não hidrogenada, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo.....	103
Figura 50 - Dados obtidos por meio do ensaio de tração com difração in situ. Tamanho de cristalito para a)316LMATA e 316LMAH, b) 316LMATTA e 316LMATH, c) 316LTA e 316LH. Densidade de discordâncias para d)316LMATA e 316LMAH, e) 316LMATTA e 316LMATH, f) 316LTA e 316LH. Fração volumétrica de fases para g) 316LMATA e 316LMAH, h) 316LMATTA e 316LMATH, i) 316LTA e 316LH. ....	105
Figura 51 - FPI, MF e identificação de maclas após tração. FPI para (a) 316LMATA, (d) 316LMAH, (g) 316LMATTA, (j) 316LMATH, (m) 316LTA e (p) 316LH. MF para (b) 316LMATA, (e) 316LMAH, (h) 316LMATTA, (k) 316LMATH, (n) 316LTA e (q) 316LH. Maclas para (c) 316LMATA, (f) 316LMAH, (i) 316LMATTA, (l) 316LMATH, (o) 316LTA e (r) 316LH. ....	107
Figura 52 - Curvas tensão-deformação de amostras do aço inoxidável 316L MA como fabricado (a), MA tratado termicamente (b) e laminado (c), ensaiadas em temperatura ambiente, a -50 °C (TC 50), -100 °C (TC 100) e em temperatura criogênica (TC)..	110
Figura 53 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L MA como fabricado ensaiados em temperatura ambiente (316LMATA), -50 °C (316LMATC50), -100 °C (316LMATC100) e criogênica (316LMATC). ....	114
Figura 54 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L MA tratado termicamente ensaiados em temperatura ambiente (316LMATTA), -50 °C (316LMATTTC50), -100 °C (316LMATTTC100) e criogênica (316LMATTTC). ....	114
Figura 55 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L laminado ensaiados em temperatura ambiente (316LTA), -50 °C (316LTC50), -100 °C (316LTC100) e criogênica (316LTC).....	115
Figura 56 - Regiões de fratura do AISI 316L MA como fabricado ensaiado em temperatura ambiente (a, b), a -50 °C (c, d), a -100 °C (e, f) e em temperatura criogênica (g, h).....	117
Figura 57 - Regiões de fratura do AISI 316L MA tratado termicamente ensaiado em temperatura ambiente (a, b), a -50 °C (c, d), a -100 °C (e, f) e em temperatura criogênica (g, h).....	118

Figura 58 - Regiões de fratura do AISI 316L laminado ensaiado em temperatura ambiente (a, b), a -50 °C (c, d), a -100 °C (e, f) e em temperatura criogênica (g, h).....	119
Figura 59 - Taxa de encruamento para a) 316LMATA, 316LMATC50, 316LMATC100 e 316LMATC, b) 316LMATTA, 316MATTC50, 316LMATTC100 e 316LMATTC, c) 316LTA, 316LH. Análise de C-J para d) 316LMATA, 316LMATC50, 316LMATC100 e 316LMATC, e) 316LMATTA, 316LMATTC50, 316LMATTC100 e 316LMATTC, f) 316LTA, 316LTC50, 316LTC100 e 316LTC.....	121
Figura 60 - Difractogramas iniciais das amostras do aço 316L MA (como fabricado e tratado termicamente) e laminado para as diferentes temperaturas de ensaio.....	123
Figura 61 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L MA como fabricado para diferentes temperaturas de ensaio, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo. a) 316LMATA, b)316LMATC50, c)316LMATC100 e d)316LMATC.....	124
Figura 62 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L MA tratado termicamente para diferentes temperaturas de ensaio, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo. a)316LMATTA, b) 316LMATTC50, c)316LMATTC100 e d)316LMATTC.....	125
Figura 63 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L laminado para diferentes temperaturas de ensaio, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo. a)316LTA, b)316LTC50, c)316LTC100 e d)316LTC.....	126
Figura 64 - Tamanho de cristalito para as fases apresentadas pelas amostras a) 316LMATA, 316LMATC50, 316LMATC100 e 316LMATC, b) 316LMATTA, 316LMATTC50, 316LMATTC100 e 316LMATTC. c) austenita, d) martensita $\alpha'$ e e) martensita $\epsilon$ para 316LTA, 316LTC50, 316LTC100 e 316LTC.....	126
Figura 65 - Densidade de discordâncias. a) amostras de MA como fabricado, b) amostras de MA tratado termicamente, c) austenita e d) martensita $\alpha'$ para as amostras de aço laminado.....	129
Figura 66 - Fração volumétrica de fases para a) amostras de MA como fabricado b) amostras de MA tratado termicamente, c) austenita d) martensita $\alpha'$ e e) martensita $\epsilon$ para amostras de aço laminado.....	130
Figura 67 - FPI, MF e identificação de maclas após a tração. FPI para a) 316LMATC, d) 316LMATTC e g) 316LTC. MF para b) 316LMATC, e) 316LMATTC e h) 316LTC. Maclas para c) 316LMATC, f) 316LMATTC e i) 316LTC.....	132

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Identificação do conjunto de amostras referentes ao estudo do efeito do hidrogênio.....88

Quadro 2 - Identificação do conjunto de amostras referentes ao estudo da deformação criogênica..... 108

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição de aços inoxidáveis austeníticos segundo a AISI (% em peso). .....	27
Tabela 2 - Propriedades mecânicas e respectivos parâmetros de processo para o aço 316L processado por FLP. ....	35
Tabela 3 - Substâncias utilizadas para ensaios mecânicos em temperaturas negativas. .....	56
Tabela 4 - Composição química do pó utilizado no processo de FLP (% em peso)..	62
Tabela 5 - Parâmetros utilizados no processo de fabricação das amostras de aço 316L por FLP. ....	62
Tabela 6 - Faixa de composição química obtida por espectrometria de emissão ótica para o aço 316L MA e laminado (% em peso). ....	79
Tabela 7 - Propriedades mecânicas das amostras 316L MA, MA tratado termicamente e laminado para as condições não hidrogenado e hidrogenado. ....	91
Tabela 8 - RA (%) das amostras 316L MA, MA tratado termicamente e laminado nas condições não hidrogenado e hidrogenado. ....	92
Tabela 9 - Propriedades mecânicas das amostras 316L MA, MA tratado termicamente e laminado ensaiadas a -50 °C, -100°C e em temperatura criogênica.....	112
Tabela 10 - Variação em porcentagem das propriedades mecânicas apresentadas pelas amostras ensaiadas em temperaturas negativas em relação às amostras ensaiadas em temperatura ambiente. ....	112
Tabela 11 - RA (%) das amostras 316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado ensaiadas em temperatura ambiente, -50 °C, -100 °C e temperatura criogênica.....	115

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Cromo equivalente. ....	26
Equação 2 – Níquel equivalente. ....	27
Equação 3 – Densidade de calor linear. ....	35
Equação 4 – Densidade de calor volumétrica. ....	35
Equação 5 – Lei de Bragg. ....	42
Equação 6 – Fator Lorentz-Polarização. ....	43
Equação 7 – Fator de Lorentz. ....	43
Equação 8 – Fator de Polarização. ....	43
Equação 9 – Tensão de Engenharia. ....	69
Equação 10 – Deformação de Engenharia. ....	69
Equação 11 – Coeficientes de Caglioti. ....	72
Equação 12 – Correção da posição do ângulo de difração. ....	72
Equação 13 – Correção da intensidade. ....	72
Equação 14 – Densidade de discordâncias. ....	73
Equação 15 – Vetor de Burgers para estrutura CFC. ....	73
Equação 16 – Vetor de Burgers para estrutura CCC. ....	73
Equação 17 – Intensidade integrada. ....	74
Equação 18 – Fator Instrumental.....	74
Equação 19 – Fator de espalhamento. ....	74
Equação 20 – Fração volumétrica de fases. ....	75
Equação 21 – Equação de Ludwik. ....	75
Equação 22 – Equação de Ludwik-Hollomon. ....	75
Equação 23 – Crussard-Jaoul. ....	75
Equação 24 – Tensão verdadeira. ....	75

Equação 25 – Deformação verdadeira. ....	75
Equação 26 – Equação de Swift. ....	76
Equação 27 – Crussard-Jaoul Modificada. ....	76
Equação 28 – Redução de área. ....	78
Equação 29 – Camada de hidrogênio. ....	98
Equação 30 – Coeficiente de difusão do hidrogênio no aço AISI 316L laminado. ...	99
Equação 31 – Coeficiente de difusão do hidrogênio no aço AISI 316L laminado. ...	99
Equação 32 – Coeficiente de difusão do hidrogênio no aço AISI 316L fabricado por MA. ....	99

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI	“American Iron and Steel Institute”;
ASTM	“American Society for Testing and Materials”;
BD	“Building Direction” – Direção de crescimento de camadas de material no processo de manufatura aditiva;
CAD	“Computer Aided-Design”;
CCC	Cúbica de corpo centrado (estrutura);
CFC	Cúbica de face centrada (estrutura);
CNPEM	Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais;
DED	“Directed Energy Deposition” - Deposição Direta de Energia;
EBSD	“Electron backscatter diffraction” – Difração de elétrons retroespalhados;
FDO	Figura de Distribuição de Orientação;
FEG	“Field Emission Gun”;
FP	Figura de Polo;
FPI	Figura de Polo Inversa;
FWHM	“Full Width at Half Maximum” - largura à meia altura do pico de difração;
HC	Hexagonal Compacta (estrutura);
HEDE	“Hydrogen-Enhanced Decohesion” – Decoesão Induzida por Hidrogênio;
HELP	“Hydrogen Enhanced Localized Plasticity” – Teoria a Plasticidade Localizada;
HESIV	“Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancy” - Lacunas induzidas por deformação pelo hidrogênio;
HID	“Hydrogen-Induced Decohesion” – Decoesão Induzida por Hidrogênio;
HIP	“Hot isostatic pressing” - Prensagem isostática a quente;
HIPT	“Hydrogen-Induced Phase Transformation” – Transformação de Fase Induzida por Hidrogênio;
ISO	“International Organization for Standardization”;
JCPDS	“Joint Committee on Powder Diffraction Standards”;
LNLS	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron;
LNNano	Laboratório Nacional de Nanotecnologia;
LRT	Limite de Resistência à Tração;
MA	Manufatura Aditiva;
MEV	Microscopia eletrônica de varredura;

MRD "Multiples of random distribution";

ND "Normal direction" – Direção normal (material laminado);

FLP "Powder Bed Fusion" - Fusão de Leito em Pó;

RD "Rolling direction" – Direção de laminação (material laminado);

SD "Scanning direction" – Direção de varredura do laser no processo de manufatura aditiva;

FLP "Selective Laser Melting" – Fusão Seletiva a Laser;

SPD "Severe Plastic Deformation" – Deformação Plástica Severa;

TDA "Thermal Desorption Analysis" – Análise de Dessorção Térmica;

TRIP "Transformation-Induced-Plasticity" - Plasticidade Induzida por Deformação;

XTMS "X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation Station" – estação da linha XRD1 do LNLS.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	21
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	23
2.1	OBJETIVO GERAL.....	23
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	23
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	24
3.1	OS AÇOS INOXIDÁVEIS. ....	24
3.1.1	Aços Inoxidáveis Austeníticos. ....	26
3.2	MANUFATURA ADITIVA.....	29
3.3	MÉTODOS DE OBSERVAÇÃO DE TEXTURA.....	38
3.4	TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	41
3.5	ESTUDO <i>IN SITU</i> UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON .....	46
3.6	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO HIDROGÊNIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS... 48	
3.7	MARTENSITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO .....	51
3.8	ESTUDO DE DEFORMAÇÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS EM BAIXAS TEMPERATURAS.....	55
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	60
4.1	FABRICAÇÃO DAS AMOSTRAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L POR FLP E CORTE DE AMOSTRAS DE AISI 316L LAMINADO.....	60
4.2	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURAL .....	64
4.3	TRATAMENTO TÉRMICO .....	65
4.4	PROCEDIMENTO PARA HIDROGENAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	65
4.5	TESTES MECÂNICOS COM DIFRAÇÃO DE RAIOS X <i>IN SITU</i> .....	67
4.6	METODOLOGIA APLICADA PARA OBTENÇÃO DOS VALORES DE MICRODEFORMAÇÃO, TAMANHO DE CRISTALITO E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FASES.....	71
4.7	ANÁLISE DE CRUSSARD-JAOUL MODIFICADA .....	75
4.8	ANÁLISE FRACTOGRÁFICA.....	77
4.9	ANÁLISE DE EBSD.....	78
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	79
5.1	CARACTERIZAÇÃO INICIAL .....	79
5.1.1	Análise Química.....	79
5.1.2	Análises Metalográficas.....	80

5.1.2.1	316L MA como fabricado.....	80
5.1.2.2	316L MA tratado termicamente .....	81
5.1.2.3	316L laminado comercial.....	82
5.1.3	Análise da Porosidade nas Amostras de MA.....	84
5.1.3	Análise por EBSD das Amostras do Aço AISI 316L MA Como Fabricado, Após Tratamento Térmico e Laminado nas Condições Iniciais.....	85
5.2	ESTUDO DO EFEITO DO HIDROGÊNIO NAS AMOSTRAS DE 316L MA E LAMINADO.....	88
5.2.1	Curvas TensãoxDeformação .....	88
5.2.2	Fractografia e Redução de Área.....	91
5.2.3	Cálculo da Camada Fragilizada pelo Hidrogênio Utilizando o Coeficiente de Difusão 98	
5.2.4	Análise de Crussard-Jaoul Modificada .....	100
5.2.5	Difração de Raios X <i>In situ</i> .....	101
5.2.6	Análise por EBSD das amostras após a fratura .....	107
5.3	ESTUDO DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA NAS AMOSTRAS DE 316L MA E LAMINADO .....	108
5.3.1	Curvas TensãoxDeformação .....	108
5.3.2	Fractografia e Redução de Área.....	113
5.3.3	Análise de Crussard-Jaoul Modificada .....	120
5.3.4	Difração de Raios X <i>In situ</i> .....	121
5.3.5	Análise por EBSD das amostras após a fratura .....	132
5.4	Análise Comparativa Entre os Estudos do Efeito do Hidrogênio e da Deformação Criogênica Para as Amostras de MA e Aço Laminado .....	133
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>135</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>136</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A manufatura aditiva (MA) de metais apresenta vantagens em relação ao processo convencional de obtenção de peças como a economia de material precursor e obtenção de geometrias complexas. A MA consiste na construção do componente camada a camada, por meio de pós metálicos ou arames (dependendo da técnica empregada) e de uma fonte de calor focalizada para realizar fusão pontual do material. Este processo gera pequenas estruturas de poças de fusão e deve-se garantir, durante o processo, que haja conexão entre as mesmas para não haver material não fundido remanescente.

Os processos de MA são divididos dependendo da forma como a deposição do material precursor é realizada. Quando a deposição do material ocorre antes da fonte de calor, o processo é conhecido por Fusão em Leito de Pó (FLP). Quando ocorre juntamente com a fonte de calor, é conhecido por Deposição por Energia Direcionada (DED). A técnica de FLP utiliza grânulos metálicos e um feixe de laser ou elétrons para realizar a construção das camadas. Várias ligas metálicas podem ser utilizadas nesta técnica, sendo que os aços inoxidáveis apresentam grande campo de aplicações e podem ser produzidos por meio dessa técnica com sucesso.

As respostas mecânicas de materiais obtidos por manufatura aditiva ainda são objetivo de muitos estudos. O comportamento mecânico destes materiais difere-se dos convencionais, comparativamente, devido às diferenças de microestrutura. Em componentes submetidos ao processo de hidrogenação, ocorre um fenômeno já conhecido por fragilização como hidrogenação. Este ocorre devido a entrada deste elemento na estrutura do material, levando a um comportamento de fragilização da peça. Existem várias teorias que tentam explicar esse comportamento. Entre elas, estão a Decoção Induzida por Hidrogênio, Transformação de Fase Induzida por Hidrogênio e a Indução de Vacâncias Assistida pelo Hidrogênio. Em materiais produzidos por MA, este comportamento ainda não é bem conhecido pois a diferença de processo e os diferentes materiais mostram que pode haver comportamento diferente do esperado.

Os aços inoxidáveis podem ser submetidos a temperaturas negativas em diversos processamentos de peças e aplicações em segmentos da indústria como aeroespacial e marítimas em alta profundidade (indústria petroquímica). Isto leva a

alterações nos níveis de tensão e deformação no comportamento mecânico dos materiais. Quando atingem determinados graus de deformação em temperaturas negativas, ligas metálicas podem experimentar deformação por maclagem em diferentes níveis e outros mecanismos de deformação, levando ao aumento de tensão enquanto apresenta maiores valores de deformação. Os aços inoxidáveis austeníticos podem sofrer transformação de fase induzida por deformação, levando à maiores níveis de tensões durante o carregamento mecânico sem diminuição na deformação.

Considerando-se a importância do fenômeno da fragilização por hidrogênio e deformações em baixas temperaturas em diversos setores da indústria, faz-se necessário o estudo destes fenômenos em peças produzidas por MA. Neste trabalho, é realizado o estudo do comportamento mecânico e microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 316L fabricado por MA e submetido à duas condições: interação com hidrogênio e temperaturas negativas. Para isto, realizaram-se ensaios de tração com difração de raios X *in situ*. O estudo foi possível devido à utilização da estação XTMS (“X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation”) situada na linha XRD1 da fonte de luz síncrotron localizada no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM). Devido à alta energia de feixe, foi possível coletar perfis de difração a cada três segundos durante o ensaio mecânico. Dessa forma, é possível avaliar o comportamento cristalográfico durante a deformação nas condições investigadas (temperaturas negativas e interação com o hidrogênio).

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

- Avaliar os efeitos da hidrogenação e da temperatura na evolução microestrutural do aço AISI 316L produzido por MA durante o ensaio de tração.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o efeito do tratamento de recozimento no comportamento mecânico do aço AISI 316L produzido por MA;

- Avaliar in situ os efeitos da temperatura de deformação no comportamento mecânico e na microestrutura do aço;

- Avaliar in situ os efeitos da hidrogenação no comportamento mecânico e aspectos microestruturais do aço;

- Comparar o comportamento mecânico e aspectos microestruturais do aço produzido por MA e comercial, sujeitos às mesmas condições de solitação.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 OS AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis possuem adição de cromo (Cr) e outros elementos de liga como níquel (Ni) para aumento da resistência à corrosão em relação aos aços carbono <sup>1-3</sup>. Foram inicialmente desenvolvidos na Inglaterra e Alemanha por volta de 1910. No início de 1920, iniciou-se sua produção nos Estados Unidos. Com as grandes guerras daquele século, esses materiais passaram a ser amplamente produzidos e utilizados em todo o mundo <sup>1</sup>.

A elevada resistência mecânica e de corrosão dessa classe de aços permite aplicações em ambientes altamente corrosivos como na indústria química, petroquímica e de geração de energia, automotiva, aeroespacial e em implantes e próteses <sup>4</sup>. Também são muito utilizados em utensílios de cozinha, mobília e na arquitetura <sup>1</sup>.

A origem da propriedade de resistência à corrosão é dada por uma camada fina passivadora formada na superfície desses materiais <sup>1,2,4-6</sup>. A forma como essa camada age pode ser explicada por um filme de óxido rico em cromo ou de um produto da reação do material com o meio corrosivo, que forma uma barreira de difusão entre o material e o meio. Dessa forma, retarda a reação de corrosão do material <sup>6</sup>.

Esses aços são classificados de acordo com sua microestrutura, controlada principalmente pelos elementos de liga adicionados. As classes são apresentadas a seguir<sup>1,7</sup>:

**Aços inoxidáveis martensíticos:** possuem microestrutura martensítica, cúbica de corpo centrado (CCC). São ferromagnéticos e possuem uma resistência à corrosão não muito elevada em comparação com as outras classes. São mais indicados para ambientes moderadamente corrosivos. Possuem uma porcentagem de cromo na faixa de 10,5% a 18% e 1,2% ou mais para o carbono. Podem apresentar carbeto para elevar a resistência ao desgaste <sup>1,7</sup>.

**Aços inoxidáveis ferríticos:** possuem microestrutura ferrítica, CCC. São ligas ferromagnéticas e podem apresentar alta ductilidade e formabilidade. Apresentam transição dúctil-frágil e, portanto, podem reduzir as propriedades apresentadas em baixas temperaturas. Geralmente apresentam resistência inferior aos aços inoxidáveis

austeníticos em altas temperaturas. Possuem teores de cromo que variam de 10,5% até 30%. Alguns tipos dessa classificação podem apresentar adição de molibdênio (Mo), silício (Si), alumínio (Al), titânio (Ti) e nióbio (Nb) <sup>1,7</sup>.

Aços inoxidáveis austeníticos: apresentam a fase austenita, cúbica de face centrada (CFC), estável devido à adição de elementos de liga, chamados de austenizantes, como o níquel, manganês (Mn) e nitrogênio (N). A porcentagem de cromo varia de 16% a 26%, níquel é encontrado até 35% e manganês até 15%, geralmente. A série 2xx apresenta nitrogênio, 4% a 15,5% de manganês e até 7% de níquel. A série 3xx contém maiores porcentagens de níquel e até 2% de manganês. Molibdênio, cobre, silício, alumínio, titânio e nióbio podem ser adicionados para conferir maior resistência a corrosão por “pitting” (corrosão em pontos localizados levando a penetração do meio corrosivo no material) e oxidação. São paramagnéticos quando recozidos, apresentam boa resistência tanto em temperaturas elevadas como criogênicas e são endurecidos somente por trabalho a frio <sup>1,7</sup>.

Aços inoxidáveis dúplex: essa classe apresenta microestrutura formada por duas fases, a ferrita CCC e a austenita CFC. A fração de cada uma depende da composição química do aço e do tratamento térmico empregado. A maioria dos tipos de aço dessa classe apresentam aproximadamente a mesma porcentagem de cada fase quando submetidos ao tratamento de recozimento. A elevada resistência à corrosão dessa classe é similar a dos aços inoxidáveis austeníticos, porém, a tensão de escoamento e o limite de resistência à tração costumam ser mais elevados em relação aos mesmos. Também possuem maiores resistência à corrosão sob tensão. A tenacidade desses aços se encontra entre os valores encontrados para os inoxidáveis ferríticos e austeníticos <sup>1,7</sup>.

Aços inoxidáveis endurecidos por precipitação: são ligas que apresentam, além de cromo e níquel, elementos que levam a precipitados que geram o endurecimento da liga como cobre, alumínio e titânio. Podem apresentar microestrutura austenítica ou martensítica <sup>1,7</sup>.

Com a adição de elementos de liga, um problema resultante é a precipitação de carbeto indesejáveis na matriz desses aços, levando à sensitização. Os carbeto mais encontrados são:  $M_3C$ ,  $M_{23}C_6$  e  $M_7C_3$ , onde “M” é o metal que formará o carbeto e geralmente está relacionado ao Cr, Fe ou Mo<sup>5</sup>.

Essa formação de carbeto é decorrente principalmente nos aços inoxidáveis austeníticos devido a porcentagem e tipo de elemento de liga. Essa classificação é amplamente utilizada devido ao seu custo reduzido em comparação às outras classes e elevada resistência a corrosão.

### 3.1.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos

O cromo, principal elemento dos aços inoxidáveis, tem efeito ferritizante, ou seja, diminuiu o campo austenítico no diagrama Fe-Cr e expande o campo da ferrita. Dessa forma, não seria possível obter austenita estável em temperatura ambiente somente com a presença do principal elemento de liga dos aços inoxidáveis <sup>1,5,6</sup>.

A fim de estabilizar a austenita em temperatura ambiente, alguns elementos de liga são adicionados, sendo o níquel o principal deles. Por exemplo, a adição de 8% em peso de níquel é capaz de estabilizar a austenita em temperatura ambiente em um aço de baixo carbono com 18% em peso de cromo. Esses aços são conhecidos por 18Cr-8Ni <sup>5</sup>.

Outro elemento de liga utilizado em inoxidáveis austeníticos é o manganês. Este elemento também expande o campo austenítico, porém, é menos efetivo que o níquel e portanto, maiores concentrações são necessárias para se obter o mesmo resultado. Para estabilizar a austenita na ausência de cromo, cerca de 12% em peso de manganês é necessário para um aço com alta porcentagem de carbono (até 1,2% em peso). O nitrogênio e o próprio carbono também são elementos que estabilizam a austenita e ambos elevam resistência mecânica devido ao endurecimento por solução sólida. O nitrogênio apresenta maiores vantagens devido a menor tendência a gerar corrosão intergranular <sup>5</sup>.

Dessa forma, pode-se expressar os teores de cromo (ferritizante) e níquel (austenitizante) equivalentes ( $Cr_{eq}$  e  $Ni_{eq}$ ) em função das porcentagens de outros elementos pertencentes ao mesmo grupo. De acordo com Bhadeshia e Honeycombe <sup>5</sup>, estes teores podem ser expressos por meio das equações de  $Cr_{eq}$  e  $Ni_{eq}$  a seguir:

$$Cr_{eq} = (\%Cr) + 2(\%Si) + 1,5(\%Mo) + 5(\%V) + 5,5(\%Al) + 1,75(\%Nb) + 1,5(\%Ti) + 0,75(\%W)$$

(1)

$$Ni_{eq} = (\%Ni) + (\%Co) + 0,5(\%Mn) + 0,3(\%Cu) + 25(\%N) + 30(\%C) \quad (2)$$

Onde as concentrações devem ser consideradas em porcentagem em peso. Por meio da equação 1, nota-se a influência do silício, molibdênio, vanádio (V), alumínio, nióbio, titânio e tungstênio (W) no valor do elemento ferritizante (cromo equivalente). Da mesma forma, a influência do cobalto (Co), manganês, cobre (Cu), nitrogênio e carbono é relacionada ao valor do elemento austenitizante (níquel equivalente) na equação 2 <sup>5</sup>.

Uma lista dos principais aços inoxidáveis austeníticos normalizados pela AISI (American Iron and Steel Institute) e suas respectivas composições químicas estão relacionados na Tabela 1 a seguir:

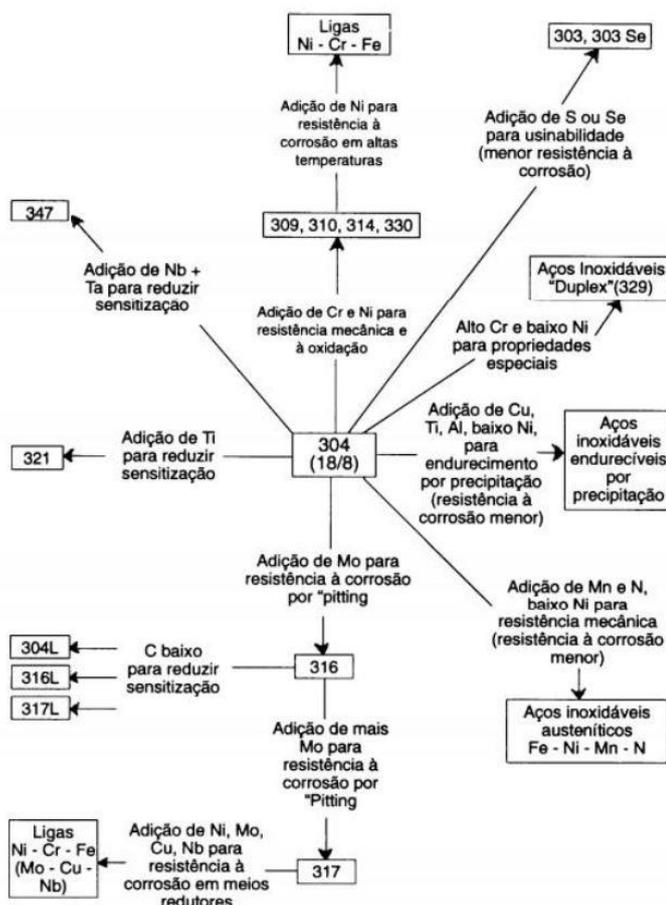
Tabela 1 - Composição de aços inoxidáveis austeníticos segundo a AISI (% em peso).

Tipo	C (%)	Mn (%)	Si (%)	Cr (%)	Ni (%)	P (%)	S (%)	Outros
201	0,15	5,5-7,5	1,00	16-18	3,5-5,5	0,06	0,03	0,25 N
304	0,08	2,00	1,00	18-20	8-10,5	0,045	0,03	
304L	0,03	2,00	1,00	18-20	8-10,5	0,045	0,03	
310	0,25	2,00	1,50	24-26	19-22	0,045	0,03	
316	0,08	2,00	1,00	16-18	10-14	0,045	0,03	2-3 Mo
316L	0,03	2,00	1,00	16-18	10-14	0,045	0,03	2-3 Mo
316LN	0,03	2,00	1,00	16-18	10-14	0,045	0,03	2-3 Mo; 0,10-0,16 N
316N	0,08	2,00	1,00	16-18	10-14	0,045	0,03	2-3 Mo; 0,10-0,16 N

Fonte: WASHKO, S. D.; AGGEN, G. Wrought Stainless Steels. In: **ASM Metals Handbook 1: Properties and Selection Irons Steel and High-Performance Alloys**. ASM International, v. 1, 1990. p. 2007-2009.<sup>1</sup>

Os valores encontram-se em porcentagem em peso. Valores únicos representam quantidades máximas do elemento na liga. A Figura 1 a seguir ilustra várias outras classes de aços inoxidáveis a partir de modificações feitas no tipo AISI 304.

Figura 1 - Classes de aços inoxidáveis obtidas a partir de modificações do tipo AISI 304.



Fonte: PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços inoxidáveis Austeníticos: microestrutura e propriedades.** São Paulo: Hemus, 1994.<sup>6</sup>

Por meio da Figura 1, nota-se que o aço inoxidável AISI 316 surgiu da necessidade de aumentar a resistência à corrosão por “pitting”. Esse resultado foi obtido pela adição de molibdênio à liga <sup>6</sup>. Porém, a adição de elementos de liga com teores de carbono típicos do AISI 304 e 316 pode levar a formação de carbeto, principalmente do tipo  $M_{23}C_6$  ( $M = Cr, Fe, Mo$ ). Essa formação, especialmente nos contornos de grão, diminui a resistência à corrosão, levando ao empobrecimento de cromo e à ocorrência de corrosão intergranular <sup>5</sup>.

Para diminuir esse efeito, realizou-se a redução do teor de carbono, sendo identificado pela letra “L”. O aço inoxidável AISI 316L é uma modificação do AISI 316 com diminuição de 0,08% em peso de C para 0,03%. Outra estratégia a fim de diminuir o efeito de sensitização foi a adição de elementos com maior afinidade pelo carbono do que o cromo, como o titânio e o nióbio. Assim, surgiram as classes AISI 321 e 347<sup>1,6</sup>.

A classe AISI 316L possui as seguintes propriedades mecânicas para uma condição laminada: 485 MPa de limite de resistência à tração, 170 MPa de limite de escoamento, 40% de alongamento, 50% de redução de área (RA) (valores mínimos) e dureza 95 HRB (valor máximo, dureza Rockwell B)<sup>1,8</sup>.

Esta classe pode ser empregada em pás de turbinas em plantas de geração de energia e em equipamentos marinhos. Possuem grande destaque na indústria de petróleo e gás natural devido as propriedades de resistência à corrosão nesses ambientes e custo. Nos campos do pré-sal brasileiro, por exemplo, os campos podem chegar a 8000 m de profundidade. Mesmo nessas condições extremas, o aço 316L apresenta satisfatório desempenho. Podem ser aplicados em dutos flexíveis, flanges, válvulas e tanques de armazenagem<sup>9</sup>. Também são muito utilizados como biomateriais em implantes. Nesta última aplicação, podem ser utilizados com ou sem recobrimento<sup>4,10-13</sup>.

Os aços inoxidáveis podem ser processados nas diversas formas de produção convencional, incluindo dobramentos, forja à quente e à frio, estampagem profunda e laminação. Estes materiais também são muito estudados em manufatura aditiva, forma de processamento distinto da manufatura subtrativa convencional<sup>7,14</sup>.

### 3.2 MANUFATURA ADITIVA

A manufatura aditiva (MA) de metais é uma forma de processamento que permite a obtenção de uma peça ou item pela deposição de camadas de material. Como em uma impressão 3D, permite a construção de geometrias complexas que seriam dificilmente obtidas por processos convencionais, ou até mesmo, impossíveis de se obter com a maioria dos processos<sup>14,15</sup>.

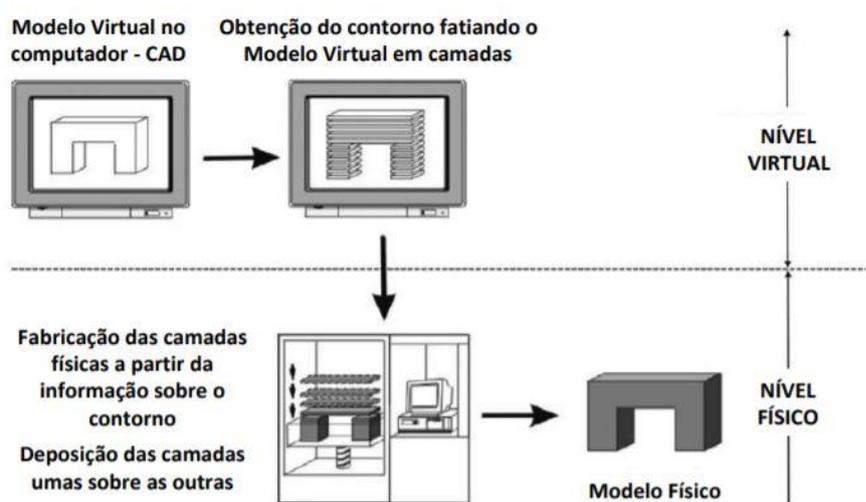
A MA gera economia de material visto que não se parte de um volume maior para se obter uma peça de menor volume por meio de processos de degaste, mas

sim, da construção exata de cada camada da peça. Também gera economia pela dispensabilidade de processos posteriores de acabamento como usinagem <sup>14,15</sup>.

O metal precursor pode ser utilizado na forma de pó, arames ou chapas. A construção das camadas se dá por uma fusão e solidificação decorrente do uso de uma fonte de energia como laser, feixe de elétrons ou arco elétrico <sup>14,15</sup>.

Primeiramente, desenha-se a peça desejada em três dimensões em um software 3D CAD (“Computer Aided-Design”). Posteriormente, exporta-se o arquivo em formato “.stl” e divide-se o desenho em fatias. Este é então carregado na máquina que realizará o processo. A Figura 2 a seguir ilustra esse processo.

Figura 2 - Esquema de desenho e impressão de um componente feito por MA.

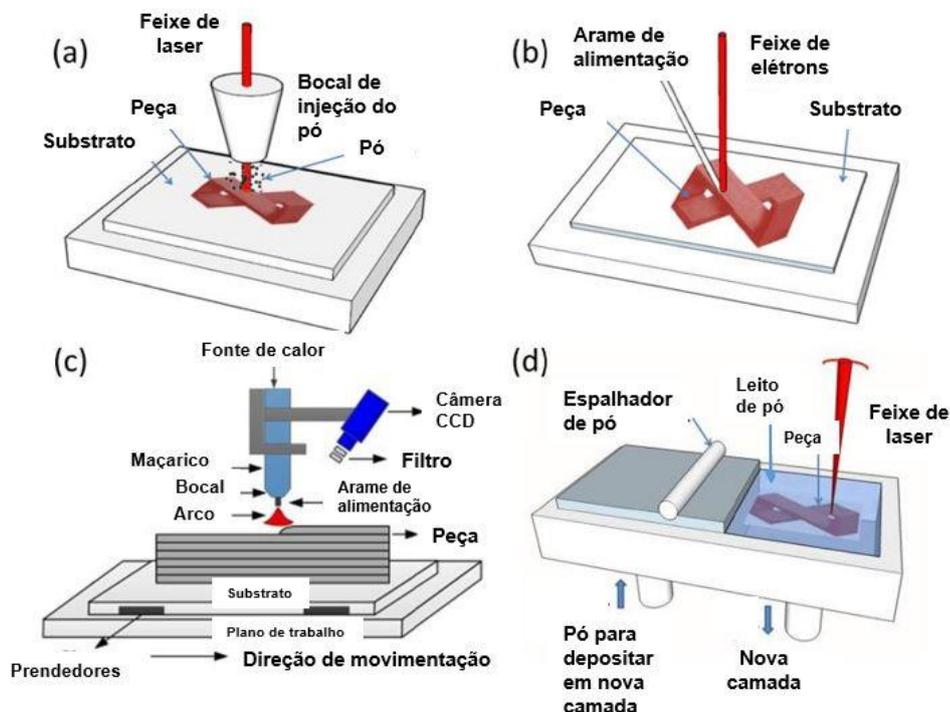


Fonte: BRAGA, Luísa Miranda. **Manufatura Aditiva: uma análise de aplicações atuais**. 2017. Projeto de Graduação (Engenharia Mecânica) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2017.<sup>16</sup>

De acordo com a norma ABNT NBR (Associação Brasileira de Normas Técnicas) ISO/ASTM (“International Organization for Standardization” / “American Society for Testing and Materials”) 52900, o processo de MA de metais pode ser classificado de acordo com a forma como a deposição do material precursor é realizada: antes da fonte de calor focalizada atingir o material (Fusão de Leito em Pó – FLP) e juntamente com a fonte de calor (Deposição por Energia Direcionada – DED). Para cada divisão, FLP ou DED, pode-se empregar os vários tipos de estrutura de material precursor (pó, arame ou chapa) e de fonte de calor (laser, feixe de elétrons ou arco elétrico). <sup>14-17</sup>

A Figura 3 a seguir ilustra os processos DED e FLP utilizando diferentes materiais de alimentação e fontes de calor.

Figura 3 - Diagrama esquemático de alguns processos DED e FLP.



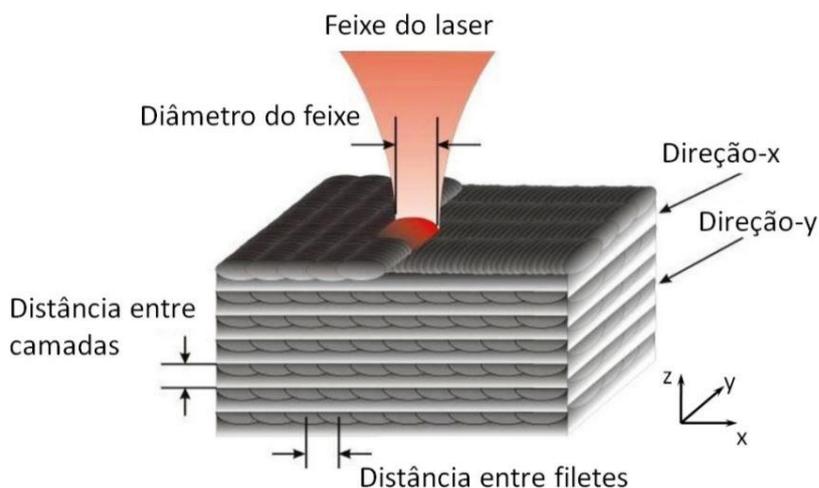
Fonte: Adaptado de DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress In Materials Science**, [s.l.], v. 92, p.112-224, mar. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.<sup>15</sup>

Na Figura 3a, é representado um processo DED com pó metálico como material de alimentação e laser como fonte de calor. A Figura 3b exibe um processo semelhante, também DED, porém, utilizando arame metálico como alimentação e feixe de elétrons como fonte de calor. Na Figura 3c, é apresentado um processo DED com a utilização de arco elétrico para a fusão de um arame metálico. Este método é similar a um processo de soldagem. Com a utilização de maçarico e arame, forma-se o arco que será responsável pela deposição do material camada a camada. Neste caso, o suporte em que está sendo impressa a peça é móvel e não a fonte de calor. No caso do laser e do feixe de elétrons, estes são móveis e varrem uma determinada área referente a camada que está sendo impressa<sup>14-17</sup>.

Na Figura 3d pode-se visualizar um processo FLP com a utilização de laser como fonte de calor (L-FLP). Esse processo consiste em realizar a construção das

camadas da peça pela fusão pontual de uma camada fina de pó depositada sobre um substrato metalurgicamente compatível ou sob camadas já impressas <sup>14-18</sup>. A Figura 4 a seguir ilustra o processo de fusão de uma camada pela incidência do laser.

Figura 4 - Desenho esquemático do processo de L-FLP.



Fonte: MARQUES, Sabrina; SOUZA, Adriano Fagali de; ZANATTA, André Marcon. Fusão seletiva a laser para fabricação de peças metálicas com geometrias complexas. In: SETIS- III SEMINÁRIO DE TECNOLOGIA INOVAÇÃO E SUSTENTABILIDADE, 3., 2014, Joinville. **Conference Paper**. Joinville: [s. n.], 2014. p. 790 - 801.<sup>18</sup>

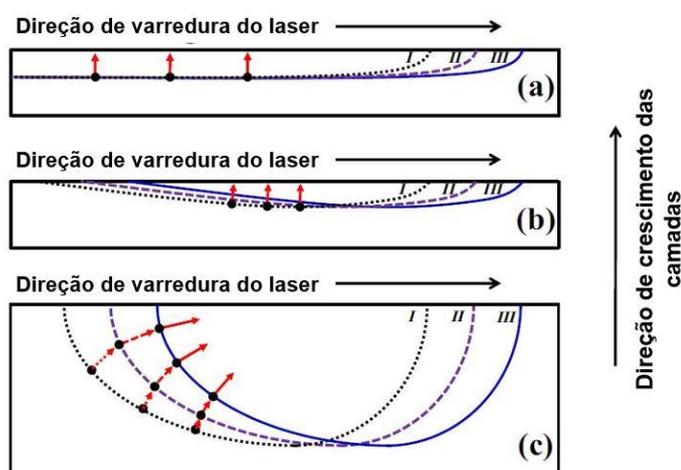
Por meio da Figura 4, pode-se notar parâmetros importantes do processo bem como uma visualização em três dimensões do crescimento de várias camadas. Cada estrutura pontual de fusão gerada pelo laser é semelhante à uma poça de fusão (“molten pool”). A distância lateral entre um filete de poças de fusão e outro adjacente é a distância entre filetes (“hatch spacing”). Na Figura 4, também pode-se verificar a distância entre duas camadas e o diâmetro do feixe incidente. Outras variáveis importantes são a potência do laser e a velocidade de varredura do mesmo. Todo o processo ocorre em atmosfera controlada, geralmente de argônio (Ar) ou nitrogênio, para gerar atmosfera inerte e evitar a oxidação do metal depositado <sup>14-19</sup>.

Os parâmetros de processos estão interligados entre si e diretamente ligados com a qualidade de fabricação da peça. Assim, o estudo da variação desses fatores é importante para a obtenção de melhores características mecânicas e estéticas de uma peça. Por exemplo, ao aumentar a potência do laser, a velocidade de varredura requerida do mesmo deve ser alterada para se obter o mesmo perfil filete da menor potência. Quanto maior a potência do laser, maior pode ser a velocidade de varredura utilizada <sup>20</sup>.

Durante o processo de solidificação, o calor é dissipado do centro da poça de fusão até as bordas. Os grãos tendem a crescer do local onde iniciou-se a dissipação de calor. Dessa forma, na maioria dos processos por MA, nota-se a presença de grão colunares ao longo da direção de crescimento das camadas, em um crescimento epitaxial <sup>15</sup>. Nos processos FLP com rápida velocidade de varredura do laser, observa-se frequentemente a direção de crescimento dos grãos alinhados com a direção de crescimento das camadas  $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ . Em processos de varredura lenta da fonte de calor, pode-se observar grãos colunares inclinados <sup>21</sup>. Esta mesma analogia pode ser feita para potência de laser aplicada. Altas potências levam a poças de fusão mais “rasas” com grãos colunares. Baixas potências de laser podem levar a poças mais “profundas”, com grãos inclinados (direção  $[1\ 1\ 0]$ ) <sup>22</sup>. Ou seja, a morfologia dos grãos é dependente da morfologia da poça de fusão. A Figura 5 a seguir ilustra essa dependência. Na Figura 6 é possível notar essa diferença de morfologia devido à diferentes potências de laser aplicadas.

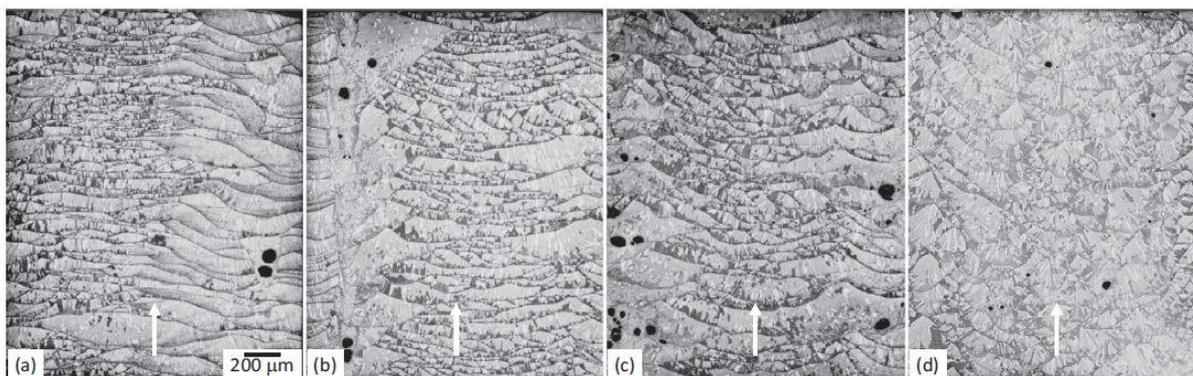
Na Figura 5a e Figura 5b, verifica-se poças de fusão rasas (pouco profundas/espessas) e largas, gerando grãos colunares alinhados paralelamente a direção de crescimento das camadas. A diferença entre as Figuras 5a e 5b é a velocidade de varredura, maior em 5a. Uma varredura mais rápida leva a grãos mais alinhados devido à rápida troca de calor. Já em 5c, nota-se um processo que originou uma poça de fusão mais profunda, o que leva a grãos mais inclinados <sup>15</sup>.

Figura 5 - Influência da morfologia da poça de fusão no crescimento de grãos em processos de MA.



Fonte: Adaptado de DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress In Materials Science**, [s.l.], v. 92, p.112-224, mar. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.<sup>15</sup>

Figura 6 - Morfologia de grão e poça de fusão do aço AISI 316L fabricado por L-FLP com diferentes potências de laser. a) 380 W, b) 320 W, c) 260 W, d) 200 W.



Fonte: CHOO, Hahn et al. Effect of laser power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel. **Materials & Design**, [s.l.], v. 164, p.1-12, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2018.12.006>.<sup>22</sup>

Os aços inoxidáveis compõem uma classe muito utilizada nos processos de MA. Estudos mostram a utilização da MA em aços inoxidáveis dúplex, endurecidos por precipitação, martensíticos, ferríticos e austeníticos, sendo essa última classe muito estudada. Na categoria de aços inoxidáveis dúplex, o rápido resfriamento pode suprimir quantidades de austenita pela transformação em ferrita, porém, tratamentos térmicos podem levar ao aumento da fase CFC. Estudos em aços inoxidáveis endurecidos por precipitação mostram menores taxas de crescimento de trincas para amostras produzidas por FLP em relação à manufatura convencional quando ensaiados em fadiga <sup>23-26</sup>.

No estudo de aços inoxidáveis austeníticos, as classes 304, 304L, 316 e 316L apresentam grande destaque, sendo a última o motivo da maior parte dos trabalhos na área devido ao custo-benefício oferecido. A microestrutura, defeitos como porosidade e consequentemente as propriedades mecânicas variam com os parâmetros de processo <sup>14,15</sup>. O aço 316L apresenta resultados satisfatórios quando produzidos por FLP. Propriedades mecânicas como limite de escoamento e limite de resistência à tração esperados para esse material podem ser atingidos dependendo dos parâmetros de processo empregados. Uma microestrutura com grãos austeníticos refinados, pode ser alcançada devido ao rápido resfriamento durante o processo. Subgrãos e células de discordâncias são mais facilmente formados no processo de MA em relação aos processos convencionais devido à alta velocidade de solidificação <sup>27-</sup>

Na Tabela 2 verificam-se os valores de algumas propriedades mecânicas e parâmetros do processo de FLP encontrados em estudos para o aço 316L <sup>15</sup>. P é a potência do laser em Watts (W), v é a velocidade de varredura do laser em mm/s, ρ é a densidade em porcentagem, σ<sub>e</sub> é a tensão de escoamento e σ<sub>LRT</sub> é o limite de resistência à tração. Na Tabela 2 é introduzido o conceito de densidade de calor linear (H), equação 3. Outro conceito relacionado é a densidade de calor volumétrica (E<sub>v</sub>), equação 4. Esses parâmetros são dados a seguir:

$$H = P/v \quad (3)$$

$$E_v = P / (v \cdot t_l \cdot h_s) \quad (4)$$

Tabela 2 - Propriedades mecânicas e respectivos parâmetros de processo para o aço 316L processado por FLP.

P (W)	v (mm/s)	H (J/mm)	ρ (%)	Orientação	σ <sub>e</sub>	σ <sub>LRT</sub>	Alongamento (%)
200	<1000	>0,2	99,9	Long.	602 ± 47	667 ± 7	30 ± 0
				Transv.	557 ± 14	591 ± 12	42 ± 2
100	400	0,25	97,2 ±	Long.	438 ± 28	528 ± 23	10 ± 2
			1,2	Transv.	435 ± 2	504 ± 12	16 ± 3
100	591	0,17	98,5 ±	Long.	379 ± 17	489 ± 28	23 ± 6
			1,4	Transv.	287 ± 6	317 ± 11	7 ± 4
100	600	0,17	98 ± 1	Long.	399 ± 29	486 ± 40	9 ± 3
				Transv.	316 ± 6	367 ± 6	7 ± 1
175	700	0,25	97,5 ±	Long.	534 ± 5,7	653 ± 3,4	16,2 ±
			1				0,8
			93,8 ±	Transv.	444 ± 26,5	567 ± 18,6	8 ± 2,9
			2,6				

Fonte: Adaptado de DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress In Materials Science**, [s.l.], v. 92, p.174, mar. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.<sup>15</sup>

Nas equações 3 e 4,  $t_i$  é a espessura da camada depositada e  $h_s$  é a distância entre filetes (“hatch spacing”). Para aços austeníticos fabricados por FLP, não é possível relacionar diretamente os valores de  $H$  e  $E_v$  com as propriedades mecânicas. Nesse processo, a estratégia de varredura do laser também influencia nessas propriedades <sup>15</sup>. O que pode ser relacionado pela Tabela 2 é a densidade com as propriedades descritas. Quanto mais densa a amostra fabricada, maiores são os valores de  $\sigma_e$  e  $\sigma_{LRT}$ . Para isso, os valores de  $t_i$  e  $h_s$  devem ser adequados para que não haja material não fundido entre as poças de fusão <sup>15,14</sup>.

Tratamentos térmicos como recozimento e alívio de tensão podem ser aplicados em peças produzidas por MA para homogeneizar a microestrutura. De acordo com a literatura, o aço 316L não é endurecido por tratamento térmico. Geralmente, aplica-se alívio de tensão ou recozimento. A faixa de temperatura recomendada é de 1040-1110 °C com tempo dependente da espessura. O baixo teor de carbono (0,03%) impede a precipitação de carbeto intergranulares, o que é de grande vantagem para processos de soldagem, por exemplo. No entanto, deve-se evitar utilização por longos tempos em temperaturas na faixa de 540-760 °C pois nessas condições pode haver a precipitação de carbeto, levando à diminuição da resistência à corrosão <sup>32</sup>.

Quando produzido por FLP e tratado termicamente por recozimento, o aço 316L pode apresentar crescimento e alteração de formato dos grãos, apresentando uma forma mais equiaxial. Um tratamento térmico em que a amostra é mantida a 1050 °C por 30 minutos é suficiente para que os arranjos de células de discordâncias sejam desfeitos pelo movimento das mesmas até a aniquilação de grande parte destas <sup>33,34</sup>.

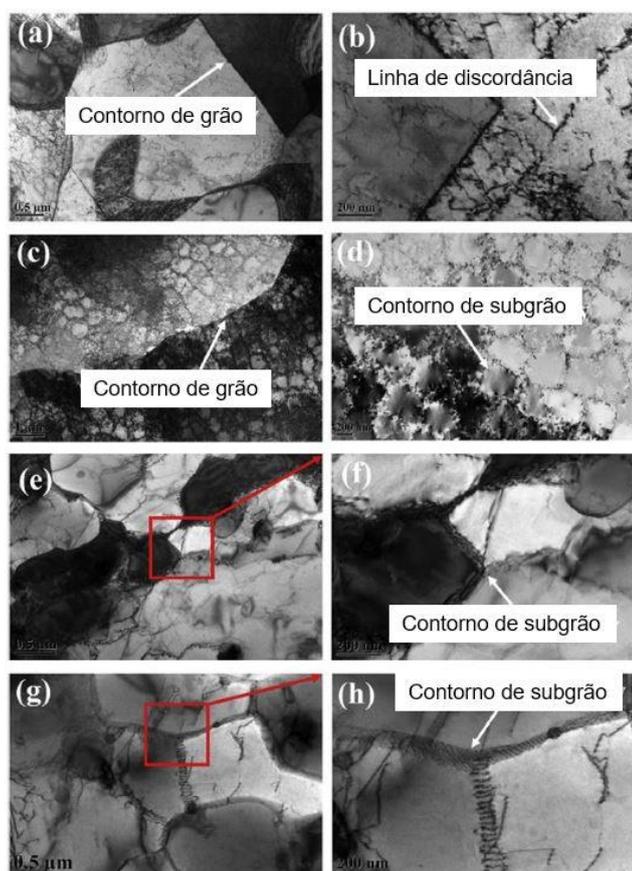
A Figura 7 ilustra imagens obtidas em microscopia eletrônica de transmissão (MET) de quatro amostras de aço 316L. As Figuras 7a e 7b são referentes à amostra obtida por processos convencionais (forjamento). As Figuras 7c até 7h foram produzidas por FLP. As Figuras 7c e 7d são de amostras como fabricadas, 7e e 7f são referentes à amostra após alívio de tensão e 7g e 7h apresentam a amostra após 1050 °C / 30 minutos. Pode-se notar que para a condição forjada, as linhas de discordâncias não formam um arranjo celular, diferentemente da condição como fabricada por FLP. Após o alívio de tensões, nota-se que parte das discordâncias migram para o contorno de subgrão até que boa parte migra para essas áreas após o recozimento. No mesmo trabalho, notou-se que o tratamento térmico levou à um aumento da resistência à

corrosão em relação à amostra como fabricada, apresentando desempenho comparável à amostra forjada, devido à maior homogeneização vista na Figura 7<sup>34</sup>.

Outro estudo mostra que um tratamento a 1050 °C por 1 hora e resfriamento em água levou à um aumento da resistência ao crescimento de trinca quando ensaiado em carregamento cíclico. Isto ocorre devido à homogeneização da microestrutura<sup>33,35</sup>.

Outro tratamento que pode ser empregado em materiais fabricados por FLP é a prensagem isostática a quente (“hot isostatic pressing” – HIP). Este tratamento consiste em submeter uma amostra processada por MA em um forno por determinada temperatura com a aplicação de pressão. Para o aço 316L processado por FLP, pode-se utilizar a temperatura de recozimento e diferentes valores de pressão. O resultado obtido é o fechamento de poros remanescentes do processo de MA<sup>29,36</sup>.

Figura 7 - Microscopia eletrônica de transmissão do aço AISI 316L forjado (a, b) e produzido por FLP como fabricado (c, d), após alívio de tensão (e, f) e recozido a 1050 °C/30 min (g, h).



Fonte: Adaptado de KONG, Decheng et al. Heat treatment effect on the microstructure and corrosion behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting for proton exchange membrane fuel cells. *Electrochimica Acta*, [s.l.], v. 276, p.296, jun. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2018.04.188>.<sup>34</sup>

### 3.3 MÉTODOS DE OBSERVAÇÃO DE TEXTURA.

Vários métodos de caracterização da microestrutura podem ser empregados para entendimento do comportamento de materiais processados por MA. O estudo de textura por meio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (“Electron backscatter diffraction” – EBSD) e o estudo microestrutural por meio da difração de raios X são muito utilizados para tal propósito.

A técnica de EBSD consiste na incidência de um feixe de elétrons sobre uma amostra e coleta dos dados referentes aos elétrons retroespalhados após a interação do feixe incidente com a amostra. Para isso, utiliza-se um microscópio eletrônico de varredura com fonte de emissão de campo (“Field Emission Gun” – MEV-FEG) e um detector de tela de fósforo acoplado ao MEV <sup>37-39</sup>.

As formas mais utilizadas para representação de textura envolvem Figuras de Polo (FP), Figuras de Polo Inversa (FPI) e Função de Distribuição de Orientação (FDO). A FP e a FPI são dadas em função do sistema de coordenadas da amostra, sendo que a FP é a representação de como o cristal/grão está orientado com o sistema de processamento da amostra e a FPI, como o sistema da amostra está orientado com o sistema do cristal/grão analisado. Para materiais laminados, o sistema de coordenadas da amostra é dado em RD (direção de laminação ou “rolling direction”), TD (direção transversal ou “transverse direction”) e ND (direção normal ou “normal direction”) <sup>39</sup>. Para amostras fabricadas por FLP, o sistema de coordenadas é dado em função da direção de fabricação das camadas (“building direction” – BD), direção de varredura do laser (“scanning direction” – SD) e direção transversal (“transverse direction” – TD) <sup>40</sup>.

A FP é obtida da seção equatorial (projeção estereográfica) do cristal analisado com a sua determinada orientação no centro de uma esfera. Os eixos da amostra são posicionados no centro da esfera. Cada ponto visto no plano equatorial da esfera é obtido projetando-se a normal do plano analisado na superfície da porção norte da esfera. Posteriormente, este ponto é projetado em direção ao polo sul da esfera. Onde a projeção corta o plano equatorial da esfera é o polo da projeção do plano analisado. Ao analisar um policristal, a FP é vista em escala de cores onde os polos que mais ocorrem no material são dados em cores quentes e os que menos ocorrem, em cores frias <sup>39</sup>.

A FDO é adquirida no espaço de Euler. Os ângulos de Euler ( $\varphi_1$ ,  $\phi$  e  $\varphi_2$ ) são referentes à três rotações realizadas em determinada ordem que resultam na coincidência dos sistemas de referência do cristal (direções [100], [010] e [001]) analisado e da amostra (relacionado com o processamento). As rotações são dadas na seguinte ordem:

$\varphi_1$ : é o ângulo dado para a rotação ao redor de ND, a fim de modificar RD para uma posição RD' perpendicular ao plano formado por ND e [001], as posições ocupadas por ND e TD após a rotação são ND' e TD';

$\phi$ : ângulo referente à segunda rotação ao redor de RD' a fim de coincidir ND e [001], a posição ocupada por TD' (após esta rotação) é TD";

$\varphi_2$ : última rotação, ao redor de ND ou [001] (já coincidentes), para que RD' coincida com [100] e TD" <sup>39</sup>.

A distribuição de frequências em que os ângulos ocorrem pode ser dada no espaço de Euler, onde as coordenadas são  $\varphi_1$ ,  $\phi$  e  $\varphi_2$ . Ao analisar valores de ângulos de Euler de 0° a 90°, tem-se um cubo. Fatiando-se esse cubo em seções constantes de um dos ângulos, geralmente  $\varphi_2$ , obtêm-se as FDO's. A forma de representação de frequência de ocorrência de um ponto no espaço ( $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$ ) ocorre da mesma forma que a FP (cores quentes e frias). Um ponto ( $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$ ) mostra uma orientação específica de um cristal em relação aos eixos de processamento da amostra. As formas de representação de textura são comparadas com ábacos para identificação do tipo de textura desenvolvida <sup>39</sup>.

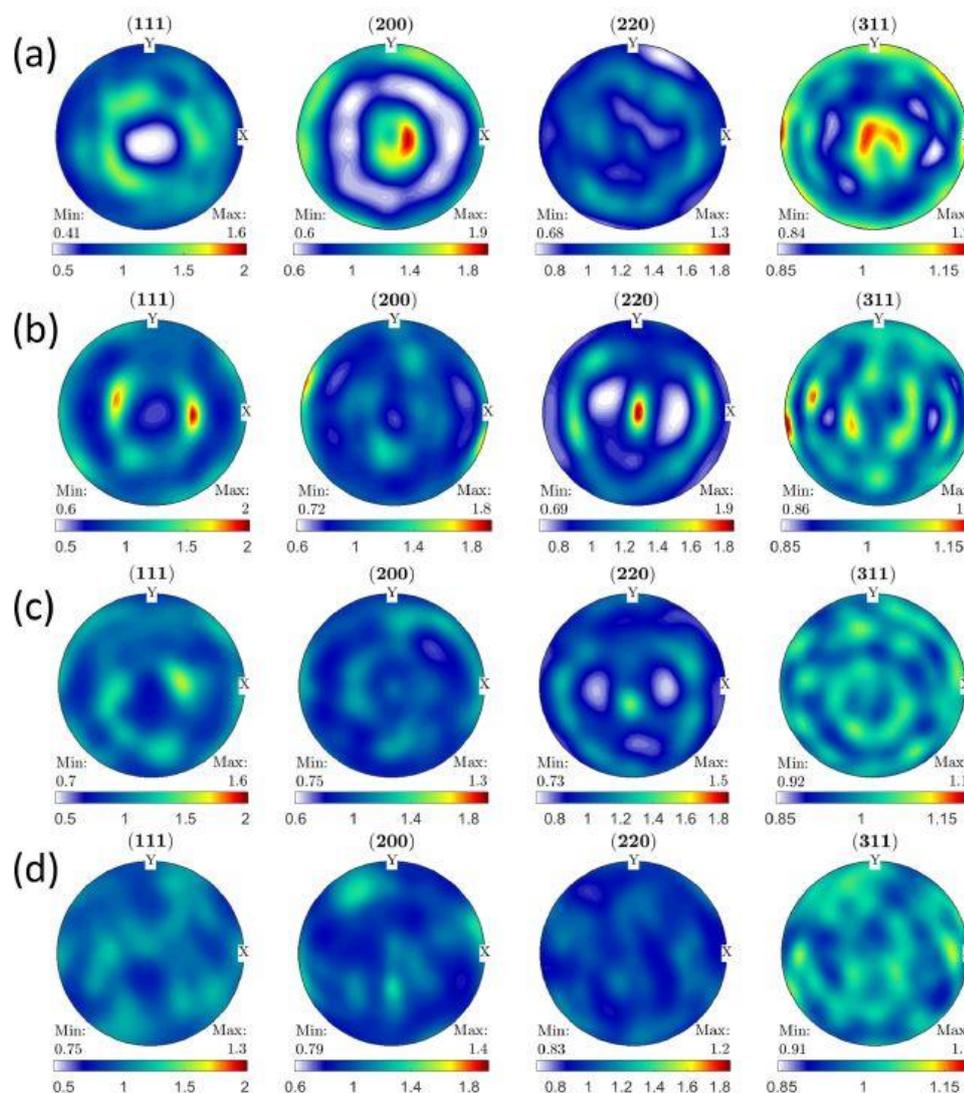
O tipo de textura encontrada em aços inoxidáveis austeníticos varia de acordo com a energia de defeito de empilhamento (EDE) desses materiais. Materiais de alta e baixa EDE tendem a desenvolver texturas do tipo cobre ("Copper" – C – {112}<111>) e latão ("Brass" – B - {011}<211>). Para o aço 316L, o valor de EDE é considerado de baixo a médio (64 mJ/mm<sup>2</sup>). As componentes de textura mais acentuadas desenvolvidas na superfície desse material laminado a frio a 30% de redução de espessura são do tipo "Goss" (G – {011}<100>) e latão <sup>41-43</sup>. Com redução até 70%, observa-se o aumento da intensidade dessas componentes. Em 90% de redução, as componentes B e G se intensificam, sendo B mais acentuada. No plano médio da chapa (metade da espessura), nota-se uma componente B muito acentuada em 50% de redução. Em 90% de redução, a componente G cresce, quase igualando-

se à B. Após recozimento de uma chapa com 95% de redução, observa-se texturas de baixa intensidade. No entanto, ainda é possível identificar componentes “fracas” do tipo C e G, sendo que B não é observado nesse estágio <sup>41</sup>.

Quando fabricado por FLP, o aço 316L geralmente apresenta textura do tipo G ou fibra  $\langle 001 \rangle$  ao longo da direção de varredura do laser <sup>36,40</sup>. Porém, a textura desenvolvida pelo material depende da estratégia de fabricação. Por exemplo, a alteração sucessiva da direção de varredura do laser pode dificultar o desenvolvimento de uma textura acentuada. A morfologia da poça de fusão também influencia esse parâmetro. Uma maior potência de laser aplicada pode levar à uma poça de fusão mais funda e componentes de textura mais acentuados, enquanto baixos valores de potência podem levar a uma distribuição aleatória de orientações <sup>22,44</sup>. Este efeito pode ser notado na Figura 8.

Pode-se notar que para potência de laser de 200 W (Figura 8d), a textura encontrada foi considerada aleatória enquanto que uma potência de 320 W (Figura 8b) e 380 W (Figura 8a) proporcionaram o desenvolvimento de textura acentuada do tipo  $(2\ 0\ 0)$  ao longo da direção de deposição de camadas.

Figura 8 - Figuras de Polo do aço AISI 316L fabricado por L-FLP com diferentes potências de laser. a) 380 W, b) 320 W, c) 260 W e d) 200 W.



Fonte: CHOO, Hahn; et al. Effect of laser power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel. **Materials & Design**, [S.L.], v. 164, p. 107534, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2018.12.006>.<sup>22</sup>

### 3.4 TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A técnica de difração de raios X possibilita o estudo microestrutural de um material fornecendo diversas informações de forma não destrutiva. O processo de emissão de raios X por um átomo pode ser provocada pela incidência de um feixe de elétrons. O bombardeamento de elétrons provoca a retirada de um elétron de uma das camadas eletrônicas, geralmente as mais externas como K, L ou M. Um elétron

da camada seguinte irá preencher este espaço e ao retornar para sua camada de origem, emite radiação (processo de transição eletrônica) <sup>45</sup>.

Essa radiação emitida é específica para cada tipo de átomo e de camadas envolvidas no processo e por isso é utilizada para caracterização do material estudado. A radiação é dada pelo nome da camada envolvida seguida das letras  $\alpha$  ou  $\beta$  geralmente e estas indicam de qual camada o segundo elétron que preenche o espaço do primeiro é oriundo. Por exemplo, uma radiação  $K\alpha$  mostra que a camada K foi envolvida no processo e um elétron da camada L preencheu o espaço deixado pelo elétron da camada K. Uma radiação  $K\beta$  indica que o segundo elétron veio da camada M. Para que somente um sinal seja analisado, são utilizados monocromadores nos difratômetros para filtragem desse sinal <sup>45</sup>.

Para que a difração ocorra, é necessário o fenômeno de interferência entre as ondas emitidas pelos átomos. Quando a interferência é construtiva, pode-se obter um sinal de resposta com determinada intensidade. No caso da difração de raios X gerada por átomos de um plano, algumas condições precisam ser respeitadas. Bragg propôs uma relação entre o plano em estudo e o ângulo do feixe difratado e o comprimento de onda do feixe incidente. Esta relação é conhecida por Lei de Bragg, dada na Equação 5 a seguir: <sup>45,46</sup>

$$n \lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta) \quad (5)$$

Onde  $\lambda$  é o comprimento de onda do feixe incidente,  $d_{hkl}$  é a distância interplanar entre planos do conjunto hkl,  $\theta$  é o ângulo entre o plano e o feixe difratado e n é a ordem de difração, sendo  $n = 1, 2, 3, \dots$ . Outra condição que precisa ser satisfeita é o fator de estrutura ser diferente de zero. Este valor está relacionado ao tipo de simetria da estrutura cristalina analisada. Dependendo da forma como os átomos estão posicionados no retículo cristalino com determinada simetria, pode ocorrer interferência destrutiva para alguns tipos de planos, não podendo ser detectados <sup>45-48</sup>.

Um perfil de difração consiste na variação da intensidade de sinal com o valor do ângulo de difração  $2\theta$ . O valor médio de intensidade é proporcional ao quadrado da amplitude da onda de raios X. Seu valor pode ser dado em energia/área/tempo (joules/m<sup>2</sup>/s) mas esta não é a forma mais usual de medida. Geralmente, mede-se o

número de fótons incidentes no detector. Quando há interferência construtiva, picos de intensidade são gerados para valores de  $2\theta$  <sup>46</sup>.

Há seis fatores que influenciam o valor do máximo de intensidade de um pico, sendo o fator de estrutura um deles. Outros fatores são: fator multiplicidade, fator polarização, fator de Lorentz, fator absorção e fator temperatura. O fator multiplicidade está relacionado com o número de planos que apresentam a mesma distância interplanar  $d$ . Para cristais cúbicos, o fator multiplicidade para os planos  $\{001\}$  e  $\{111\}$  é igual a 6 e 8, respectivamente. Os fatores Lorentz (L) e polarização (P) são geralmente analisados em um fator (Lorentz-Polarização). As equações 6, 7 e 8 mostram o fator Lorentz-polarização (equação 6) e suas parcelas separadamente (7 – fator de Lorentz e 8 – fator de Polarização) <sup>46,49</sup>.

$$LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos^2 \theta} \quad (6)$$

$$L = 1 / (4 \sin^2 \theta \cos \theta) \quad (7)$$

$$P = (1 + \cos^2 2\theta) / 2 \quad (8)$$

O fator de polarização considera o espalhamento do feixe por um elétron, enquanto o fator de Lorentz considera fatores trigonométricos. O fator absorção (A) está relacionado com a parcela de energia absorvida pela amostra. O fator temperatura ( $e^{-2M}$ ) é referente à vibração térmica dos átomos, sendo que M é função de várias variáveis e considera o deslocamento  $u$  sofrido pelos átomos. Um aumento na temperatura leva à maior agitação atômica, interferindo nas posições atômicas e gerando maior desordem no arranjo cristalino, levando à diminuição da intensidade do feixe difratado <sup>46,49</sup>.

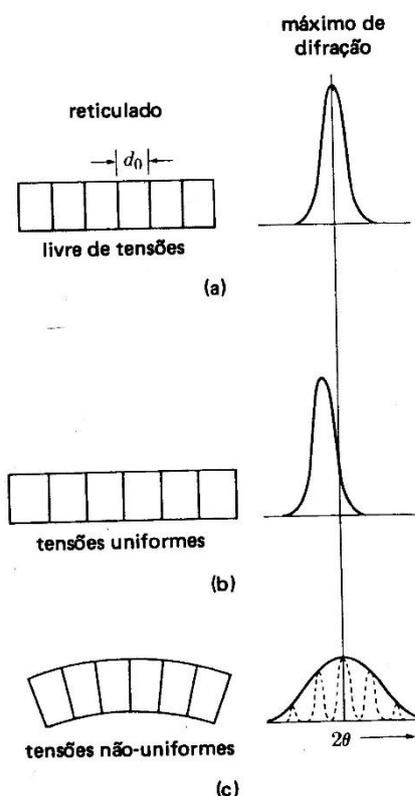
Como os feixes difratados são específicos para cada material e estrutura, pode-se identificar fases de materiais por meio da análise das posições dos picos no perfil de difração gerado pelo material analisado. Para tanto, existem fichas de materiais já analisados, conhecidas por fichas JCPDS (“Joint Committee on Powder Diffraction Standards”), que apresentam o perfil de difração com os determinados picos encontrados para determinado material, sua posição em  $2\theta$  e intensidade <sup>45,49</sup>.

Um perfil de difração de uma amostra fornece várias informações, além da identificação da(s) fase(s) presente(s). Por meio da análise da posição  $2\theta$  e da intensidade do pico, pode-se obter fatores microestruturais importantes no estudo de comportamentos mecânicos dos materiais. São estes: tamanho médio de cristalitos, microdeformações na rede cristalina, densidade média de discordâncias, características de discordâncias, entre outros <sup>48,50</sup>.

O tamanho de cristalito, microdeformações presentes na rede e fatores instrumentais do difratômetro podem acarretar alargamento dos picos de difração, sendo que a deformação também pode deslocar o valor  $2\theta$  para o qual ocorre o máximo de difração do pico. Em relação à definição de cristalito, não é encontrada um significado único na literatura. Porém, pode-se considerar corretamente que um cristalito é um domínio do material responsável por um sinal de difração coerente. Outra definição é considerar o comprimento de colunas de células unitárias normais aos planos difratantes. A diminuição no tamanho de cristalito acarreta maior alargamento do pico, pois permite maior dispersão dos valores máximos de difração <sup>50</sup>.

O encruamento é responsável pelo alargamento e deslocamento do pico de difração. A Figura 9 ilustra o efeito da presença de tensões no reticulado no perfil de um pico de difração.

Figura 9 - Efeito de tensões no pico de difração.

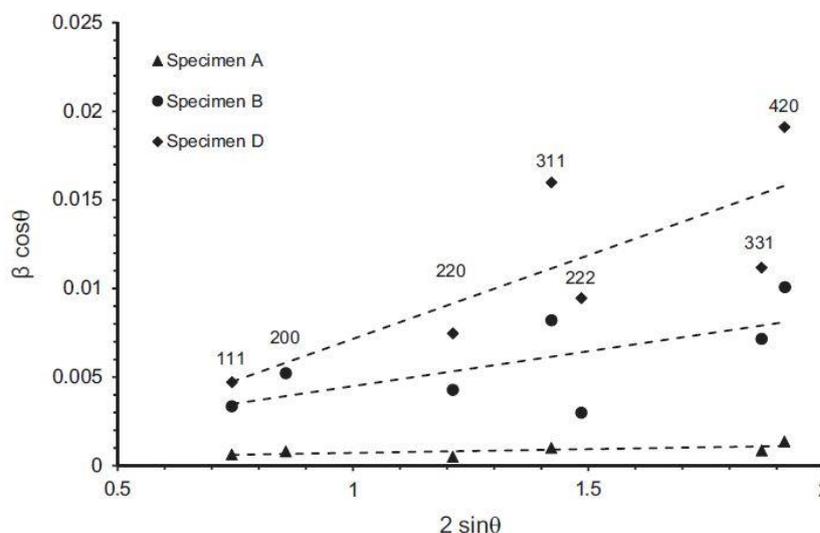


Fonte: PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de Análise Microestrutural**. Hemus, 2004.<sup>49</sup>

Por meio dessas alterações no perfil do pico de difração, é possível o cálculo da microdeformação e do tamanho de cristalito da amostra analisada<sup>50</sup>. Neste trabalho, estes dois parâmetros serão obtidos pelo método de Williamson–Hall. Este fornece o tamanho médio de cristalito ( $D$ ) e microdeformação ( $\epsilon$ ) por meio dos coeficientes linear e angular, respectivamente, da reta obtida ao construir um gráfico de  $2\sin\theta \times \beta\cos\theta$ , onde  $\beta$  é a largura integrada (área do pico) descontando-se os a largura instrumental e  $\theta$  é o ângulo de difração. Os valores dos eixos são calculados para cada pico de um mesmo difratograma. A Figura 10 ilustra um exemplo desse tipo de gráfico<sup>51,52</sup>.

Na Figura 10 pode-se notar os pontos referentes à cada pico de cada difratograma e o ajuste linear realizado para se obter os coeficientes. As equações utilizadas para a aplicação do método são abordadas no tópico 4.6.

Figura 10 - Exemplo de um gráfico  $2\text{sen}\theta \times \beta \cos\theta$  para cálculo dos valores de  $D$  e  $\varepsilon$  pelo método de Williamson–Hall.



Fonte: MICHLER, Thorsten et al. Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steels. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 628, p.252-261, mar. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.054>.<sup>52</sup>

### 3.5 ESTUDO *IN SITU* UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON

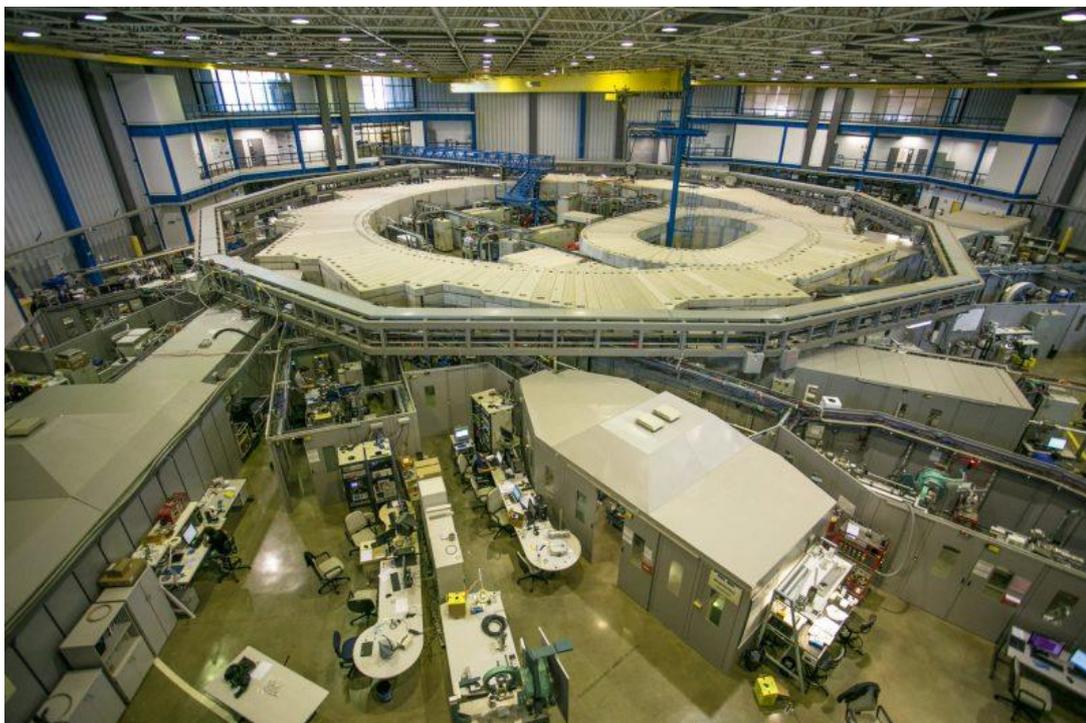
A radiação síncrotron possibilita o estudo *in situ* de vários fenômenos em diversos materiais. Para ligas metálicas submetidas à diversas condições térmicas e mecânicas, a radiação síncrotron permite o estudo microestrutural de uma amostra enquanto ela está submetida à tais condições<sup>45,46</sup>.

A radiação síncrotron é produzida quando elétrons em alta velocidade são defletidos pela aplicação de campo magnético em uma trajetória curvilínea. Como é uma carga elétrica, o elétron emite radiação tangencialmente à curva. Devido à velocidade, a energia gerada é da ordem de GeV. A alta intensidade de radiação produzida abrange do infravermelho até os raios X. Em relação a este último, apresenta diversas vantagens em comparação à um difratômetro convencional (tubo) como alta intensidade e tempo de coleta de difratograma. Um perfil de difração em um difratômetro comum leva cerca de 20 a 40 minutos para ser obtido. Ao utilizar radiação síncrotron, esse tempo cai para segundos, possibilitando o estudo *in situ*<sup>45,46</sup>.

O Brasil possui uma fonte de radiação síncrotron no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) pertencente ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), localizado na cidade de Campinas, São Paulo. Sua estrutura é

composta por: acelerador linear (Linac), acelerador injetor (“Booster”), rede magnética, anel de armazenamento e linhas de luz. A Figura 11 a seguir ilustra a estrutura do anel síncrotron do LNLS e as linhas de luz <sup>53</sup>.

Figura 11 - Estrutura do Anel Síncrotron e linhas de luz do LNLS.



Fonte: SUBMISSÃO de propostas de pesquisa para as linhas de luz do LNLS. Disponível em: <https://www.lnls.cnpem.br/submissao-de-propostas-de-pesquisa-para-as-linhas-de-luz-do-lnls/>. Acesso em: 24 fev. 2020.<sup>54</sup>

Na Figura 11, observa-se o “Booster” (anel interno), o anel de armazenamento e as cabanas das linhas de luz. Primeiramente, ocorre a emissão de um feixe de elétrons a partir de um cátodo. No canhão de elétrons, estes são acelerados por campos eletrostáticos. Então, o feixe é injetado no acelerador linear onde atinge velocidade próxima à da luz. Após esse processo, os elétrons são conduzidos ao “Booster” ou acelerador injetor (onde ocorre aumento da energia do feixe) com a utilização de uma linha de transporte de eletroímãs. Finalmente, os elétrons atingem o anel de armazenamento. A rede magnética é um conjunto de ímãs responsável por manter o feixe em trajetória circular nos anéis (“Booster” e armazenamento). No anel de armazenamento, a rede magnética possui três tipos de ímãs: dipolos, quadrupolos e sextupolos. Os dipolos são responsáveis pela deflexão dos elétrons, os quadrupolos realizam a focalização do feixe e os sextupolos corrigem aberração cromática devido

à atuação dos quadrupolos sobre um feixe com dispersão de energia finita. O anel de armazenamento é formado por superperíodos (seções em arco, conectadas entre si por trechos retos longos). O anel ainda possui dispositivos de inserção para provocar oscilações na trajetória do feixe <sup>53</sup>.

Após a produção do feixe, este é guiado para as linhas de luz, estações onde estão localizados os diversos equipamentos que utilizam o feixe produzido para realizar diversas análises <sup>55</sup>.

A linha XRD1 possui a estação XTMS (“X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation Station”). Nesta, é possível realizar experimentos de difração de raios X *in situ* durante ensaios de tração em diferentes temperaturas (100 a 1070K) utilizando um simulador termomecânico Gleeble®Synchrotron. Tal sistema é abordado em maiores detalhes na seção 4.5 <sup>56</sup>.

Neste trabalho, o estudo de difração *in situ* foi realizado em testes mecânicos de amostras de aço 316L produzidas por FLP e submetidas à baixas temperaturas (temperatura criogênica) e condições de hidrogenação.

### 3.6 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO HIDROGÊNIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS

Uma das principais aplicações de aços inoxidáveis se encontra na indústria petroquímica, na extração e transporte de petróleo e combustíveis <sup>9</sup>. Em tais ambientes, estruturas como dutos, vasos de pressão, compressores, entre outros, permanecem em contato com regiões ricas em hidrogênio (H), gerando um fenômeno conhecido por fragilização por hidrogênio devido à interação e difusão deste na estrutura metálica <sup>57</sup>. Este efeito deletério nas propriedades mecânicas dos aços gera diminuição da ductilidade e fratura com aspecto frágil, levando componentes à falha antes do estipulado em projeto, caso este fenômeno não seja considerado <sup>57-59</sup>.

Os mecanismos responsáveis por tal fenômeno ainda são estudados, sendo que não há somente uma única teoria a respeito <sup>60</sup>. Uma das teorias mais citadas na literatura é a Teoria da Plasticidade Localizada (HELP - “Hydrogen Enhanced Localized Plasticity”). Segundo esta, o hidrogênio em forma atômica auxilia no movimento de discordâncias, que podem se concentrar nas regiões de trincas, levando à plasticidade localizada naquela região <sup>60-62</sup>.

Outra teoria considera que o hidrogênio em forma atômica, quando presente na estrutura cristalina do metal, leva à uma diminuição da energia de ligação entre os átomos, levando ao rompimento da estrutura. Essa hipótese é conhecida por Decoção Induzida por Hidrogênio – (HID - “Hydrogen-Induced Decohesion ou HEDE – “Hydrogen-Enhanced Decohesion”). Na estrutura cristalina do material, há locais considerados “aprisionadores” de hidrogênio, ou seja, regiões onde é necessário maior energia para retirá-lo de tal local e possibilitar a continuidade de sua difusão pela estrutura. Exemplos de aprisionadores são contornos de grão, lacunas, inclusões, precipitados, discordâncias, maclas e interfaces. O mecanismo HID pode atuar nesses locais <sup>60-62</sup>.

O hidrogênio também pode levar a transformações de fase no material, fenômeno conhecido por HIPT (“Hydrogen-Induced Phase Transformation” – Transformação de Fase Induzida por Hidrogênio) <sup>62,63</sup>. Essa transformação pode ser dividida em dois grupos: formação de hidretos e transformação martensítica. O primeiro caso ocorre em materiais como zircônio (Zr), titânio, tântalo (Ta) e outros metais de transição. A formação de hidretos frágeis é responsável por um caminho de menor energia para a propagação de trincas e falha do material <sup>62</sup>. A transformação martensítica ocorre quando a austenita transforma-se em martensita  $\alpha'$ , estrutura CCC, e martensita  $\varepsilon$ , estrutura hexagonal compacta (HC) <sup>5</sup>. Estudos mostram que para materiais submetidos ao processo de hidrogenação que sofrem a transformação austenita  $\rightarrow$  martensita  $\alpha'$ , a fratura ocorre ao longo da fase martensítica <sup>62,63</sup>. Em aços que possuem transformação martensítica induzida por deformação, pode ocorrer aumento da resistência e ductilidade pelo efeito TRIP (“Transformation-Induced-Plasticity” - Plasticidade Induzida por Deformação). Esse fenômeno é observado em aços inoxidáveis austeníticos. A fase martensita  $\varepsilon$  na presença de hidrogênio pode aumentar a ductilidade do material <sup>62</sup>.

A interação do hidrogênio com lacunas é abordada pela teoria conhecida por “Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancy” (HESIV), ou seja, o aumento das lacunas induzidas por deformação pelo hidrogênio. As lacunas podem coalescer, levando à vazios na estrutura e diminuindo a resistência à propagação de trincas <sup>62,63</sup>.

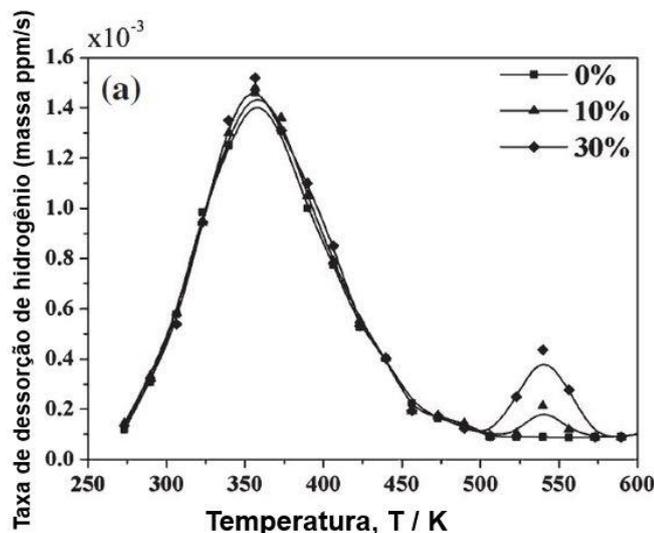
Os fenômenos descritos ocorrem para o hidrogênio difusível na estrutura do metal. Dessa forma, materiais com diferentes coeficientes de difusividade irão apresentar maiores ou menores efeitos de fragilização. Para o caso dos aços

inoxidáveis, a classe dos ferríticos apresenta maior susceptibilidade à fragilização por hidrogênio em relação aos austeníticos <sup>60</sup>. Isso ocorre porque a estrutura CCC dos ferríticos apresenta maior difusividade e menor solubilidade de hidrogênio em relação à fase CFC dos austeníticos. Assim, essa última classe é preferível para condições em que ocorre o contato de estruturas com o hidrogênio <sup>60,63,64</sup>.

Em relação à materiais produzidos por FLP, o efeito do hidrogênio ainda não é muito conhecido. Para o aço 316L, há estudos que mostram que quando hidrogenados pelo contato com ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), ocorre decaimento de parâmetros como limite de resistência à tração e deformação (LRT) <sup>65</sup>. Outro estudo em um aço 304L produzido por DED (utilizando pó metálico como material precursor e laser como fonte de calor) mostrou que não houve efeito significativo nas propriedades como LRT e deformação após exposição à atmosfera rica em hidrogênio (10 MPa) <sup>66</sup>.

A fim de analisar a quantidade de hidrogênio presente em uma amostra, o ensaio conhecido por TDA (“Thermal Desorption Analysis” – Análise de Dessorção Térmica) é muito utilizado. Neste ensaio, uma amostra previamente hidrogenada é aquecida a determinada taxa de aquecimento até altas temperaturas (geralmente, analisa-se o fenômeno de dessorção entre 300 – 1000 K). Nesse processo, o hidrogênio difusível na estrutura é facilmente liberado e o que se encontra em sítios de aprisionamento são liberados em maiores temperaturas. Ao construir um gráfico temperatura x taxa de dessorção, picos são gerados quando o hidrogênio é liberado desses locais. A Figura 12 a seguir ilustra um exemplo de gráfico gerado por um ensaio de TDA <sup>66,67</sup>.

Figura 12 - Exemplo gráfico de variação de taxa de dessorção de H com a temperatura – ensaio TDA.



Fonte: Adaptado de PARK, Il-jeong; JUNG, Jae-gil; JO, Seo Yeon; LEE, Sang-min; LEE, Young-kook. The Effect of Pre-Strain on the Resistance to Hydrogen Embrittlement in 316L Austenitic Stainless Steel. **Materials Transactions**, [s.l.], v. 55, n. 6, p.964-970, 2014. Japan Institute of Metals. <http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.m2014036>.<sup>67</sup>

Na Figura 12, nota-se os picos de dessorção em diferentes graus de pré-deformação para um aço 316L. Para a condição sem pré-deformação, nota-se somente um pico relacionado à dessorção do hidrogênio em locais como contornos de grão e discordâncias. Já nas amostras pré-deformadas, observa-se um segundo pico de menor intensidade em maiores temperaturas. Este é ligado à dessorção em maclas formadas durante a deformação<sup>66,67</sup>.

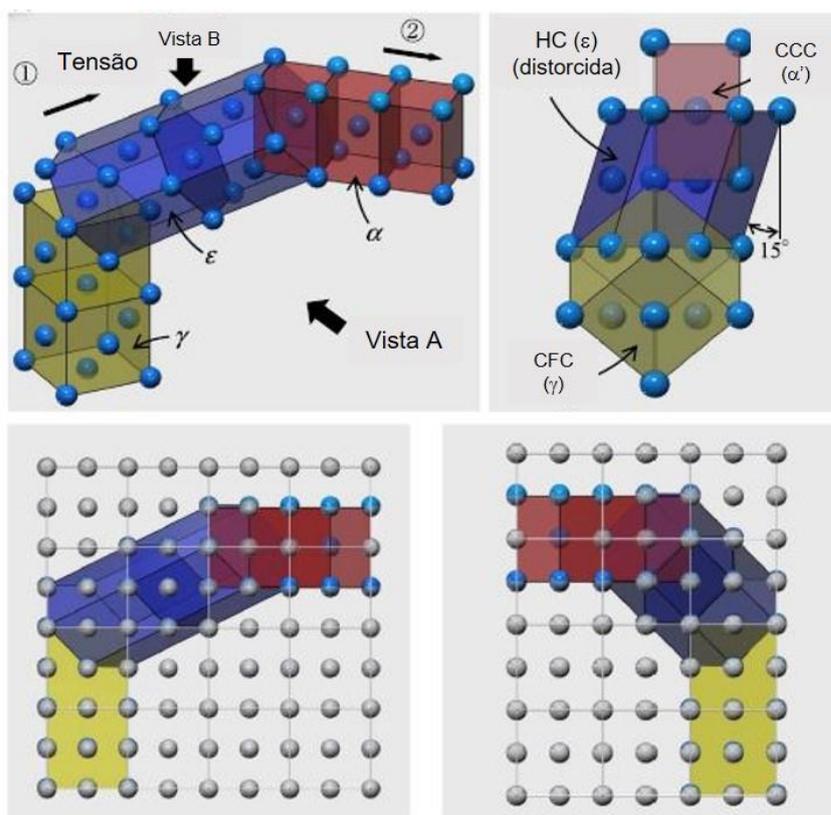
O estudo do efeito do hidrogênio em aços inoxidáveis austeníticos leva geralmente a observação da teoria HIPT. Como componentes hidrogenados são comumente solicitados mecanicamente, o entendimento da martensita formada por deformação e do efeito TRIP é necessário.

### 3.7 MARTENSITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO

A transformação martensítica é classificada como não difusional. Isto ocorre porque a transformação austenita → martensita decorre pelo cisalhamento da rede CFC da austenita, havendo movimento ordenado de átomos para novas posições<sup>5</sup>. Essa fase pode ser formada por têmpera, conhecida por martensita  $\alpha$  com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), ou por deformação<sup>68</sup>. Há dois tipos de estrutura

martensítica induzida por deformação: a primeira é do tipo cúbica de corpo centrado (CCC) – martensita  $\alpha'$ , e a segunda possui estrutura hexagonal compacta – martensita  $\varepsilon$  <sup>5,6,68</sup>. A rede CFC da austenita possui relação com a rede HC e CCC da martensita  $\varepsilon$  e  $\alpha'$ , respectivamente, conforme a Figura 13 <sup>69</sup>.

Figura 13 - Relação entre as redes CFC (austenita), HC (martensita  $\varepsilon$ ) e CCC (martensita  $\alpha'$ ).



Fonte: Adaptado de OKAYASU, Mitsuhiro; TOMIDA, Sai. Phase transformation system of austenitic stainless steels obtained by permanent compressive strain. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 684, p. 712-725, jan. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.101>.<sup>69</sup>

A Figura 13 ilustra o processo de formação da martensita  $\varepsilon$  a partir da deformação aplicada (indicada pela seta de tensão) na rede CFC da austenita. Aplicando-se maiores níveis de deformação, nota-se distorção da estrutura HC e formação da estrutura da martensita  $\alpha'$ . Dessa forma, relaciona-se a transformação  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  <sup>69,70</sup>. No entanto, a fase  $\alpha'$  pode ser formada a partir da fase austenita. Neste caso, a relação de planos e direções é dada por:  $(1\ 1\ 1)_\gamma // (0\ 1\ 1)_{\alpha'}$  e  $[1\ \bar{1}\ 0]_\gamma // [1\ \bar{1}\ 0]_{\alpha'}$  <sup>6</sup>.

A estrutura HC da martensita  $\varepsilon$  forma-se a partir dos planos (1 1 1) da austenita e exceto pelo tamanho, sua morfologia é muito similar à maclas de deformação e arranjos de falha de sequência de empilhamento. A Figura 14 mostra a formação de  $\alpha'$  em sítios preferenciais de  $\varepsilon$  e a morfologia dessas fases. As relações encontradas na literatura para a austenita e a martensita  $\varepsilon$  são:  $(1\ 1\ 1)_\gamma // (0\ 0\ 0\ 1)_\varepsilon$  e  $[1\ \bar{1}\ 0]_\gamma // [1\ \bar{2}\ 1\ 0]_\varepsilon$ . As variações volumétricas encontradas para as transformações  $\gamma \rightarrow \alpha'$  e  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  são expansão volumétrica de 2,57% e contração volumétrica de 1,12%, respectivamente <sup>6</sup>.

Figura 14 - Morfologia das fases martensíticas  $\alpha'$  e  $\varepsilon$ .



Fonte: SOLEIMANI, Maryam; KALHOR, Alireza; MIRZADEH, Hamed. Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: a review. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 795, p. 140023, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.140023>.<sup>70</sup>

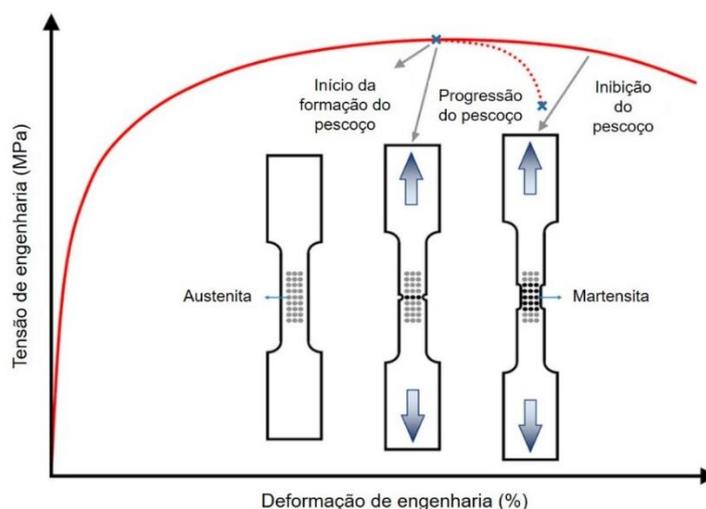
A formação da martensita por tratamento térmico ocorre atingindo-se uma temperatura mínima conhecida por  $M_s$  ("Martensite start"). Esta temperatura depende dos elementos de liga dos aços. Para os aços inoxidáveis austeníticos, essa temperatura se encontra abaixo da temperatura ambiente <sup>68</sup>. Devido a isto, esses aços não são endurecíveis por tratamento térmico.

Esse tipo de martensita (formada pelo resfriamento) geralmente eleva tensões de escoamento e LRT, porém diminui a ductilidade do material. Isso ocorre porque essa fase é supersaturada em carbono (sendo mais frágil) e sua morfologia leva ao endurecimento do material (é uma barreira ao movimento de discordâncias). Porém, a martensita também pode ser formada durante o processo de deformação. Como

citado anteriormente, essa transformação é não difusional e gera tensões na rede por variação volumétrica. Alguns materiais apresentam formação dessa fase quando deformações são aplicadas <sup>5,6,68,71</sup>.

Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam esse efeito pois a austenita presente na microestrutura pode originar a martensita. Quando sua formação é dada pelo processo de deformação, a fase é denominada “martensita induzida por deformação”. Nesses casos, sua formação é benéfica ao material pois eleva os valores de tensão suportados e também promove maior ductilidade. Esse fenômeno é conhecido por efeito TRIP (“Transformation-Induced Plasticity” – Plasticidade Induzida por Deformação). O aumento da resistência mecânica se dá pela formação da martensita à frente da trinca e na região de formação do pescoço, aumentando a resistência do material sem a perda de ductilidade <sup>71</sup>. A Figura 15 ilustra o processo de inibição da formação de pescoço devido à transformação martensítica na área próxima à região onde se dará a fratura em um corpo de prova - e o efeito desse processo na curva de tensão-deformação do material <sup>70</sup>.

Figura 15 - Ilustração esquemática do efeito TRIP durante a deformação.



Fonte: Adaptado de SOLEIMANI, Maryam; KALHOR, Alireza; MIRZADEH, Hamed. Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: a review. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 795, p. 140023, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.140023>.<sup>70</sup>

Existem estudos que relacionam a formação da martensita  $\alpha'$  com a composição do material. No entanto, essa relação não é muito aplicada para a transformação de martensita  $\epsilon$ . A ocorrência dessa fase é dependente da EDE. Em ligas com baixa EDE, como os aços inoxidáveis austeníticos, a formação dessa fase

é geralmente observada. De modo geral, a fração de martensita ( $\alpha'$  e  $\varepsilon$ ) formada aumenta com o aumento da deformação, diminuição da temperatura e aumento da velocidade de deformação <sup>6</sup>.

### 3.8 ESTUDO DE DEFORMAÇÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS EM BAIXAS TEMPERATURAS

O estudo do desempenho de materiais em altas e baixas temperaturas é de extrema importância para a correta aplicação dos mesmos. Variações na temperatura alteram propriedades como módulo elástico, limite de resistência, ductilidade, tenacidade à fratura e condutividade e expansão térmica. Quando solicitados em temperaturas baixas e negativas, o comportamento mecânico dos materiais empregados muda, podendo levar a diversos acidentes por falha mecânica inesperada. Aplicações em temperaturas negativas incluem indústria aeroespacial, aplicações marítimas em alta profundidade e processos de conformação <sup>72</sup>.

O conceito de baixa temperatura geralmente é dado como uma temperatura  $T < 0,5T_M$ , sendo  $T_M$  a temperatura de fusão do metal estudado em Kelvin. Este valor também pode ser igual a  $T < 0,3 T_M$  para materiais em que a recuperação não é um processo possível e os sistemas de deslizamento são restritos. Porém, por essa definição, a temperatura ambiente seria considerada baixa devido ao alto ponto de fusão da maioria dos materiais metálicos. Dessa forma, é consenso considerar temperaturas baixas como temperaturas negativas ou temperaturas criogênicas para muitos estudos. O termo “temperatura criogênica” é empregado em condições de temperatura abaixo de 120 K (-153 °C) <sup>72</sup>.

A fim de se estudar o comportamento de materiais em temperatura criogênica, testes de tração e compressão podem ser realizados com o auxílio de substâncias líquidas que apresentam temperaturas de ponto de fusão negativas. Dessa forma, o ensaio pode ser realizado em baixas temperaturas com a utilização de um banho que forneça a temperatura necessária tanto para amostra como para o sistema de tração em contato com esta. A Tabela 3 a seguir traz substâncias utilizadas para simulação de ambientes de baixas temperaturas em ensaios de tração e as respectivas temperaturas utilizadas em ensaio. Todas as temperaturas são dadas a 1 atm (0,1 MPa) <sup>72</sup>.

Em relação aos aços inoxidáveis ferríticos, estes apresentam o fenômeno de transição dúctil-frágil devido à estrutura CCC. Isto é, em determinada temperatura, o comportamento de um aço dessa classe muda drasticamente de frágil (baixas temperaturas) para dúctil (altas temperaturas). Geralmente, a temperatura de transição se encontra acima da temperatura ambiente para essa classe, tornando seu uso não indicado para serviço em temperaturas criogênicas <sup>2</sup>.

Os aços inoxidáveis austeníticos não apresentam tal transição. Dessa forma, são mais indicados para aplicações criogênicas. Esta classe possui a possibilidade de transformações de fase durante a deformação em baixas temperaturas devido à microestrutura austenítica. As transformações induzidas por deformação podem levar à maior tenacidade <sup>2,5,6,68</sup>.

Tabela 3 - Substâncias utilizadas para ensaios mecânicos em temperaturas negativas.

Substância	Temperatura (°C)
Isobutano	-10
Propano	-42
Dióxido de carbono	-78
Metanol	-98
Iso-pentano	-160
Metano	-161
Oxigênio	-182,9
Nitrogênio	-195,7
Neônio	-245,8
Hidrogênio	-252,6

Fonte: Adaptado de WALSH, R. P. Tension and compression testing at low temperatures. In: **ASM Metals Handbook 8: Mechanical testing and evaluation**. ASM International, v. 8, 2004. p. 389.<sup>72</sup>

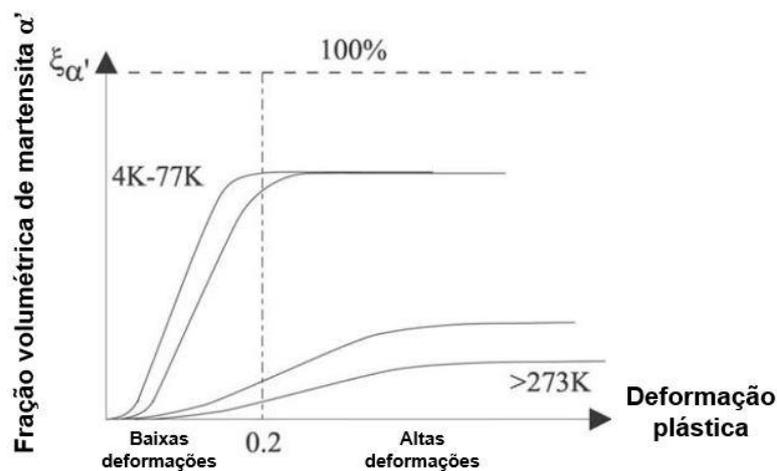
Porém, pode-se observar aumento de resistência mecânica tanto em ligas com estrutura CFC como CCC e HC <sup>73</sup>. Em baixas temperaturas, o mecanismo

atuante de deformação pode mudar. Uma vez que o escorregamento de discordâncias se encontra dificultado ou saturado, outros sistemas de deslizamento podem atuar. As baixas temperaturas dificultam a recuperação dinâmica do material, elevando os níveis de tensão apresentados. A deformação por maclagem ocorre como mecanismo de deformação alternativo, levando à maiores níveis de deformação. Transformações de fases induzidas por deformação também influenciam a deformação <sup>73-75</sup>.

Um efeito observado em alguns casos em que níveis severos de deformação são aplicados é o refino da estrutura cristalina após deformação em temperaturas criogênicas. O efeito de tais níveis de deformação são conhecidos por SPD (“severe plastic deformation” – deformação plástica severa). A formação de maclas pode operar como mecanismo adicional ao refino microestrutural <sup>73,75,76</sup>.

Estudos realizados para o aço 316L mostram que a martensita induzida por deformação já ocorre em temperatura ambiente, porém, a fração volumétrica dessa fase é maior para ensaios conduzidos em temperatura criogênica e aumenta com o aumento da tensão aplicada. A Figura 16 ilustra graficamente a variação da fração volumétrica de martensita em diferentes temperaturas e níveis de deformação aplicados. A Figura 17 mostra medidas de porcentagem de martensita realizadas em temperatura ambiente para ensaios realizados em temperatura ambiente (Figura 17a) e a 77 K (-196 °C) (Figura 17b) para o aço 316L <sup>77</sup>.

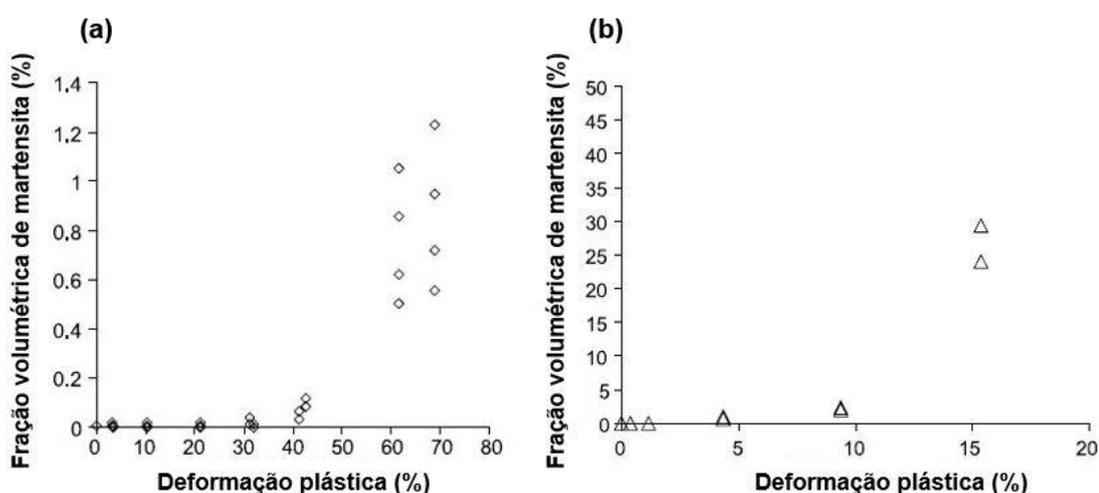
Figura 16 - Variação da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  com a temperatura e deformação.



Fonte: Adaptado de GARION, Cédric; SKOCZEŃ, Błażej; SGOBBA, Stefano. Constitutive modelling and identification of parameters of the plastic strain-induced martensitic transformation in 316L stainless steel at cryogenic temperatures. **International Journal Of Plasticity**, [s.l.], v. 22, n. 7, p.1234-1264, jul. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2005.08.002>.<sup>77</sup>

Analisando-se a Figura 16, nota-se as maiores frações volumétricas para as temperaturas criogênicas (4 K - 77 K) em relação à temperatura ambiente (273 K). Também ocorre o aumento da fração volumétrica com o aumento da deformação. Na Figura 17a, nota-se níveis baixos de fração de martensita (máximo de 1,4% aproximadamente) para altos níveis de deformação plástica (até 70%) em temperatura ambiente. Já para o ensaio em temperatura criogênica (Figura 17b), nota-se níveis muito maiores de martensita (até 35% aproximadamente) em menores porcentagens de deformação plástica (até 15% aproximadamente).

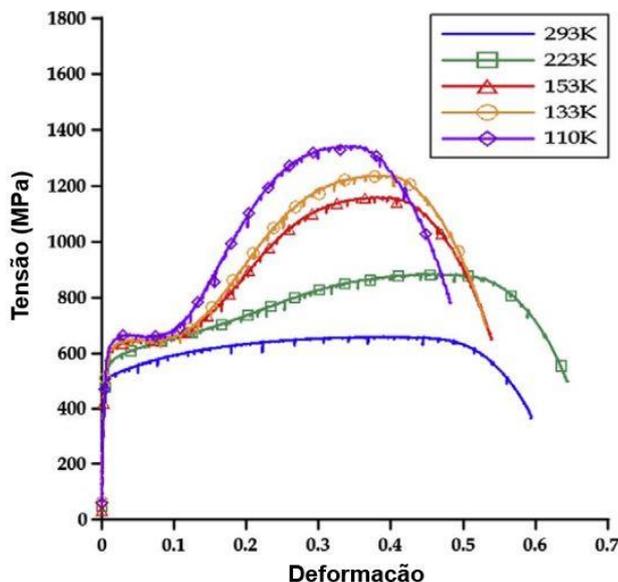
Figura 17 - Variação da quantidade de martensita  $\alpha'$  formada com a deformação plástica para ensaios em temperatura ambiente (a) e a 77 K (b).



Fonte: Adaptado de GARION, Cédric; SKOCZEŃ, Błażej; SGOBBA, Stefano. Constitutive modelling and identification of parameters of the plastic strain-induced martensitic transformation in 316L stainless steel at cryogenic temperatures. **International Journal Of Plasticity**, [s.l.], v. 22, n. 7, p.1234-1264, jul. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2005.08.002>.<sup>77</sup>

A Figura 18 a seguir ilustra curvas de tensão x deformação para o aço 316L deformado à uma taxa de deformação de  $1,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  em diferentes temperaturas.

Figura 18 - Curvas tensão x deformação para o aço 316L deformado à uma taxa de  $1,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  em diferentes temperaturas.



Fonte: Adaptado de PARK, Woong Sup; YOO, Seong Won; KIM, Myung Hyun; LEE, Jae Myung. Strain-rate effects on the mechanical behavior of the AISI 300 series of austenitic stainless steel under cryogenic environments. **Materials & Design**, [s.l.], v. 31, n. 8, p.3630-3640, set. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2010.02.041>.<sup>78</sup>

Em temperatura ambiente (293 K), observou-se os menores níveis de tensão durante o ensaio para todo o conjunto de amostras. Em aproximadamente  $-50 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (223 K), houve aumento do LRT e da deformação relacionado a transformações de fase induzidas por deformação. A partir dessa temperatura, houve aumento do LRT, mas diminuição da deformação. Nesses casos, observou-se o encruamento do material <sup>78</sup>.

Em relação às peças produzidas por MA que irão ser solicitadas em temperaturas criogênicas, estudos ainda estão sendo realizados. Como as possibilidades de processos de MA são muitas, diferentes propriedades podem ser obtidas. Dessa forma, o estudo em condições criogênicas para entendimento da performance de peças fabricadas pelos diferentes processos de MA ainda está em processo <sup>79</sup>.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 FABRICAÇÃO DAS AMOSTRAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L POR FLP E CORTE DE AMOSTRAS DE AISI 316L LAMINADO.

As amostras de MA de aço AISI 316L foram fabricadas no Departamento de Engenharia e Ciência dos Materiais da Ohio State University, Estados Unidos. O processo foi realizado em equipamento Mlab cusing R Concept Laser (Figura 19) da marca GE Additive para processo FLP. O desenho do corpo de prova foi desenvolvido em programa 3D CAD (SolidWorks) e exportado em formato “.stl”. Este arquivo foi então importado para um programa específico (Magics<sup>®</sup>) para que o modelo 3D fosse dividido em camadas para a realização do processo de MA sobre um substrato metalurgicamente compatível. A Figura 20 ilustra o modelo de corpo de prova e suas medidas em mm.

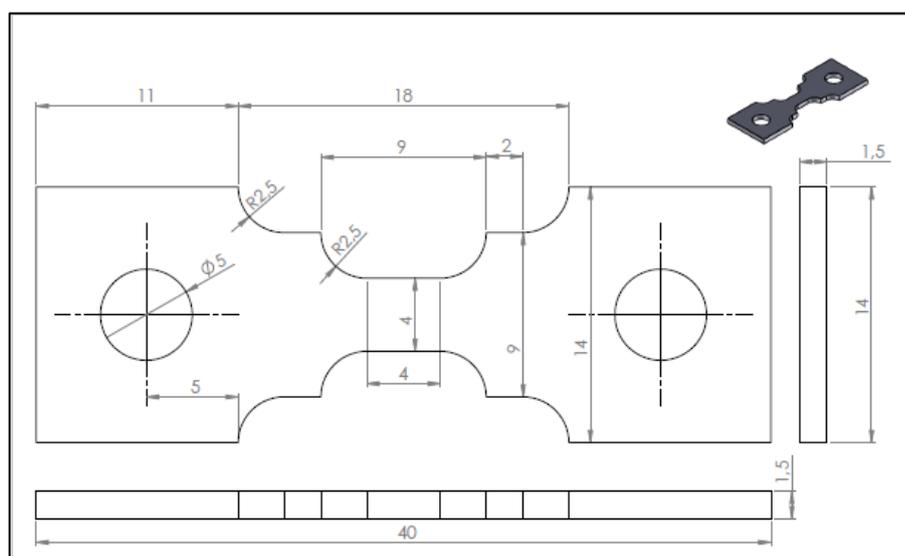
O modelo indicado na Figura 20 apresenta região útil com comprimento de 4 mm, largura de 4 mm e espessura de 1,5 mm (região central). As extremidades com furos são confeccionadas para fixação nas garras do equipamento de tração. O modelo ilustrado foi desenvolvido especialmente para ser utilizado em suporte para ensaio em temperaturas criogênicas no simulador termomecânico Gleeble 3S50<sup>®</sup>, utilizado no LNLS, em Campinas, SP (abordado na seção 4.5).

Figura 19 - Mlab cusing R Concept Laser para FLP, marca GE.



Fonte: MLAB R. Disponível em: <https://www.ge.com/additive/additive-manufacturing/machines/dmlm-machines/mlab-r>. Acesso em: 22 fev. 2020.<sup>80</sup>

Figura 20 - Modelo dos corpos de prova utilizados para os ensaios de tração – dimensões em mm.



Fonte: SENRA, A. L. T. **In situ study of AISI 304 and AISI 430 stainless steel using synchrotron light**. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento e Caracterização de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa, p. 61. 2019.<sup>75</sup>

O pó utilizado no processo foi fornecido pela própria GE, com composição química referente ao aço 316L. A Tabela 4 a seguir traz os valores de porcentagem em peso do pó metálico utilizado.

Tabela 4 - Composição química do pó utilizado no processo de FLP (% em peso).

Elemento	Quantidade
Cr	16,5 – 18,5
Ni	10,0 – 13,0
Mo	2,0 – 2,5
Mn	0 – 2,0
Si	0 – 1,0
P	0 – 0,045
C	0 – 0,030
S	0 – 0,030
Fe	Balanço

Fonte: MANUFACTURING powders. GE Additive 316L. Disponível em: <https://www.ge.com/additive/additive-manufacturing/powders>. Acesso em: 22 fev. 2020.<sup>81</sup>

A distribuição do tamanho de partícula para o pó utilizado, fornecido pela GE, varia entre 15 e 50  $\mu\text{m}$  com tamanho médio (meio da distribuição do tamanho de partículas) de 35 a 40  $\mu\text{m}$ . Os parâmetros de processo utilizados estão expostos na Tabela 5 a seguir.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados no processo de fabricação das amostras de aço 316L por FLP.

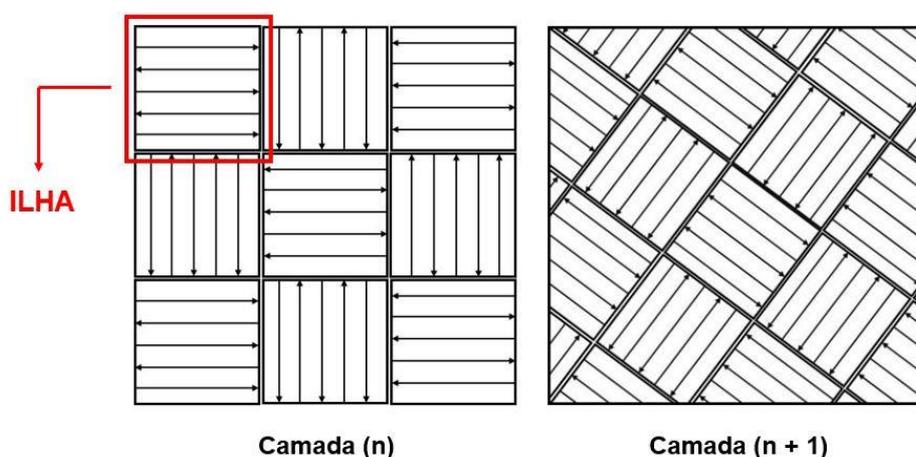
Parâmetro	Valor
Potência do laser	100 W
Velocidade de varredura do laser	1000 mm/s
Diâmetro do laser	40 $\mu\text{m}$
Distância entre filetes (“hatch spacing”)	40 $\mu\text{m}$
Espessura de camada	30 $\mu\text{m}$
Gás inerte	Argônio
Pressão da câmara	< 0,2 psi

Fonte: A autora.

A estratégia de varredura do laser utilizada foi a formação de estruturas conhecidas por “ilhas”. Estas estruturas consistem em pequenas áreas onde o laser

segue um padrão de varredura. Na área adjacente, o sentido de varredura do laser muda. As ilhas foram construídas com sentido de varredura mudando em  $90^\circ$  uma em relação a outra e com tamanho de  $5\text{mm} \times 5\text{mm}$ . Para que cada estrutura de ilha não se encontrasse exatamente sobre a mesma posição da ilha da camada anterior, o sentido de impressão foi rotacionado em  $37^\circ$  de uma camada para outra. A Figura 21 a seguir mostra um desenho esquemático de uma sequência de duas camadas e as estruturas de ilhas <sup>15</sup>.

Figura 21 - Desenho esquemático da estratégia de varredura do laser.



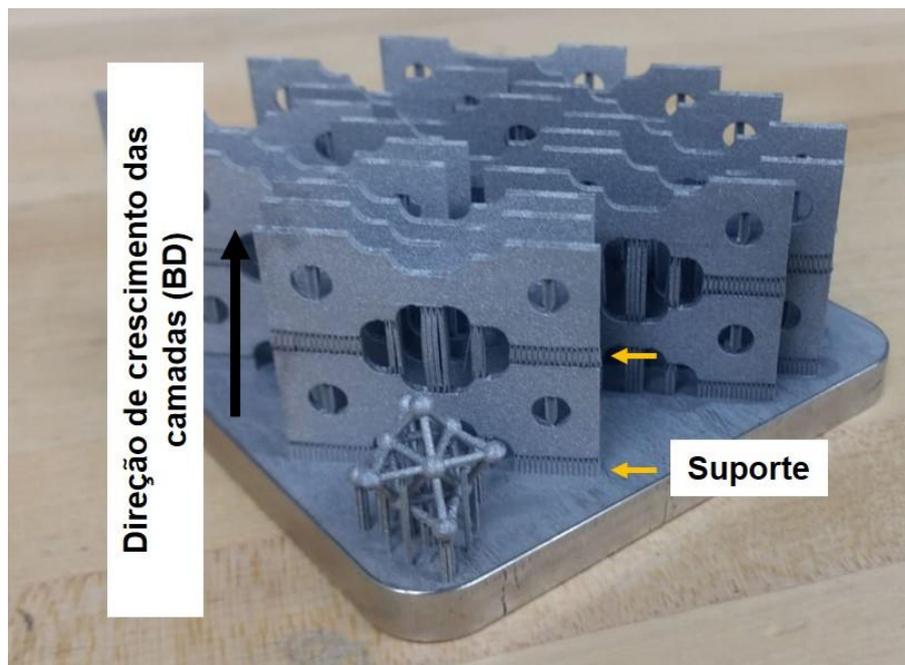
Fonte: A autora.

As amostras foram fabricadas com o comprimento do corpo de prova na horizontal em relação à placa de aço 316L usada como substrato para a “impressão” das camadas. Na Figura 22 são apresentadas as amostras após a impressão, antes da retirada do suporte. A direção do crescimento das camadas é indicada.

Pode-se notar que foi impresso suportes com aspecto “fibroso”, compostos por 316L, para sustentação das amostras superiores e para facilitar a retirada das amostras da placa.

Para comparação microestrutural e mecânica, foram cortadas amostras provenientes de uma chapa de AISI 316L comercial, no mesmo formado e medidas apresentados na Figura 20. Os cortes foram realizados com jato d’água.

Figura 22 - Corpos de prova do aço 316L MA após confecção.



Fonte: A autora.

#### 4.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURAL

Realizou-se a análise química das amostras provenientes da chapa e do processo de FLP utilizando-se um espectrômetro de emissão ótica marca AMETEK, modelo SPECTROMAXx. O equipamento pertence ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), localizado no CNPEM.

A caracterização microestrutural das amostras (MA e laminado) foi realizada por meio de metalografias. Para tanto, lixou-se as amostras em lixas de 80 a 1200 mesh e realizou-se o polimento manual com suspensão de diamante com tamanho de partícula de  $1\mu\text{m}$ . Para a revelação a microestrutura das amostras, fez-se um ataque eletrolítico utilizando um sistema com fonte de controle de voltagem marca QJE, modelo QJ3003XIII. Uma cuba foi ligada ao polo negativo da fonte e a amostra no polo positivo. Na cuba, utilizou-se solução composta por 60% de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) e 40% água. Com o auxílio de uma garra tipo “jacaré”, mergulhou-se a amostra na solução, obtendo-se a passagem de corrente elétrica e o polimento da mesma. A voltagem utilizada foi de 20V e o tempo de imersão foi de 15 segundos. Após esta

etapa, para as amostras de MA sem tratamento térmico, realizou-se imersão por 10 segundos em ácido fluorídrico (HF) em água (10% em volume de ácido fluorídrico).

Para a análise de porosidade, realizou-se as medidas pelo método de Arquimedes utilizando-se água e balança analítica.

#### 4.3 TRATAMENTO TÉRMICO

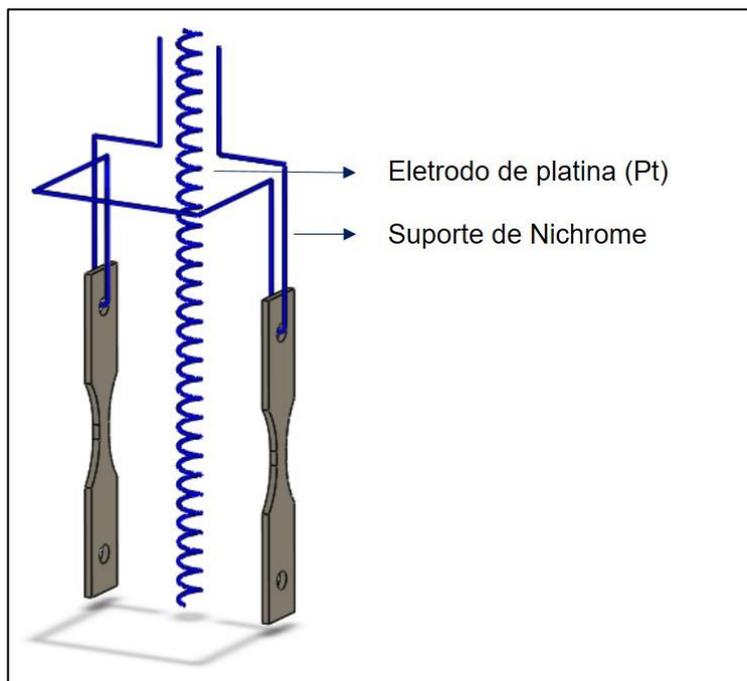
A fim de se estudar o comportamento microestrutural e mecânico das amostras produzidas por FLP, realizou-se um tratamento de recozimento. O tratamento foi realizado em forno tubular, a 1100 °C por 1 hora, sob vácuo. O resfriamento foi realizado em água. Para os corpos de prova provenientes da chapa, realizou-se alívio de tensões por 15 minutos, a 1100 °C.

#### 4.4 PROCEDIMENTO PARA HIDROGENAÇÃO DAS AMOSTRAS

Para realizar o processo de hidrogenação das amostras, estas foram lixadas até 1200 mesh. Foram hidrogenadas amostras nas seguintes condições: 316L MA como fabricado, 316L MA tratado termicamente e 316L laminado.

A hidrogenação realizada é do tipo eletroquímica por carregamento catódico. Para isso, utilizou-se solução composta por 5,5 ml de ácido sulfúrico e 0,01 g de trióxido de arsênio ( $As_2O_3$ ) em 1 L de água deionizada. A solução é inserida em um béquer, onde é possível hidrogenar duas amostras por ciclo. O procedimento foi realizado em capela devido à toxicidade do trióxido de arsênio. As amostras foram posicionadas dentro do béquer com um arame de Nichrome e um eletrodo de platina dobrado em formato helicoidal, na posição central. A Figura 23 ilustra um desenho esquemático do suporte de Nichrome e o eletrodo de platina (Pt), com as amostras devidamente posicionadas <sup>82</sup>.

Figura 23 - Desenho esquemático do sistema de hidrogenação.

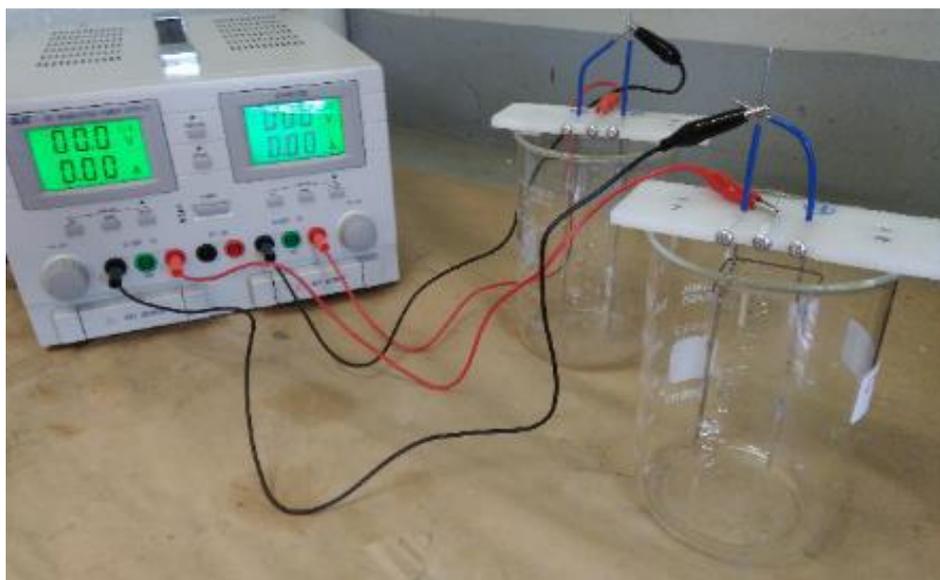


Fonte: A autora.

Com as amostras devidamente posicionadas dentro do béquer com a solução, conectou-se o sistema à uma fonte com controle de corrente (mesma marca e modelo da utilizada para ataque eletrolítico). Com o sistema operante, manteve-se a densidade de corrente em  $20 \text{ mA/cm}^2$  por um período de 84 horas (3,5 dias). A solução e densidade de corrente foram escolhidos com base em trabalhos da área, somente o tempo foi reduzido de 7 para 3,5 dias devido ao tamanho da amostra<sup>82-84</sup>. A Figura 24 mostra o sistema montado. Utilizou-se um “nobreak” para evitar possível queima da fonte e para manter o processo de hidrogenação ininterruptamente em caso de queda de energia.

Realizou-se a hidrogenação de duas amostras de cada condição, totalizando três ciclos. Ao final do processo, as amostras foram retiradas do sistema, lavadas e mantidas em nitrogênio líquido a fim de evitar perda de hidrogênio. As amostras foram mantidas por no máximo 7 dias até a realização dos ensaios mecânicos.

Figura 24 - Sistema utilizado para hidrogenação catódica.



Fonte: A autora.

#### 4.5 TESTES MECÂNICOS COM DIFRAÇÃO DE RAIOS X *IN SITU*

Os testes de tração foram conduzidos no simulador termomecânico Gleeble 3S50® pertencente à estação XTMS da linha XRD1 do LNLS, CNPEM. Foram separados dois grupos de amostras para o estudo da influência do hidrogênio e da deformação criogênica. As Figuras 25 e 26 a seguir ilustram dois fluxogramas, um para cada grupo de amostras, e as condições de ensaio escolhidas para cada grupo.

Figura 25 - Fluxograma de condições experimentais para ensaios mecânicos – estudo do efeito do hidrogênio.



Fonte: A autora.

Figura 26 - Fluxograma de condições experimentais para ensaios mecânicos – estudo da deformação criogênica.

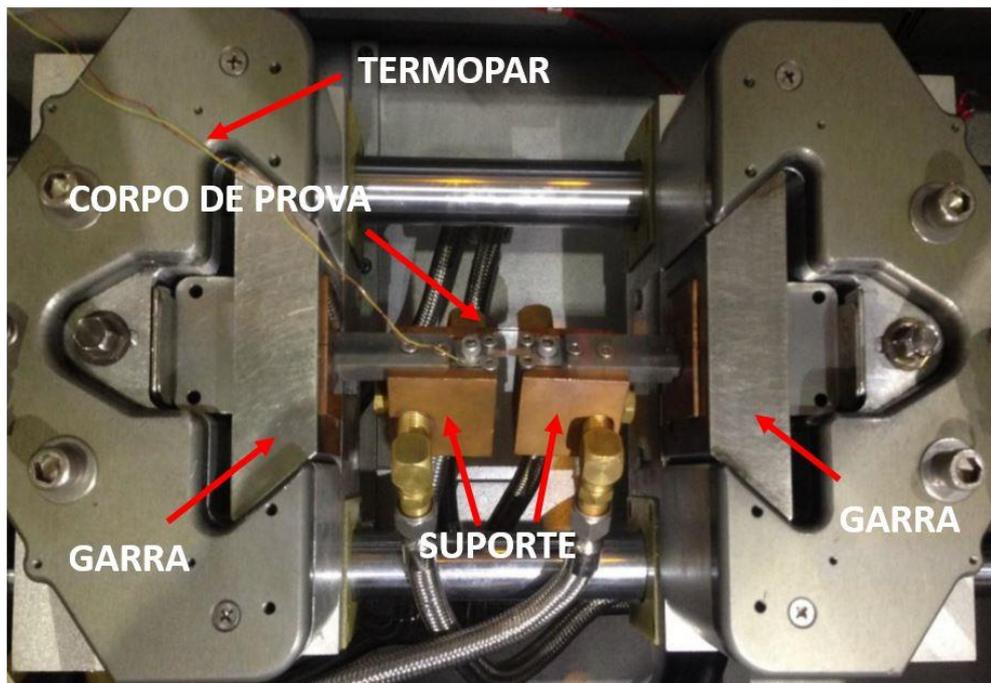


Fonte: A autora.

A taxa de deformação utilizada para os ensaios foi igual a  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . O alongamento é controlado por meio do deslocamento das garras ou utilizando-se um dilatômetro a laser. A Figura 27 ilustra o conjunto de garras do equipamento com a amostra posicionada para o ensaio de tração. Os blocos do suporte são fabricados de cobre e são ocos para a passagem de nitrogênio líquido oriundo das mangueiras. Para o controle de temperatura, há uma entrada para um termopar que é soldado na amostra.

Os ensaios em temperatura criogênica foram realizados pela passagem de nitrogênio líquido pelos suportes resfriadores de cobre com a medição e controle da temperatura pelo termopar soldado diretamente no corpo de prova. Para os ensaios com controle de temperatura (-50 °C e -100 °C), o sistema era programado para passagem de corrente elétrica pela amostra para que esta aquecesse (mesmo em temperatura negativa) por efeito Joule. Dessa forma, a temperatura poderia ser controlada de aproximadamente -150 °C a -190 °C para -100 °C e -50 °C.

Figura 27 - Suporte desenvolvido para ensaio de tração em temperatura criogênica no simulador termomecânico Gleeble 3S50®.



1. Fonte: Adaptado de SENRA, A. L. T. **In situ study of AISI 304 and AISI 430 stainless steel using synchrotron light**. 2019. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento e Caracterização de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa. 2019.<sup>75</sup>

Os dados do ensaio foram fornecidos em força (F) e alongamento ( $\Delta L$ ). Para a construção das curvas tensão x deformação de engenharia, utilizou-se a Equação 9 e a Equação 10 a seguir:

Tensão de engenharia:

$$\sigma_e = F / A_0 \quad (9)$$

Deformação de engenharia:

$$\varepsilon_e = \Delta L / L_0 \quad (10)$$

Onde:

$\sigma_e$ : Tensão de engenharia;

$\varepsilon_e$ : Deformação de engenharia;

F: carga aplicada;

$A_0$ : Área da seção transversal inicial da região útil do corpo de prova;

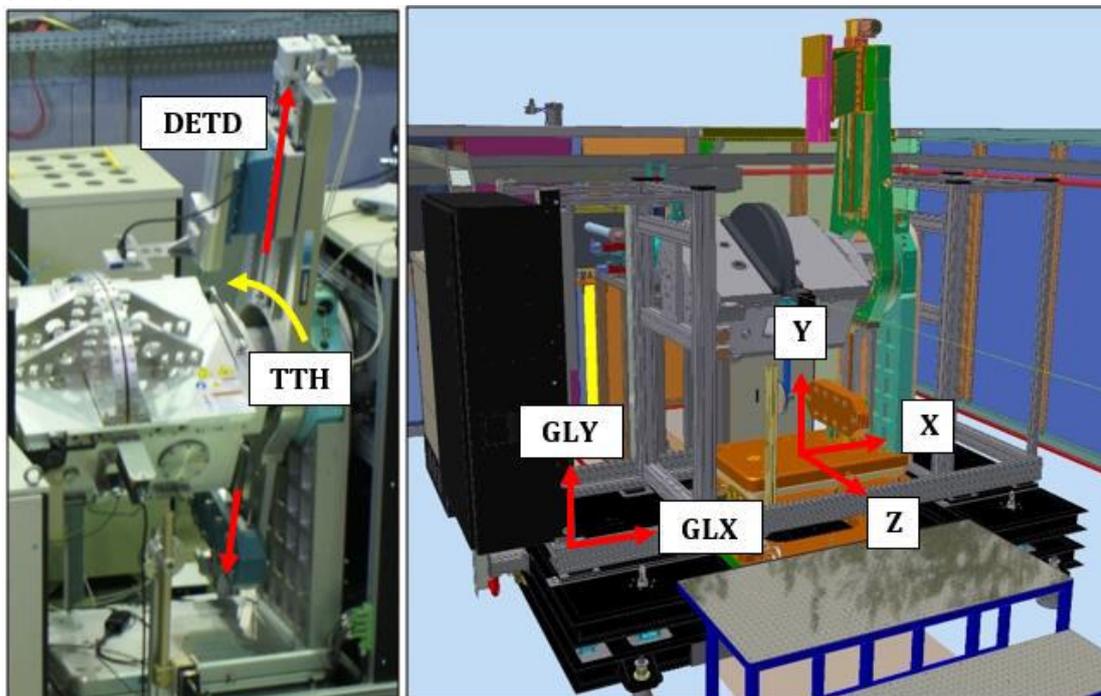
$L_0$ : Comprimento inicial da região útil do corpo de prova <sup>71</sup>.

O anel de armazenamento do LNLS tem capacidade de 1,37 GeV e 250 mA de injeção de corrente. A aquisição de dados de difração de raios X foi feita por dois detectores lineares Mythen 1K. Estes possuem tamanho de pixel de 50  $\mu\text{m}$  x 8 mm, em tiras de 1280 pixels. Cada detector é habilitado a coletar uma faixa de até 9,5°, com um gap mínimo de 0,9° e resolução angular de 0,1°.

A coleta dos dados de difração de raios X foi realizada a cada 3 segundos, durante todo o ensaio de tração de cada amostra. A variação de  $2\theta$  utilizada foi de 27° a 49°, escolhidos devido aos picos principais da austenita. Uma varredura inicial (anterior à deformação) foi realizada para cada condição, variando-se os valores de  $2\theta$  de 25° a 76°. Utilizou-se padrão de óxido de ítrio (Ítria –  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) para correção de alargamento instrumental. Em relação à radiação incidente, esta possui uma energia de 12 keV com comprimento de onda  $\lambda = 1,0332 \text{ \AA}$ . Dois monocromadores de silício (111) são utilizados. O feixe incidente na amostra possui uma largura de 3,6 mm na direção horizontal e 1,2 mm na vertical <sup>85</sup>.

O goniômetro é posicionado sobre uma mesa com movimento nas direções x, y e z. Os detectores são montados em um suporte ligado ao braço do goniômetro, permitindo o movimento na direção do braço para que haja aproximação ou afastamento em relação à amostra. A tampa da câmara possui uma faixa de material polimérico (filme de poli-imida), transparente à radiação. A amostra, quando posicionada no suporte, distancia-se em 280 mm dessa janela, cuja faixa é de 130°. A faixa de detecção de  $2\theta$  possível é de -5° - 125° <sup>85,86</sup>. A Figura 28 a seguir ilustra o sistema de movimentos do goniômetro, da mesa e dos detectores. A distância “DETD” é a distância entre detectores e amostra e TTH mostra a movimentação possível pelo detector.

Figura 28 - Demonstração dos movimentos possíveis no sistema composto por goniômetro, mesa e detectores.



Fonte: LNNANO, CPM. **XTMS Experimental Station User's Guide**. Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais - CNPEM. p. 19. 2017.<sup>86</sup>

A análise gráfica da variação de  $2\theta$  com o tempo de ensaio de tração foi realizado utilizando-se o software IgorPro®. Este programa realiza a sincronização entre difratogramas obtidos e dados mecânicos por meio do tempo de aquisição dos dados.

#### 4.6 METODOLOGIA APLICADA PARA OBTENÇÃO DOS VALORES DE MICRODEFORMAÇÃO, TAMANHO DE CRISTALITO E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FASES

Para se obter os valores de tamanho de cristalito ( $D$ ) e microdeformação ( $\epsilon$ ) e relacioná-los com a curva de tensão x deformação de cada teste, deve-se realizar correções e ajustes prévios nos perfis de difração obtidos durante os ensaios realizados. Para isso, foram escolhidos 15 pontos igualmente espaçados na curva de tensão x deformação e realizados os ajustes das figuras de difração referentes a esses pontos. A correlação de dados é feita por meio do tempo de leitura registrado pelo equipamento.

A seguir, estão listados os passos realizados para obtenção dos valores de tamanho de cristalito (D) e microdeformação ( $\varepsilon$ ).

1 – Refinou-se os padrões de Ítria utilizando o programa HighScore Plus® e obteve-se os coeficientes U, V e W de Caglioti.

2 – Com os valores de U, V e W, extraiu-se os alargamentos dos picos de reflexão decorrentes dos efeitos instrumentais do equipamento de difração por meio da equação 11:<sup>48</sup>

$$FWHM_{\text{Ítria}}^2 = U \tan^2(\theta) + V \tan(\theta) + W \quad (11)$$

Sendo FWHM a largura à meia altura do pico de difração (“Full Width at Half Maximum”) e  $\theta$  o ângulo de difração.

- Valores de  $\theta$  não precisam ser corrigidos pois não há deformação.

Os perfis de difração foram escolhidos em pontos específicos da curva tensão x deformação:

3 – Realizou-se o ajuste Pseudo-Voigt para cada pico do perfil de difração escolhido utilizando o programa HighScore Plus®;

4 – Corrigiu-se valores de  $2\theta$  e intensidade dos picos (I) com as equações 12 e 13. Essas correções devem ser realizadas porque a superfície incidida pelo feixe se altera durante o ensaio devido à deformação e temperatura aplicadas<sup>82,87</sup>.

$$\Delta(2\theta) = \tan^{-1}((\varepsilon)(t/g)(\sin(2\theta_{\text{obs}})/\sin(\omega))) \quad (12)$$

$$I(2\theta) = (I_{\text{obs}}(2\theta))e^{-\left(1 + (\sin(\omega)/\sin(2\theta - \omega))\right)} \quad (13)$$

Onde:

$\Delta(2\theta)$ : posição corrigida do ângulo de difração;

$2\theta_{\text{obs}}$ : ângulo observado;

t: a espessura da amostra;

$\omega$ : ângulo do feixe incidente;

$\varepsilon$ : deformação da amostra;

g: distância entre o centro do detector e região irradiada da amostra;

$I(2\theta)$ : Intensidade corrigida;

$I_{\text{obs}}(2\theta)$ : Intensidade medida.

5 – Subtraiu-se os efeitos instrumentais de  $\text{FWHM}_{\text{ítria}}$  do valor de FWHM fornecido pelo ajuste Pseudo-Voigt;

6 – Obteve-se dos valores de largura à meia altura (FWHM,  $2w_g$  – já calculados no passo 5) e largura integrada ( $\beta_g$  – também fornecido pelo ajuste pseudo-voigt) dos picos de cada perfil de difração; <sup>48,82,87,88</sup>

7 – Os gráficos  $2\text{sen}(\theta) \times \beta_g \cdot \cos(\theta)$  foram construídos pelo HighScore Plus<sup>®</sup>, sendo que cada ponto do gráfico é referente à um pico do perfil de difração que está sendo trabalhado (método conhecido por “Williamson-Hall”) <sup>50-52,88</sup>.

8 – Extraiu-se os valores de tamanho de cristalito (D) e microdeformação ( $\epsilon$ ) fornecidos pelo software pelo método de Williamson-Hall<sup>50-52,88</sup>.

9 – Com os valores de microdeformação, calculou-se a densidade de discordâncias ( $\rho$ ) por meio da equação 14 <sup>89-91</sup>.

$$\rho = k \frac{\epsilon^2}{b^2} \quad (14)$$

Onde k é uma constante cujo valor é de 16,1 para a rede CFC e 14,4 para a CCC <sup>91</sup>.  $\epsilon$  é o valor de microdeformação e b é o vetor de Burgers, calculado pelas equações 15 e 16 para as redes CFC e CCC, respectivamente <sup>91,92</sup>.

$$b_{\text{cfc}} = \frac{\sqrt{2}}{2} a \quad (15)$$

$$b_{\text{ccc}} = \frac{\sqrt{3}}{2} a \quad (16)$$

Onde a é o parâmetro de rede obtido pelo dado de difração de raios X. Repetiu-se os passos para os outros perfis de difração escolhidos.

A quantificação de fases foi calculada pelo Método da Comparação Direta. Essa metodologia é adequada para amostras policristalinas. O método considera que a fração de uma determinada fase em um difratograma é proporcional à fração de

intensidade integrada dos picos referentes àquela fase em relação à intensidade integrada de todos os picos do perfil de difração <sup>46</sup>.

A intensidade integrada para qualquer plano de difração (hkl de uma fase “i” ( $I_i^{hkl}$ ) é dada pela Equação 17.

$$I_i^{hkl} = \frac{KR_i^{hkl}V_i}{2\mu} \quad (17)$$

Sendo que K e  $R_i^{hkl}$  são dados pela Equação 18 e Equação 19, respectivamente:

$$K = \left(\frac{I_0 A \lambda^3}{32\pi r}\right) \left[\left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right) \frac{e^4}{m^2}\right] \quad (18)$$

$$R_{hkl} = \left(\frac{1}{v^2}\right) \left[|F|^2 p \left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}\right)\right] (e^{-2m}) \quad (19)$$

Onde  $I_i^{hkl}$  é a intensidade integrada de um feixe difratado para um plano (hkl) referente à uma fase “i”, K é o fator instrumental,  $R_{hkl}$  é o fator de espalhamento,  $V_i$  é a fração volumétrica da fase “i”, v é o volume da célula unitária, F é o fator de estrutura para o plano de reflexão (hkl), p é o fator de multiplicidade,  $e^{-2m}$  é o fator temperatura,  $\lambda$  é o comprimento de onda do feixe incidente,  $\mu$  é o coeficiente de absorção linear, A é a área da seção transversal do raio incidente,  $I_0$  é a intensidade do feixe incidente, r é o raio do difratômetro, e é a carga do elétron e m é a massa do elétron.

Como os experimentos foram realizados utilizando radiação síncrotron, o plano de difração é vertical e não há perda de intensidade pelo fator de polarização (Equação 8). Este pode ser considerado igual a 1. Assim, considera-se somente o fator de Lorentz (Equação 7) na Equação 17. Dessa forma, as frações volumétricas das fases presentes podem ser calculadas pela Equação 17 com simplificação do fator de polarização.

Para os aços analisados, obteve-se as fases austenita  $\gamma$ , martensita  $\alpha'$  e martensita  $\varepsilon$ . Sabendo-se que  $K/2\mu$  é constante em uma dada varredura, as frações volumétricas são calculadas aplicando-se a Equação 20 a seguir:

$$V_i = \frac{\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{I_i^j}{R_i^j}}{\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{I_\gamma^j}{R_\gamma^j} + \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{I_{\alpha'}^j}{R_{\alpha'}^j} + \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{I_\varepsilon^j}{R_\varepsilon^j}} \quad (20)$$

Onde  $i = \gamma, \alpha'$  ou  $\varepsilon$  e  $n$  é o número de picos do difratograma examinado.

#### 4.7 ANÁLISE DE CRUSSARD-JAOUL MODIFICADA

A fim de se obter um melhor entendimento dos processos de deformação sofridos pelo aço AISI 316L, realizou-se a análise de Crussard-Jaoul modificada. A análise de Crussard-Jaoul consiste na derivação das equações de Ludwik-Hollomon (equações 21 e 22)<sup>71</sup> e aplicação da equação logarítmica<sup>93</sup>. A equação logarítmica da derivação é apresentada na equação 23. A derivação da tensão verdadeira em relação à deformação verdadeira ( $d\sigma_v/d\varepsilon_v$ ) é conhecida por taxa de encruamento e promove um melhor entendimento do encruamento sofrido pelo material.

$$\sigma_v = K \cdot \varepsilon_v^n \quad (21)$$

$$\sigma_v = \sigma_0 + K \cdot \varepsilon_v^n \quad (22)$$

$$\log (d\sigma_v/d\varepsilon_v) = \log (kn) + (n - 1) \log \varepsilon_v \quad (23)$$

Onde  $K$  é uma constante e  $n$  é o expoente de encruamento e dependem da temperatura e da deformação.

A tensão verdadeira ( $\sigma_v$ ) e deformação verdadeira ( $\varepsilon_v$ ) relacionam-se com a tensão e deformação de engenharia de acordo com as equações 24 e 25, respectivamente<sup>71</sup>.

$$\sigma_v = \sigma_e(1 + \varepsilon_e) \quad (24)$$

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon_e) \quad (25)$$

Em aços que apresentam mais de um mecanismo de deformação na região de encruamento, a forma modificada na análise de Crussard-Jaoul pode ser empregada. Esta é dada a partir da equação de Swift <sup>94</sup> (equação 26) e aplicação do logaritmo neperiano <sup>95-97</sup> (equação 27).

$$\sigma_v = K. (\varepsilon_0 + \varepsilon_v)^n \quad (26)$$

$$\ln \left( \frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v} \right) = (1 - n) \ln \sigma_v - \ln Kn \quad (27)$$

Ao analisar um gráfico de  $\ln(\sigma_v)$  x  $\ln(d\sigma_v/d\varepsilon_v)$ , pode-se verificar até cinco estágios (A-E), que se relacionam com a deformação por maclação conforme lista a seguir. A Figura 29 ilustra um exemplo desses cinco estágios para o aço 316L com 10% de pré-deformação e submetido ao processo de hidrogenação <sup>95</sup>.

Estágio A: elevado decaimento da taxa de encruamento, recuperação dinâmica de discordâncias e ausência de maclação mecânica;

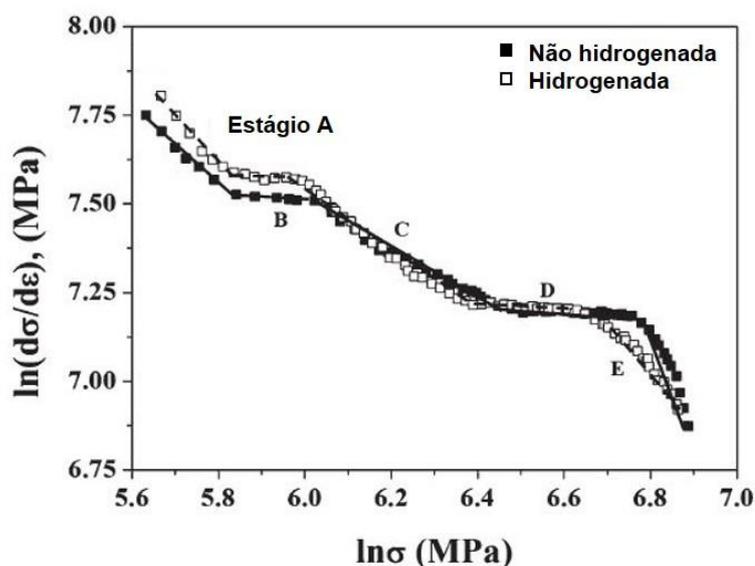
Estágio B: baixo decaimento da taxa de encruamento, elevada ativação de maclação mecânica primária;

Estágio C: elevado decaimento da taxa de encruamento, baixa ativação de maclação mecânica primária;

Estágio D: baixo decaimento da taxa de encruamento elevada, ativação de maclação mecânica secundária;

Estágio E: elevado decaimento da taxa de encruamento, formação de feixes espessos de maclas <sup>95-97</sup>.

Figura 29 - Estágios obtidos pela análise de Crussard-Jaoul modificada para um aço AISI 316L com 10% de pré-deformação, hydrogenado (quadrados vazios) e não hydrogenado (quadrados cheios).



Fonte: Adaptado de PARK, Il-Jeong; JUNG, Jae-Gil; JO, Seo Yeon; LEE, Sang-Min; LEE, Young-Kook. The Effect of Pre-Strain on the Resistance to Hydrogen Embrittlement in 316L Austenitic Stainless Steel. **Materials Transactions**, [S.L.], v. 55, n. 6, p. 964-970, 2014. Japan Institute of Metals. <http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.m2014036>.<sup>96</sup>

Foram obtidos gráficos de taxa de encruamento e Crussard-Jaoul modificada para identificação dos estágios e comparação entre as amostras em diferentes condições. Os estágios foram sobrepostos nas curvas de tensão x deformação de engenharia por meio do cálculo reverso de deformação verdadeira para deformação de engenharia. Estes gráficos foram então, sobrepostos aos valores de tamanho de cristalito, densidade de discordâncias e fração volumétrica de fases.

#### 4.8 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

As superfícies de fratura das condições ensaiadas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (MEV/FEG, “Field Emission Gun”), modelo MIRA3®, marca TESCAN. Este equipamento se encontra instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuário da UEPG (C-Labmu). Além da análise do aspecto da fratura, foi realizado o cálculo de redução de área (RA) com as imagens obtidas. O cálculo é feito obtendo-se a área final após a fratura, calculada pelo programa ImageJ. A RA é dada pela equação 28 a seguir:

$$RA = (A_0 - A_f) / A_0 \quad (28)$$

Onde  $A_0$  é a área inicial da seção útil do corpo de prova, medido antes do ensaio, e  $A_f$  é a área final obtida pelo programa ImageJ<sup>®</sup>. O valor é multiplicado por 100 para se obter RA (%).

#### 4.9 ANÁLISE POR EBSD

As análises por EBSD foram realizadas em MEV/FEG citado na seção 4.8 com detector da Oxford instruments<sup>®</sup>. Os dados foram obtidos pelo software AZTec<sup>®</sup>. As Figuras de Polo (FP) foram feitas utilizando-se o programa ATEX<sup>® 98</sup>. A preparação metalográfica consistiu em lixamento das amostras em lixa até 1200 mesh e polimento com sílica coloidal em politriz semi-automática marca Buehler, modelo AutoMet.

As análises de textura foram realizadas nas condições iniciais. Os dados foram obtidos na seção longitudinal do corpo de prova (seção de crescimento das camadas no processo MA).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO INICIAL

#### 5.1.1 Análise Química

A análise química realizada nas amostras de AISI 316L provenientes do processo de MA e laminação são expostos na Tabela 6 a seguir. A composição química apresentada pela norma ASTM A240 também é relacionada.

Tabela 6 - Faixa de composição química obtida por espectrometria de emissão ótica para o aço 316L MA e laminado (% em peso).

Elemento	AISI 316L (ASTM A240)	AISI 316L laminado	AISI 316L MA
C	0,03	0,026	0,023
Mn	2	1,500	1,420
P máx	0,045	0,038	0,025
S máx	0,03	0,019	0,026
Si	0,75	0,390	0,600
Cr	16 - 18	16,860	17,770
Ni	10 - 14	9,980	12,923
Mo	2 - 3	2,000	2,367
Cu	-	0,110	0,025

Fonte: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **A240/A240M - 19**: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. West Conshohocken: Astm International, 2019.<sup>8</sup>

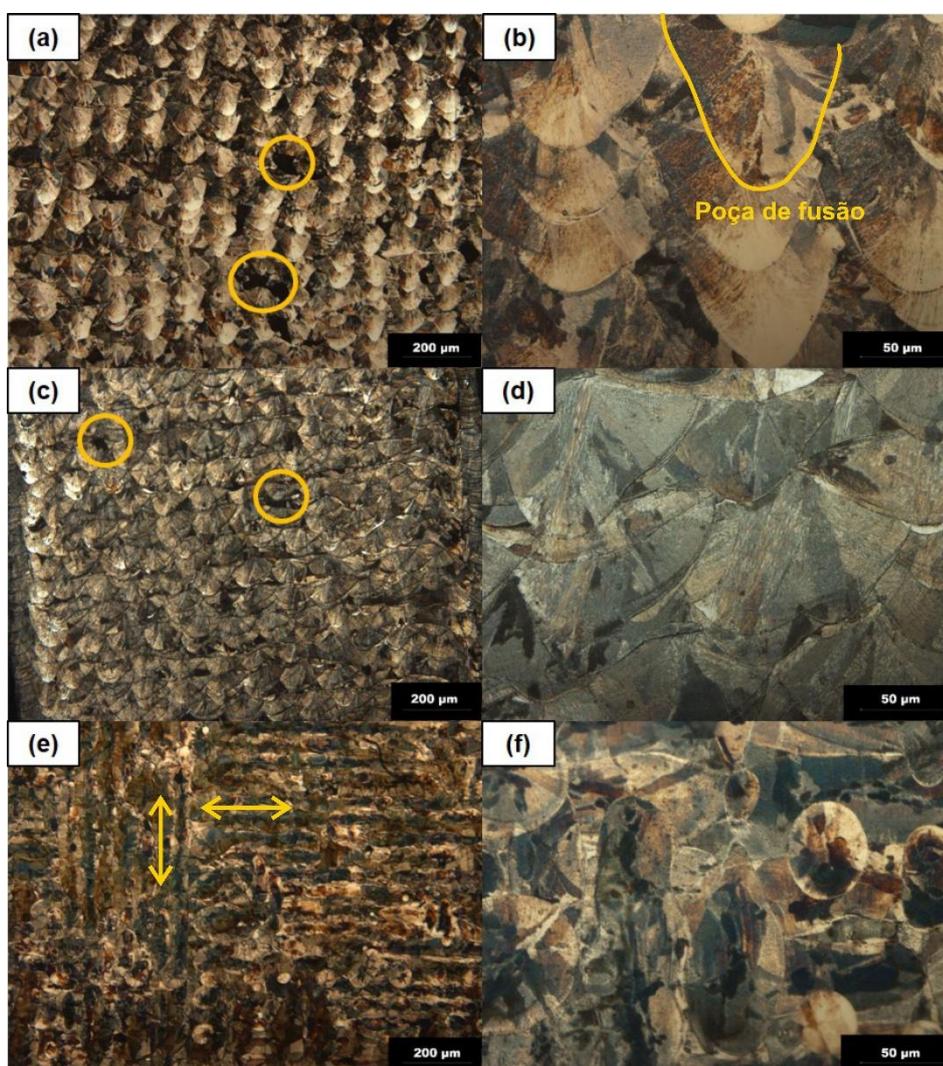
Por meio da Tabela 6, nota-se que as duas condições estudadas se encontram na faixa de valores esperados para o aço AISI 316L, e portanto, podem ser classificados como esse tipo de aço.

## 5.1.2 Análises Metalográficas

### 5.1.2.1 316L MA como fabricado

As Figuras 30 e 31 a seguir ilustram a microestrutura obtida após ataque eletrolítico para a amostra de 316L fabricada pelo processo de MA, nas seções longitudinal, transversal e superior (seção de varredura do laser).

Figura 30 - Análise metalográfica da seção longitudinal (a, b), transversal (c, d) e superior (e, f) dos corpos de prova do aço inoxidável AISI 316L MA na condição como fabricado.



Fonte: A autora.

Nas Figuras 30a e 30b, nota-se a forma e distribuição das estruturas de fusão (“molten pool”) originadas no processo de construção das camadas dos corpos de

prova. Nelas, os grãos crescem a partir da região mais externa até o centro, de acordo com a perda de calor e solidificação da estrutura. As diferentes tonalidades dentro da mesma poça de fusão indicam os diferentes grãos. Os círculos indicam as porosidades. Uma perspectiva transversal dessas estruturas é mostrada nas Figuras 30c e 30d. Já nas Figuras 30e e 30f, é possível ver o caminho do laser durante a impressão da peça, com destaque para o encontro de das estruturas de ilhas a 90°, indicada pelas setas. A Figura 31 é a montagem em cubo das três seções.

Figura 31 - Análise metalográfica das três seções dos corpos de prova do aço inoxidável austenítico 316L MA, na condição como fabricado.



Fonte: A autora.

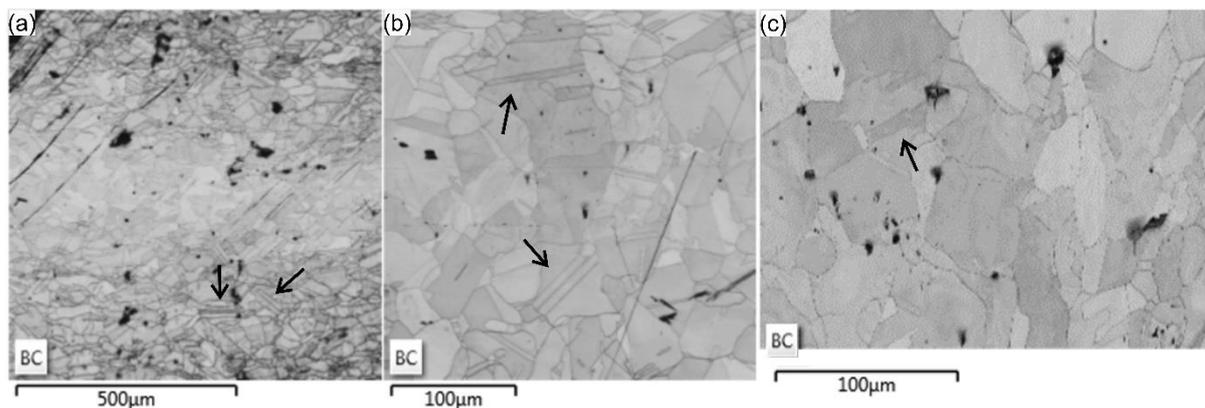
#### 5.1.2.2 316L MA tratado termicamente

Nas Figuras 32 e 33 são apresentadas as microestruturas obtidas para o aço 316L MA após o tratamento de recozimento, seção longitudinal (a, b), transversal (c, d) e superior (e, f).

As imagens após o tratamento térmico foram obtidas durante a análise de EBSD, pois o ataque químico não revelou de forma satisfatória a microestrutura. Notou-se que o processo de recristalização foi obtido com sucesso, visto que as estruturas de poça de fusão deixaram de existir, grãos aproximadamente equiaxiais

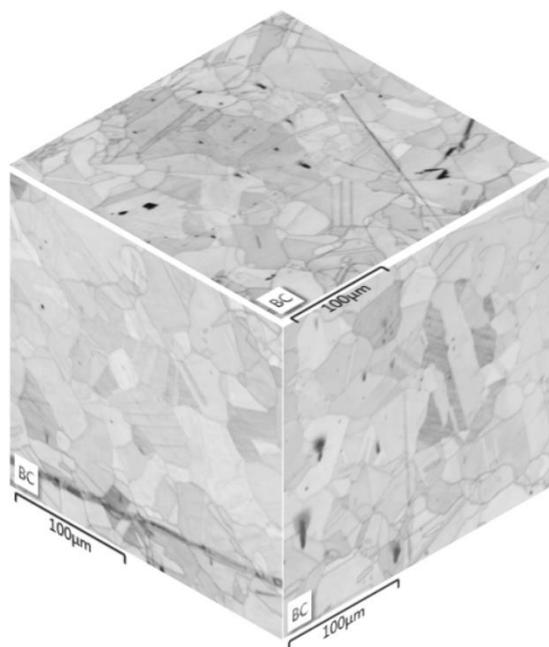
foram obtidos e pode-se observar maclas de recozimento (indicadas pelas setas na Figura 32). A Figura 33 mostra a montagem de um cubo com as três seções analisadas.

Figura 32 - Análise microestrutural da seção longitudinal (a), superior (b) e transversal (c) do corpo de prova do aço inoxidável AISI 316L MA na condição tratado termicamente.



Fonte: A autora.

Figura 33 - Análise microestrutural das três seções dos corpos de prova do aço inoxidável austenítico 316L MA, na condição tratado termicamente.

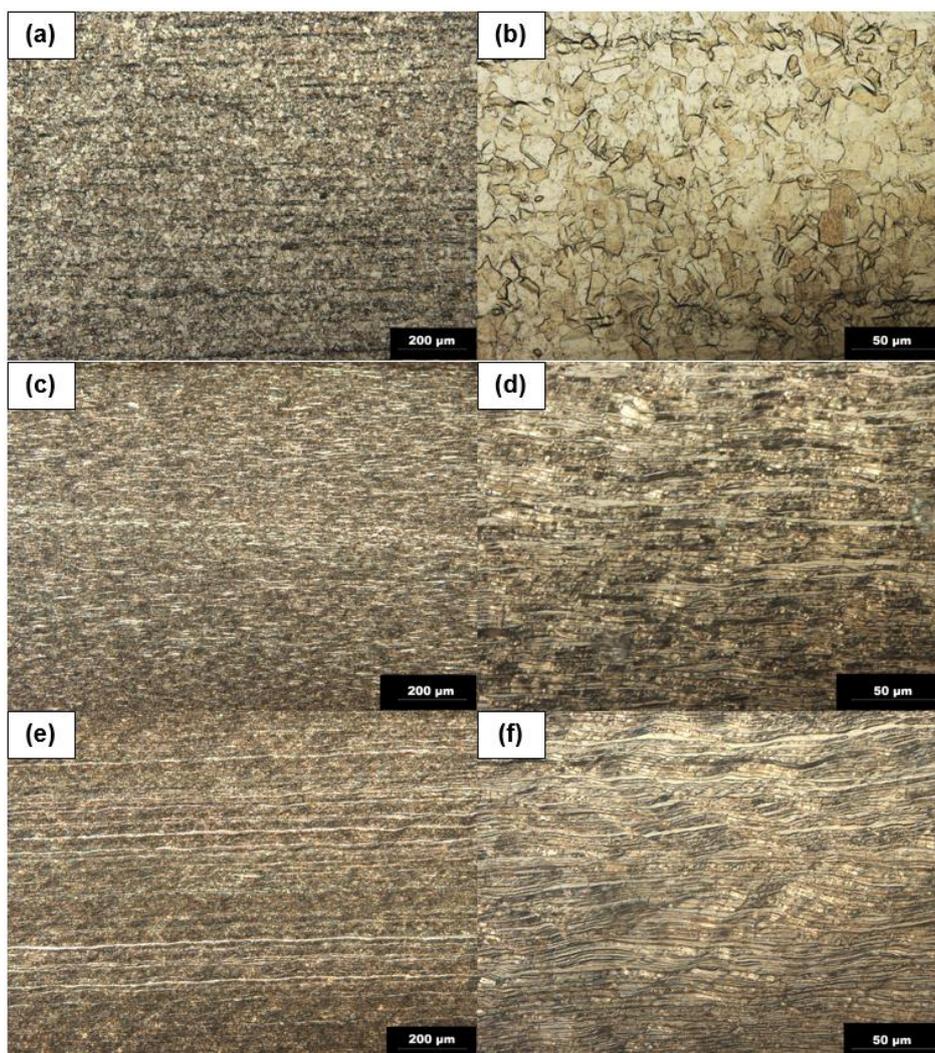


Fonte: A autora.

### 5.1.2.3 316L laminado comercial

A Figura 34 a seguir mostra as microestruturas obtidas para o aço 316L laminado, seção longitudinal (a, b), transversal (c, d) e superior (e, f) analisando-se o corpo de prova na mesma direção de impressão dos corpos de prova de manufatura aditiva. Como neste caso, os corpos de prova foram obtidos a partir de uma chapa e cortados com o comprimento da área útil paralela ao sentido de laminação, a região longitudinal do corpo de prova é a seção normal da chapa, a região superior do corpo de prova é a seção longitudinal de laminação. A Figura 35 ilustra as três direções da chapa.

Figura 34 - Análise metalográfica da seção longitudinal (a, b), transversal (c, d) e superior (e, f) dos corpos de prova do aço inoxidável AISI 316L laminado.



Fonte: A autora.

Nas Figuras 34a e 34b notam-se grãos aproximadamente equiaxiais provenientes da seção normal da chapa. As Figuras 34c e 34d mostram a seção transversal da chapa, com grãos alongados. As Figuras 34e e 34f mostram grãos mais alongados em relação à seção transversal. O maior alongamento dos grãos deve-se ao fato destes serem provenientes da seção longitudinal (de laminação) da chapa.

Figura 35 - Análise metalográfica das três seções da chapa do aço inoxidável austenítico 316L.



Fonte: A autora.

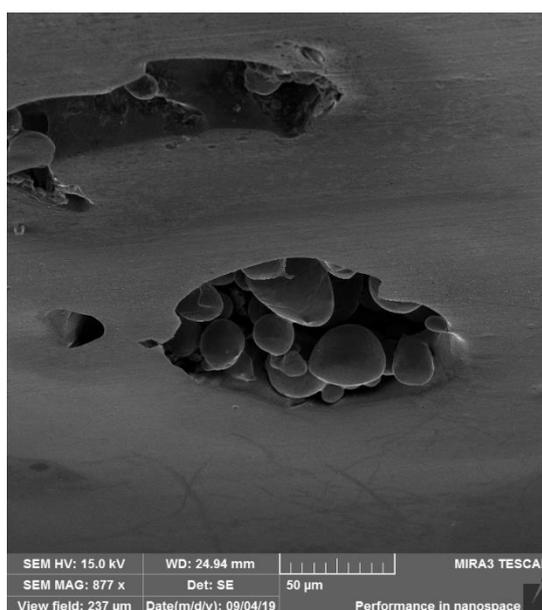
### 5.1.3 Análise da Porosidade nas Amostras de MA

Por meio do método de Arquimedes, realizou-se medidas de densidade relativa das amostras de MA para cálculo da porosidade em relação à densidade teórica do aço AISI 316L, considerada como  $8 \text{ g/cm}^3$ <sup>7</sup>. Foram feitas 5 medidas e o valor médio e desvio padrão encontrado foi de  $3,4 \pm 1,5 \%$ . Na Figura 36, é possível observar por meio de imagem obtida em MEV, o formato irregular da porosidade apresentada pelas amostras, típica de falta de fusão do material. Isto é evidenciado pelos pós não fundidos encontrados dentro do poro observado.

H.D. Carlton et al. mostrou que poros irregulares como observado na Figura 36 são deletérios para as propriedades mecânicas<sup>99</sup>. A presença desses poros está

relacionada com os parâmetros de processo que, mesmo sendo seguidas as indicações do fabricante do pó, não foram suficientes para fundir todo o material. A potência do laser possui grande influência na formação de uma estrutura densa. Sun et al. <sup>100</sup> encontrou valores de densidade maiores que 99% para potências de laser maiores que 380W. Neste mesmo estudo, utilizando-se a potência de laser de 100W, encontrou-se valores de propriedades mecânicas similares ao obtido nesse trabalho. Os autores concluíram que a potência do laser tem forte relação com a porosidade e com as propriedades mecânicas, sendo que quanto maior a porosidade, menores são os valores de limite de resistência à tração (LRT) e alongamento. Dessa forma, a máxima potência fornecida pelo equipamento de MA utilizado para a fabricação das amostras desse trabalho é provavelmente a causa da elevada porosidade.

Figura 36 - Porosidade observada em amostra produzida por MA.



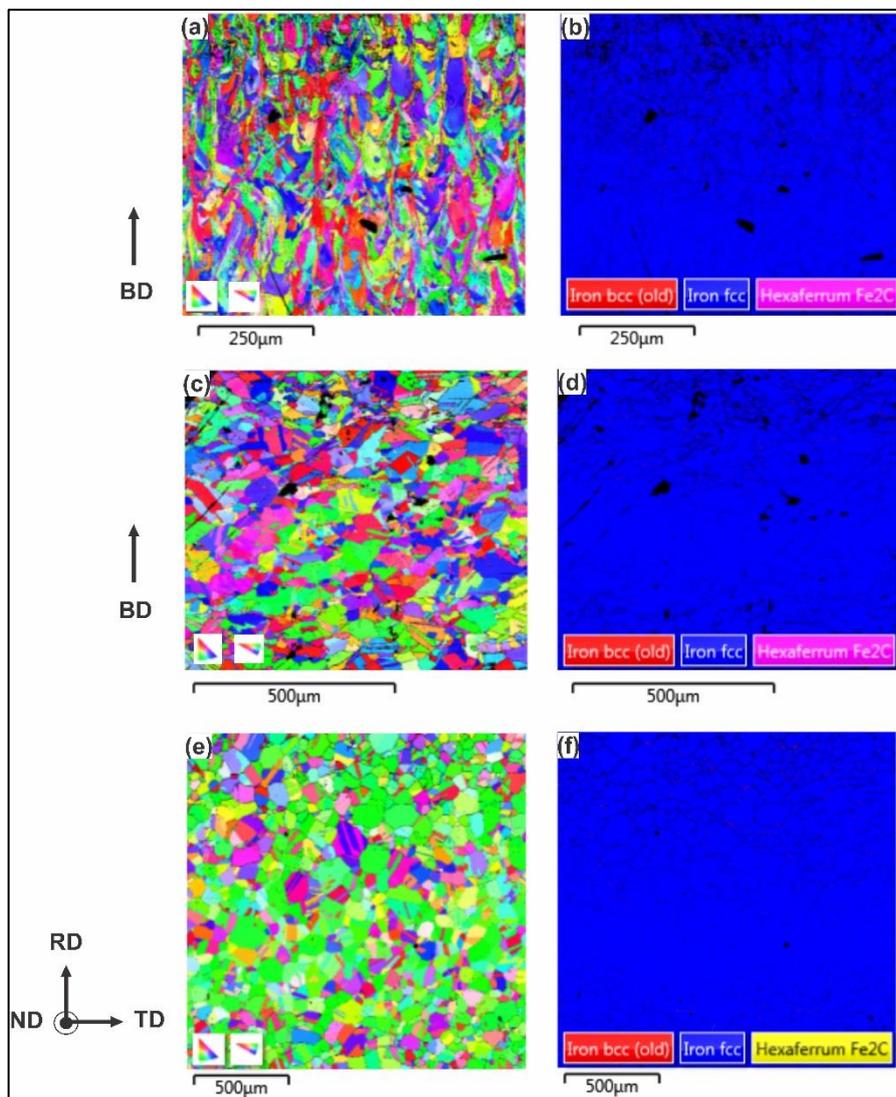
Fonte: A autora.

### 5.1.3 Análise por EBSD das Amostras do Aço AISI 316L MA Como Fabricado, Após Tratamento Térmico e Laminado nas Condições Iniciais

Na Figura 37, são apresentadas as Figuras de Polo Inversa (FPI ou IPF – “Inverse Pole Figure”) para as amostras do aço 316L MA como recebido (a, b), após tratamento térmico (c, d) e laminado (e, f). Como SD (“scanning direction” – direção de varredura do laser) e TD (“transverse direction” – direção transversal) se alteram

ao longo da construção das camadas da peça devido à estratégia de varredura do laser, indicou-se somente BD (“building direction” – direção de crescimento das camadas).

Figura 37 - IPF para as amostras de AISI 316L MA como fabricado e após tratamento térmico.

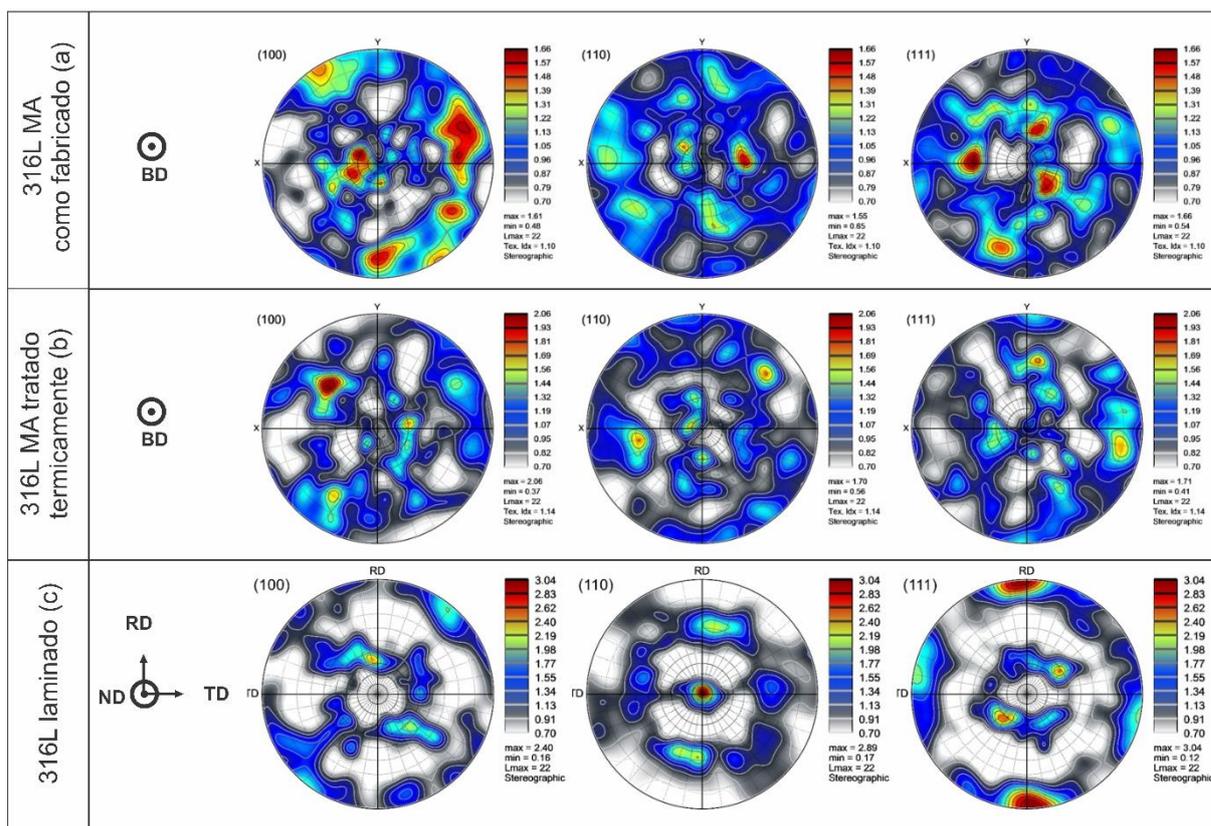


Fonte: A autora.

É possível notar na Figura 37a o formato dos grãos na direção de crescimento das camadas, BD, dentro das estruturas de poças de fusão (“molten pool”) na condição como fabricado. Em contrapartida, é possível ver grãos de formato aproximadamente equiaxial após o tratamento térmico (Figura 37c). A análise feita pelo programa ATEX<sup>®</sup> indicou tamanho de grão médio de 6,6 µm para a condição como fabricado, 21,6 µm para a condição tratado termicamente e 62,4 µm para a

amostra de aço laminado comercial. Em relação à porcentagem de fases, pode-se notar que as três condições apresentam austenita em toda a microestrutura. As Figuras de Polo (FP) obtidas pelo ATEX<sup>®</sup> são mostradas na Figura 38.

Figura 38 - FP para as amostras produzidas por MA nas condições como fabricado e tratado termicamente.



Fonte: A autora.

Nota-se que para ambas as condições de MA, a textura pode ser considerada aleatória pois o índice MRD (“multiples of random distribution”) é baixo e próximo de 1 (1,66 para a condição como fabricado e 2,06 para a amostra após tratamento térmico). O índice de textura encontrado foi de 1,10 para a condição como fabricado e 1,14 para a amostra tratada termicamente. De acordo com a literatura, o que geralmente se obtém é uma textura do tipo Goss ou fibra  $\langle 001 \rangle$  ao longo da direção de varredura do laser e  $\langle 200 \rangle$  ao longo da direção de fabricação<sup>36,40,22,44</sup>.

A aleatoriedade das componentes de textura encontrada nas amostras deste trabalho está relacionada, provavelmente, à potência do laser e à estratégia de varredura do mesmo (estratégia de ilhas e de giro em 37° entre cada camada,

diminuindo a tendência à orientação preferencial). Para o material laminado, nota-se maior valor de MRD. Os polos com maior MRD são mais centralizados, havendo menor quantidade de região com baixo MRD e maior quantidade de região com zero MRD, indicando um material com textura mais acentuada. Na figura de polo (1 1 0), pode-se notar a textura  $\{1\ 1\ 0\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$ . Na figura de polo (1 1 1) verifica-se a textura  $\{1\ 1\ 1\} \langle \bar{1}\ \bar{1}\ 2 \rangle$ .

## 5.2 ESTUDO DO EFEITO DO HIDROGÊNIO NAS AMOSTRAS DE 316L MA E LAMINADO

### 5.2.1 Curvas TensãoxDeformação

Para a análise de amostras referente ao conjunto do estudo do efeito do hidrogênio, fez-se a seguinte nomenclatura apresentada no Quadro 1.

Quadro 1 - Identificação do conjunto de amostras referentes ao estudo do efeito do hidrogênio.

(continua)

Condição	Nomenclatura	Identificação	
Amostra de MA ensaiada em temperatura ambiente, não hidrogenada	316LMATA	MA = manufatura aditiva	TA = temperatura ambiente
Amostra de MA ensaiada em temperatura ambiente, hidrogenada	316LMAH		H = hidrogenada
Amostra de MA tratada termicamente, ensaiada em temperatura ambiente, não hidrogenada.	316LMATTA	MAT = manufatura aditiva tratada	TA = temperatura ambiente

Quadro 1 - Identificação do conjunto de amostras referentes ao estudo do efeito do hidrogênio.

(conclusão)

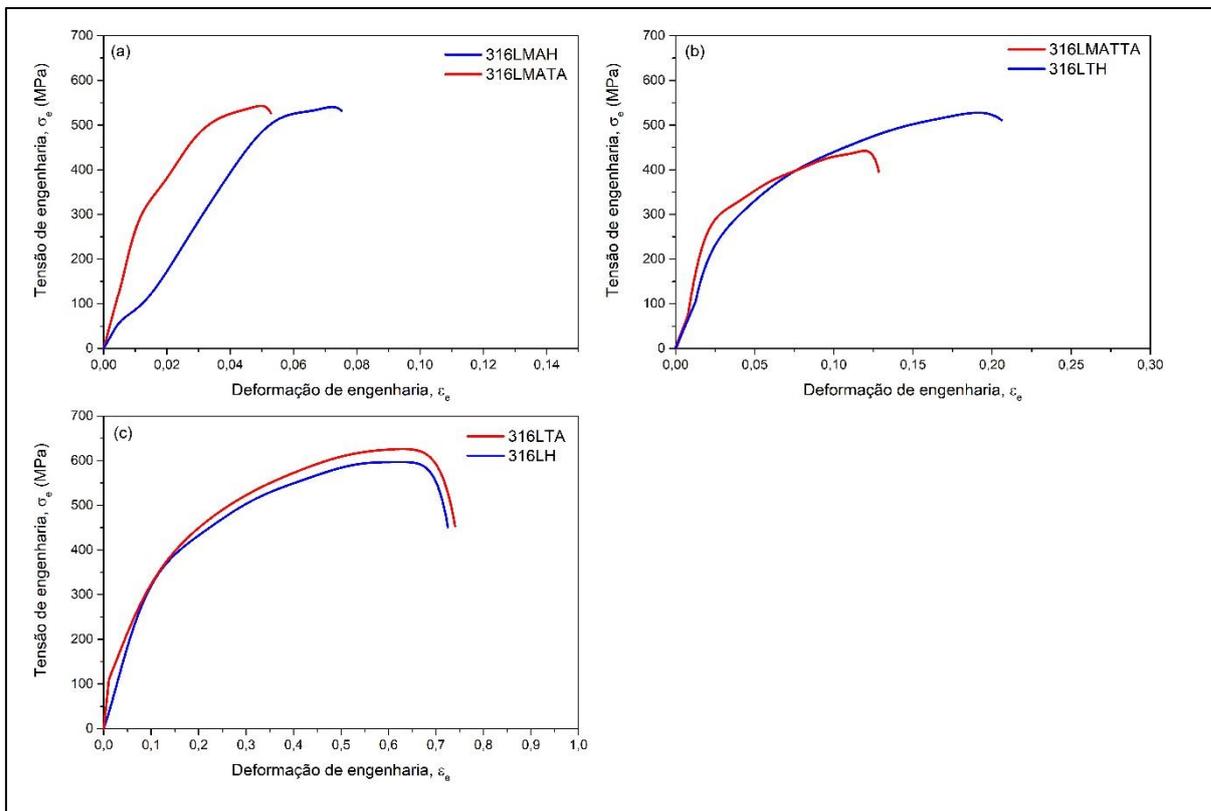
Condição	Nomenclatura	Identificação	
Amostra de MA tratada termicamente, ensaiada em temperatura ambiente, hidrogenada.	316LMATH	MAT = manufatura aditiva tratada	H = hidrogenada
Amostra de aço laminado comercial, ensaiada em temperatura ambiente, não hidrogenada.	316LTA	TA = temperatura ambiente	
Amostra de aço laminado comercial, ensaiada em temperatura ambiente, hidrogenada.	316LH	H = hidrogenada	

Fonte: A autora.

A Figura 39 traz as curvas tensão x deformação para as três condições estudadas (316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado) ensaiadas em temperatura ambiente (amostras não hidrogenadas) e após hidrogenação.

Para as amostras de MA, observa-se um comportamento inverso ao da fragilização para a condição hidrogenada. Para a condição não tratada (Figura 39a), nota-se maiores valores de alongamento e níveis de tensão próximo para a amostra hidrogenada (316LMAH) em relação à não hidrogenada (316LMATA) - nota-se a curva azul deslocada à direita da vermelha, indicando mesmos níveis de tensão para diferentes alongamentos. Já para a amostra MA tratada (Figura 39b), verifica-se o acompanhamento das curvas não hidrogenada (316LMATTA) e hidrogenada (316LMATH) até uma região em que a não hidrogenada fratura e a hidrogenada continua apresentando níveis de tensão e alongamento crescentes.

Figura 39 - Curvas tensão-deformação de amostras do aço inoxidável 316L MA como fabricado (a), MA tratado termicamente (b) e laminado (c) nas condições ambiente (vermelho) e hidrogenada (azul).



Fonte: A autora.

Nota-se pouca influência da hidrogenação no aço laminado, verifica-se a amostra hidrogenada (316LH) apresentando praticamente o mesmo comportamento em relação à condição não hidrogenada (316LTA). Este fato está relacionado a melhor resistência à fragilização por hidrogenação apresentada pelos aços inoxidáveis austeníticos devido à baixa difusividade apresentada pelo hidrogênio na austenita.

Pode-se inferir que o mínimo efeito da hidrogenação nas amostras laminadas está relacionado ao aço e não ao processo pois nota-se variações no comportamento das amostras processadas por MA com o mesmo tempo e parâmetros de hidrogenação.

A Tabela 7 a seguir traz os principais resultados dos testes mecânicos das amostras do aço AISI 316L MA (nas condições como fabricado e tratado termicamente) e laminado. São apresentados valores de limite de resistência à tração (LRT), deformação total ( $\epsilon_{\text{def total}}$ ) e alongamento final.

Tabela 7 - Propriedades mecânicas das amostras 316L MA, MA tratado termicamente e laminado para as condições não hidrogenado e hidrogenado.

Condição	LRT (MPa)	$\epsilon_{def}$ total	Alongamento final (mm)
316LMATA	567	0,054	0,57
316LMAH	569	0,076	0,83
316LMATTA	464	0,136	1,1
316LMATH	547	0,211	1,69
316LTA	646	0,747	4
316LH	625	0,726	3,95

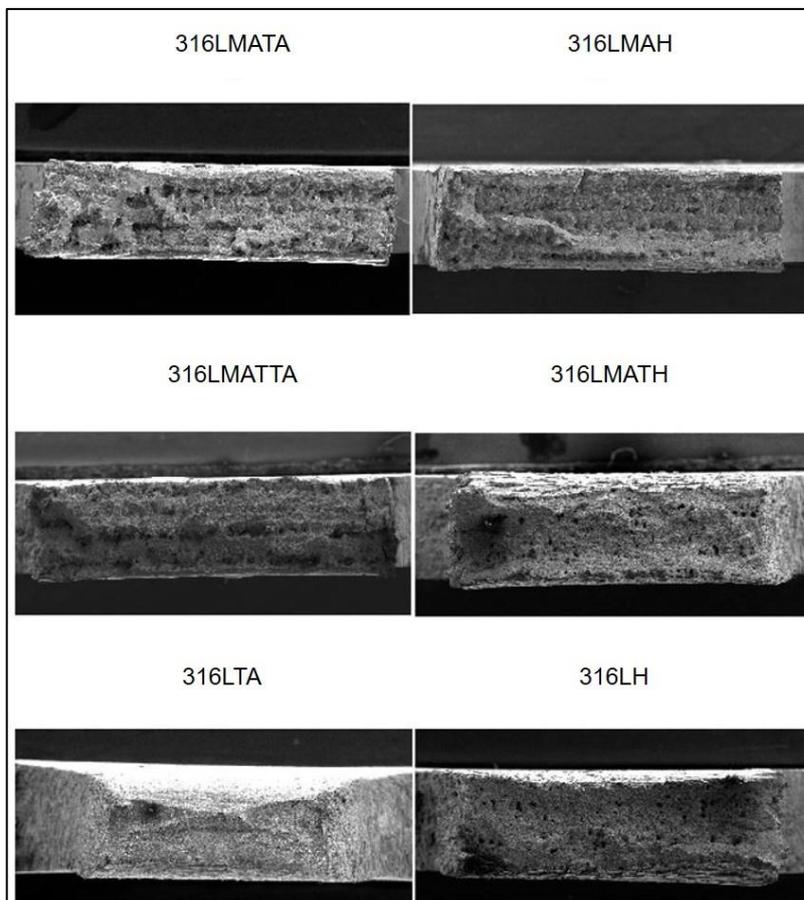
Fonte: A autora.

Algumas propriedades encontram-se abaixo do valor estipulado pela norma ASTM A240/A240M – 19 (para aços produzidos convencionalmente), como o LRT da amostra produzida por MA e tratada termicamente na condição não hidrogenada e os valores de deformação para as amostras produzidas por MA. Os valores de LRT e deformação indicados na norma são de 485 MPa e 0,40, respectivamente. Isso está relacionado a porosidade das amostras produzidas por MA e observadas em microscópio.

### 5.2.2 Fractografia e Redução de Área

As fractografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura do aço inoxidável AISI 316L MA, MA tratado termicamente e laminado são apresentadas na Figura 40. São apresentadas as condições não hidrogenada e hidrogenada. A partir das imagens apresentadas na Figura 40, foi possível calcular a redução de área (RA) das amostras. Por meio do programa ImageJ, é possível delimitar a área de fratura e ao comparar com a barra de escala, é possível o cálculo das áreas finais. Na Tabela 8 são apresentados os valores de RA em porcentagem para cada condição.

Figura 40 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado, nas condições ambiente e hidrogenada.



Fonte: A autora.

Tabela 8 - RA (%) das amostras 316L MA, MA tratado termicamente e laminado nas condições não hidrogenado e hidrogenado.

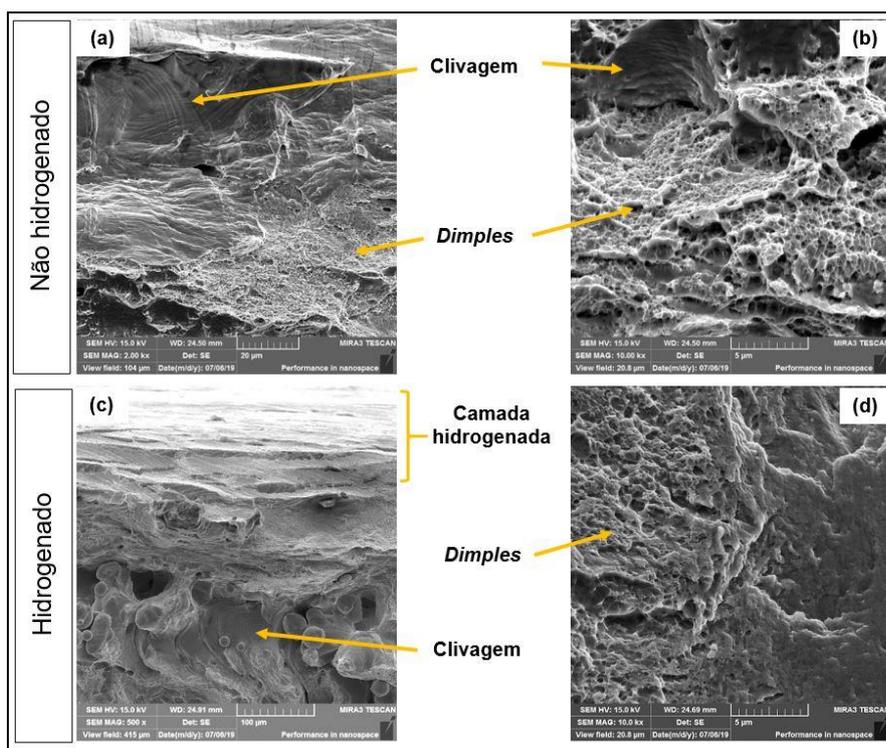
Condição	RA (%)
316LMATA	3,93
316LMAH	15,15
316LMATTA	15,55
316LMATH	34,29
316LTA	74,19
316LH	52,52

Fonte: A autora.

Em relação à RA (%), nota-se maiores diferenças entre as condições hidrogenadas e não hidrogenada. Para as amostras produzidas por MA, houve aumento de RA para a condição hidrogenada em comparação com a não hidrogenada. O aumento foi de 285% para a condição como fabricado e 120% para a condição tratado termicamente. Já para as amostras laminadas, houve decréscimo de 29% no valor de RA a condição hidrogenada quando comparada com a não hidrogenada.

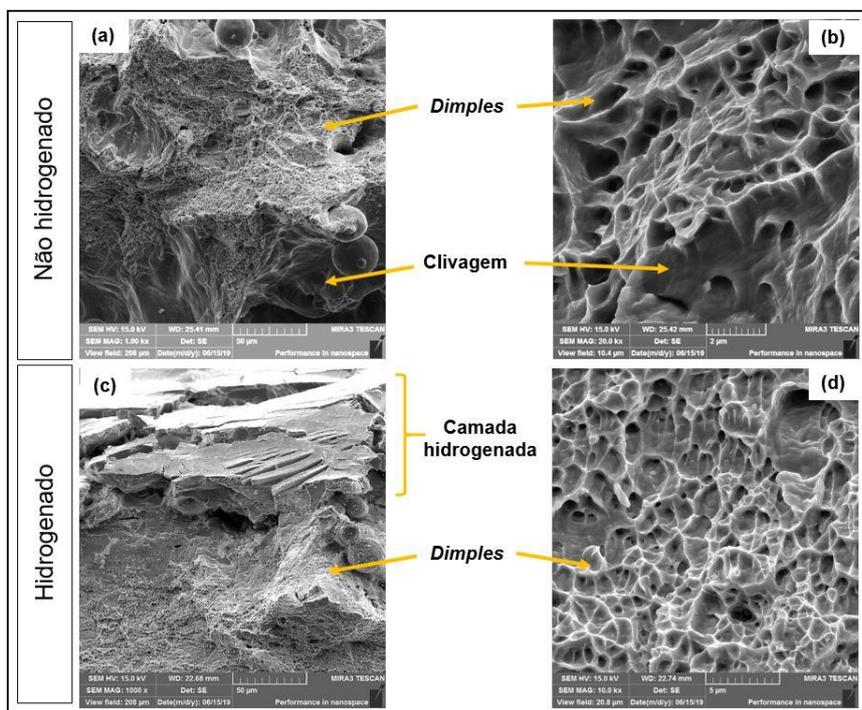
As Figuras 41, 42 e 43 apresentam as fractografias das amostras de 316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado (respectivamente), nas condições não hidrogenado e hidrogenado.

Figura 41 - Regiões de fratura do AISI 316L MA como fabricado nas condições não hidrogenado (a, b) e hidrogenado (c, d).



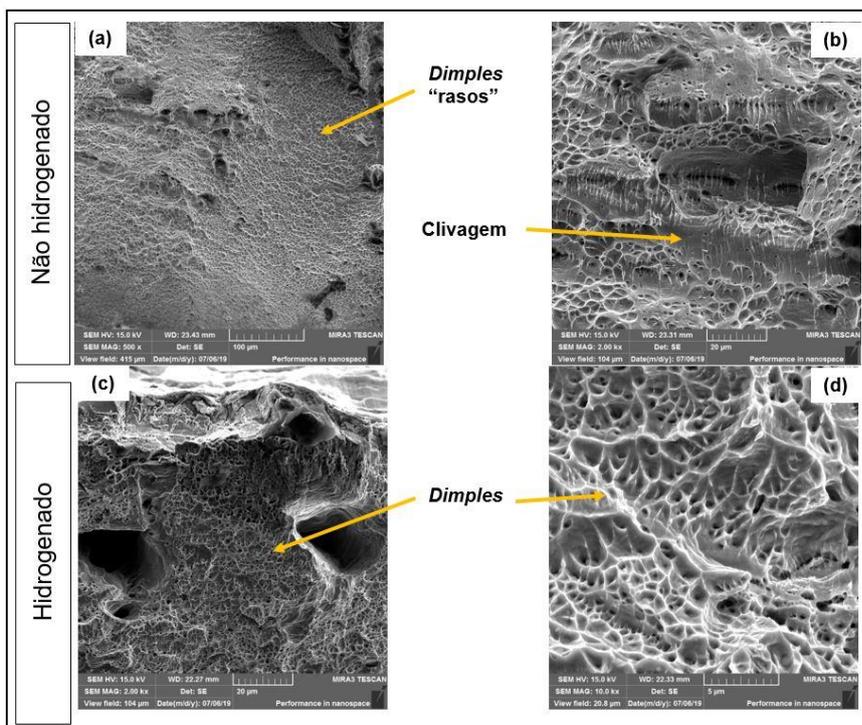
Fonte: A autora.

Figura 42 - Regiões de fratura do AISI 316L MA tratado termicamente nas condições não hidrogenado (a, b) e hidrogenado (c, d).



Fonte: A autora.

Figura 43 - Regiões de fratura do AISI 316L laminado nas condições não hidrogenado (a, b) e hidrogenado (c, d).



Fonte: A autora.

É possível observar que tanto para o aço 316L MA como fabricado e tratado termicamente apresentam uma região de fratura frágil próximo a superfície (camada hidrogenada) referente à penetração do hidrogênio. Para a MA como fabricado, nota-se uma fratura composta por “dimples” e clivagem em ambas as condições analisadas (não hidrogenada e hidrogenada). Para a MA tratada termicamente, a fratura na condição hidrogenada é composta principalmente por “dimples”, enquanto na condição não hidrogenada pode-se ver tanto “dimples” quanto regiões referentes à clivagem.

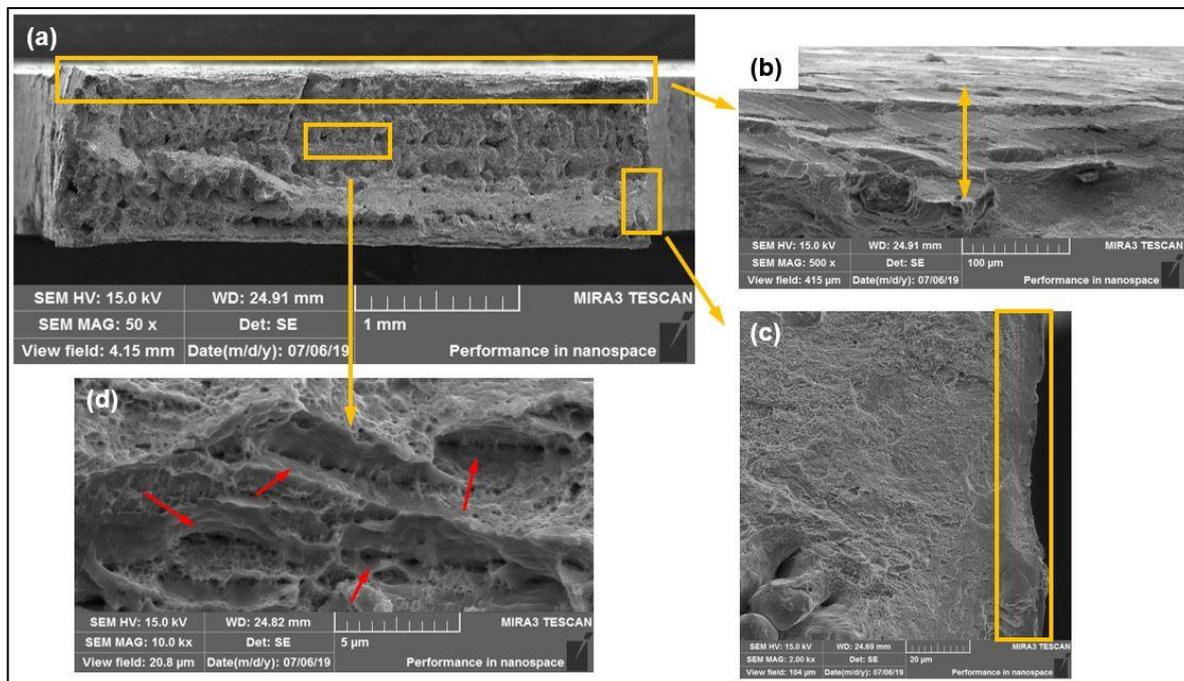
Para o aço 316L laminado, não foi possível observar a camada referente à penetração do hidrogênio. Porém, para a condição não hidrogenada, foi possível verificar regiões com aspecto de clivagem, enquanto para a condição hidrogenada, essa característica foi pouco notada, sendo os “dimples” mais evidentes.

Outro aspecto que é possível notar nas fractografias, são as regiões de clivagem próximo aos pós não fundidos (como visto nas Figuras 41a e 42a). Isto mostra que, além dos poros causarem menores valores de LRT e tensão de alongamento, os pós internos aos poros também são concentradores de tensão, gerando uma fratura de aspecto frágil ao seu redor.

Em relação à região fragilizada devido à entrada do hidrogênio na amostra, nomeada neste trabalho como “camada hidrogenada”, realizaram-se medidas da espessura dessa camada. Esse procedimento foi realizado com o software ImageJ. Nas Figuras 44, 45 e 46 são ilustradas regiões de fratura dos corpos de prova das amostras de aço inoxidável 316L MAH, 316LMATH e 316LH, respectivamente. Com as regiões apresentadas, analisou-se a parte fragilizada.

Na Figura 44, pode-se notar uma região fragilizada na parte superior da área de fratura (Figura 44b), assim como nas laterais (Figura 44c). Nota-se ainda que os “dimples” são mais rasos perto das regiões fragilizadas, sendo que ao centro do corpo de prova eles apresentam-se de forma um pouco mais definida e há estruturas que estão relacionadas à coalescência dos mesmos (Figura 44d, setas em vermelho).

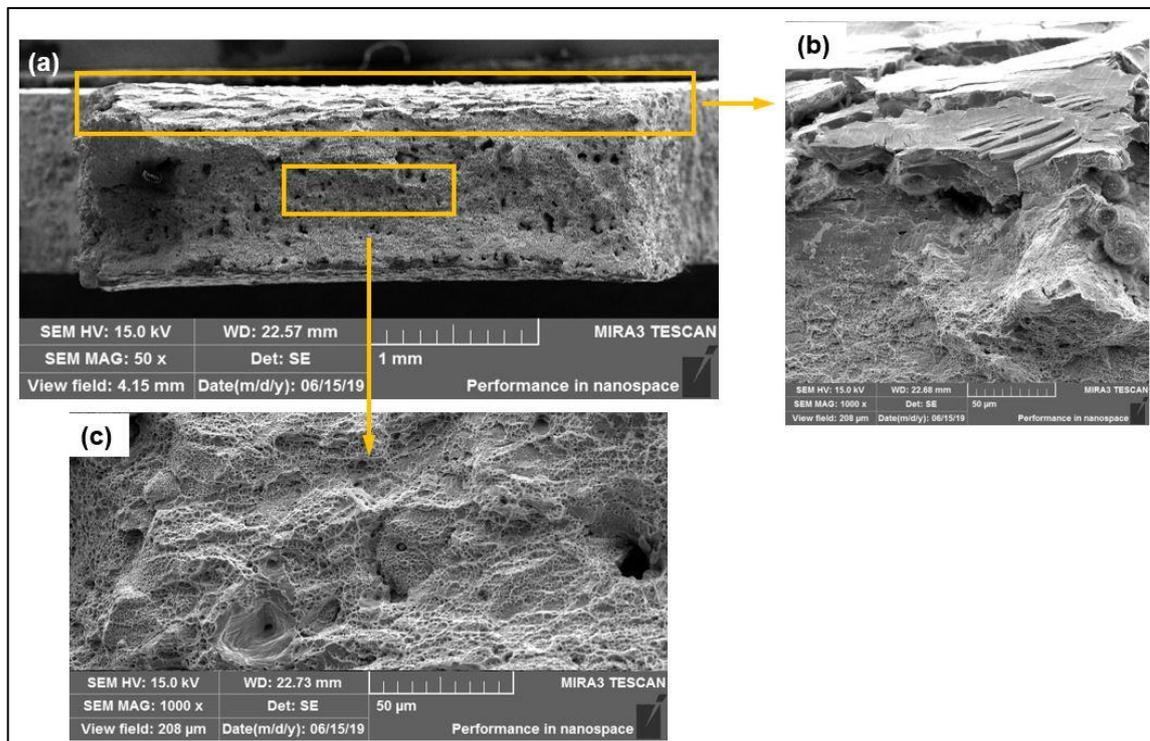
Figura 44 - Regiões de fratura da amostra 316LMAH, (a) vista de toda a extensão de fratura, (b) vista da região superior, (c) vista da região central e (d) vista da lateral de fratura.



Fonte: A autora.

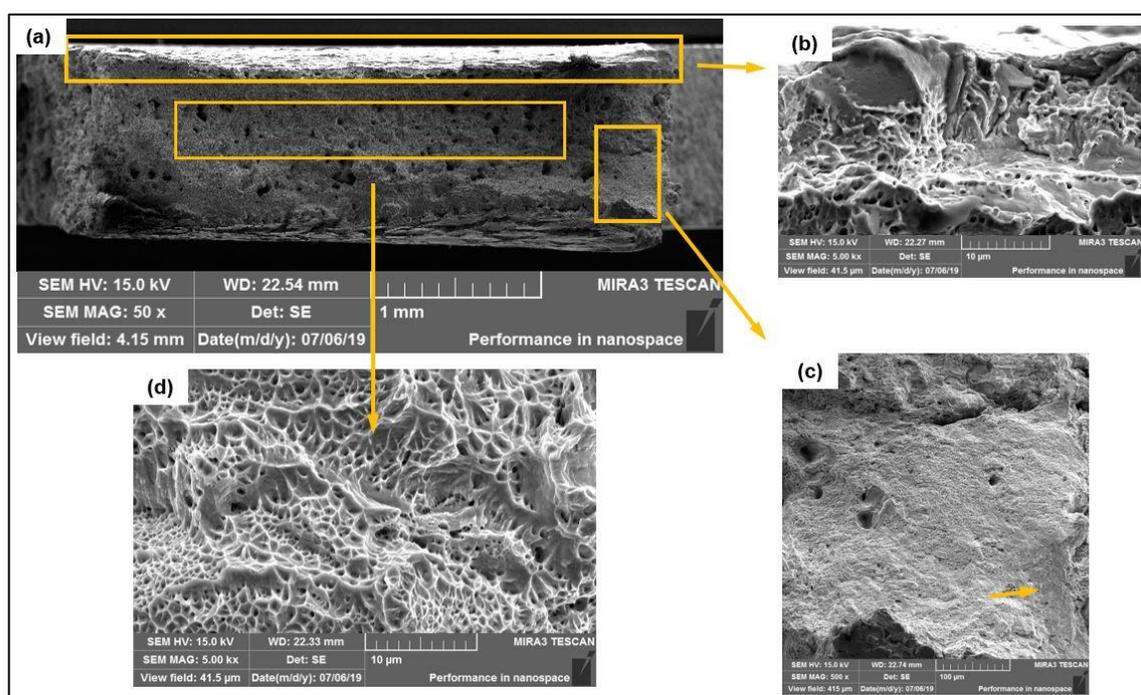
Na Figura 45, nota-se uma região fragilizada mais significativa na parte superior da área de fratura (Figura 45b), sendo que ao centro do corpo de prova, foram identificados “dimples” bem definidos (Figura 45c). Já a amostra 316LH (Figura 46) não apresentou uma área fragilizada bem definida na superfície (Figura 46b). Porém, é possível notar que nas bordas (Figura 46c) há regiões lisas e com “dimples” mais rasos. No centro na fratura (Figura 46d), observam-se “dimples” definidos.

Figura 45 - Regiões de fratura da amostra 316LMATH, (a) vista de toda a extensão de fratura, (b) vista da região superior, (c) vista da região central de fratura.



Fonte: A autora.

Figura 46 - Regiões de fratura da amostra 316LH, (a) vista de toda a extensão de fratura, (b) vista da região superior, (c) vista da região central e (d) vista da lateral de fratura.



Fonte: A autora.

Com as imagens de fratura apresentadas, pôde-se medir a região fragilizada nas amostras 316LMAH e 316LMATH. Foram realizadas 5 medidas para cada condição. A amostra 316LMAH apresentou  $66,57 \pm 7,98 \mu\text{m}$  de comprimento fragilizado na parte superior da fratura e  $5,37 \pm 0,48 \mu\text{m}$  na parte lateral. Para a amostra 316LMATH foi observado maior irregularidade da camada fragilizada na região superior da fratura, apresentando um valor de  $197,29 \pm 39,36 \mu\text{m}$ . Com esse resultado, pode-se verificar que o tratamento térmico levou à maior espessura de camada fragilizada devido à hidrogenação.

Com o software Highscore Plus<sup>®</sup>, foi possível estimar a profundidade de interação do feixe incidente durante o ensaio de difração de raios X. Isto é feito considerando-se a composição química do material. Para as amostras de MA, esse valor corresponde a  $7,686 \mu\text{m}$ , e para a amostra de aço laminado esse valor é de  $7,461 \mu\text{m}$ . Logo, a difração de raios X ocorreu na camada hidrogenada.

### 5.2.3 Cálculo da Camada Fragilizada pelo Hidrogênio Utilizando o Coeficiente de Difusão

Por meio do coeficiente de difusão (D) do hidrogênio no aço AISI 316L, é possível calcular a penetração teórica do hidrogênio nas amostras, gerando a camada fragilizada. De acordo com a literatura, pode-se calcular os valores de D utilizando alguns parâmetros ou até mesmo encontrar o valor já tabelado. A camada do hidrogênio (d) pode ser obtida utilizando a 2ª Lei de Fick, conforme a Equação 29 a seguir:

$$d = \sqrt{2Dt} \quad (29)$$

Sendo t, o tempo em segundos do procedimento de hidrogenação (302.400 s para as amostras do 316L manufatura aditiva (MA) e laminado). De acordo com Murakami et al.<sup>101</sup>, o valor de D para difusão do hidrogênio em um aço 316L laminado, a 323 K (50 °C), é igual a  $2,4 \times 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$ . Aplicando-se esse valor na Equação 26 e admitindo o tempo de hidrogenação já mencionado, o valor de d é igual à  $12,05 \mu\text{m}$ . Kim et al.<sup>102</sup> apresentou em seu estudo uma equação para o valor de D do hidrogênio

no aço 316L de acordo com a temperatura. Essa equação é apresentada na Equação 30.

$$D = (6,2 \times 10^{-7}) \times e^{(-53,630/RT)} \quad (30)$$

Onde T é a temperatura de hidrogenação em Kelvin (298 K, 25 °C) e R a constante dos gases (8,31434 kJ/kmol-K). Dessa forma, o valor de D encontrado foi de  $2,47 \times 10^{-16}$  m<sup>2</sup>/s, levando a um valor de d igual a 12,21 μm. Conforme a Figura 46, as amostras de AISI 316L laminado comercial não apresentaram uma faixa de fragilização bem definida. Porém, as regiões fragilizadas podem ser observadas em aproximadamente 10 μm na parte superior da fratura (conforme Figura 46b). Isso mostra concordância da literatura com os experimentos obtidos.

Poucos são os trabalhos que apresentam análises de difusão do hidrogênio utilizando o coeficiente de difusão em amostras de manufatura aditiva (MA). Lin et al.<sup>103</sup> formulou equações para os valores de D para o aço 316L laminado a frio (“cold-rolled”, CR –  $D_{316L}$ ) e produzido por manufatura aditiva (“Selective Laser Melting”, SLM –  $D_{SLM316L}$ ). As equações são listadas a seguir:

$$D_{316L} = 1,38 \times 10^{-7} \times e^{(\frac{50,91}{RT})} \quad (31)$$

$$D_{SLM316L} = 1,01 \times 10^{-6} \times e^{(\frac{56,156}{RT})} \quad (32)$$

Aplicando-se a temperatura de hidrogenação igual a 273 K (temperatura ambiente), obteve-se valores de d iguais a 9,98 μm e 9,36 μm para as amostras de aço laminado e de MA, respectivamente. Estes resultados mostram que a difusão do hidrogênio nas amostras de MA seria ligeiramente menor em relação ao aço laminado comercial. Porém, neste mesmo trabalho foi demonstrado que, em altas temperaturas, os arranjos de discordâncias formados pelo processo de MA facilitarão a difusão do hidrogênio. No entanto, esse mecanismo parece não ter grande efeito quando a hidrogenação é realizada em temperatura ambiente. Lin et al.<sup>103</sup> ainda cita que outros estudos são necessários para compreender melhor a difusão nas amostras de MA.

Analisando-se os valores medidos de camada fragilizada para as amostras 316LMAH e 316LMATH, nota-se que o valor experimental da camada fragilizada é maior que o teórico, o que indica que os parâmetros de hidrogenação utilizados (densidade de corrente e tempo de hidrogenação) foram eficientes para o processo de hidrogenação das amostras.

#### 5.2.4 Análise de Crussard-Jaoul Modificada

A variação da taxa de encruamento com a variação da deformação verdadeira é apresentada na Figura 47 (a-c). Os gráficos com os diferentes estágios obtidos pela análise de Crussard-Jaoul Modificada (C-J) também são apresentados na Figura 47 (d-f).

Nota-se que as amostras produzidas por MA apresentaram maiores variações de taxa de encruamento em relação às amostras de aço laminado. A amostra 316LMAH apresentou menores valores iniciais de taxa de encruamento em relação à amostra 316LMATA, porém, exibiu maiores valores próximo à 0,02 de deformação verdadeira. Já as amostras 316LMATTA e 316LMATH apresentaram valores próximos de taxa de encruamento, com maiores oscilações para a condição 316LMATTA. Em relação às amostras não tratadas (Figura 47a), ambas as amostras apresentaram menores variações, exibindo decaimento inicial e baixa variação posterior. As amostras de aço laminado apresentaram baixa variação na taxa de encruamento durante o ensaio.

Em relação à análise de Crussard-Jaoul Modificada, nota-se que ambas as condições mostradas em d) apresentam os 5 estágios (A-E). O estágio B é mais longo para a amostra hidrogenada quando comparada com a amostra não hidrogenada. Isto mostra maior influência de maclação primária após a hidrogenação, o que corrobora com o resultado de maior deformação apresentada pela amostra hidrogenada. Após o tratamento térmico (Figura 47e), há ausência do estágio E, referente a formação de feixes espessos de maclas, para a condição hidrogenada. Para a amostra de aço laminado, nota-se grande influência de maclação primária e secundária (estágios B e D) para a amostra 316LTA.

Para a condição hidrogenada, nota-se que o estágio referente à maclação secundária foi suprimido (estágio D). Com as regiões dos estágios bem definidas

apresentadas na Figura 47, relacionou-se os valores de deformação verdadeira com as curvas de tensão x deformação de engenharia e os dados obtidos por difração de raios X, conforme seção 5.2.5.

#### 5.2.5 Difração de Raios X *In situ*

A Figura 48 apresenta os difratogramas iniciais para as amostras de MA e aço laminado nas condições hidrogenado e não hidrogenado.

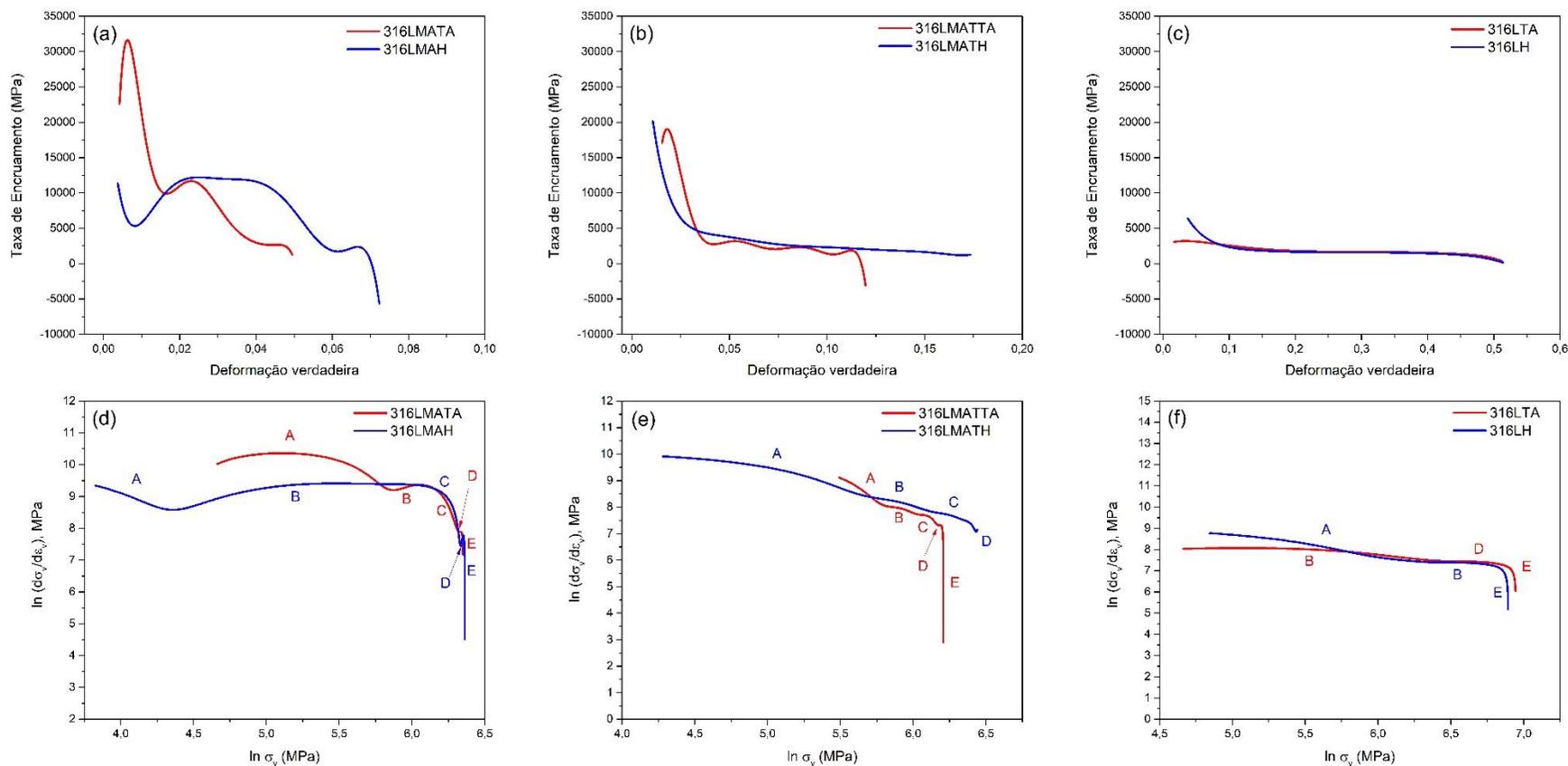
Para o aço AISI 316L MA como fabricado, nota-se os 6 picos de austenita na condição não hidrogenada (temperatura ambiente, curva vermelha). Quando hidrogenada (curva azul), além destes picos, há a formação de martensita  $\epsilon$ , indicada pelo pico (0 0 2), como reportado pela literatura (teoria HIPT) <sup>62,63</sup>.

Quando tratado termicamente, o aço 316L MA apresenta os mesmos picos em relação à condição como fabricado (não hidrogenado/temperatura ambiente e hidrogenado), porém, nota-se maior intensidade no pico de martensita  $\epsilon$ , o que pode estar relacionado à maior quantidade da fase presente. A formação dessa fase somente na condição hidrogenada para as amostras de MA resulta nos maiores níveis de deformação observados para a condição hidrogenada em relação a não hidrogenada <sup>62,63</sup>.

Para o aço 316L laminado, também há a presença dos 6 picos de austenita para a condição não hidrogenada, além de 3 picos referentes à martensita  $\alpha'$ . Na condição hidrogenada, observa-se o pico de martensita  $\epsilon$  (0 0 2) e os picos próximos à 70° (martensita  $\alpha'$  (3 1 0) e austenita (4 0 0)) não estão presentes.

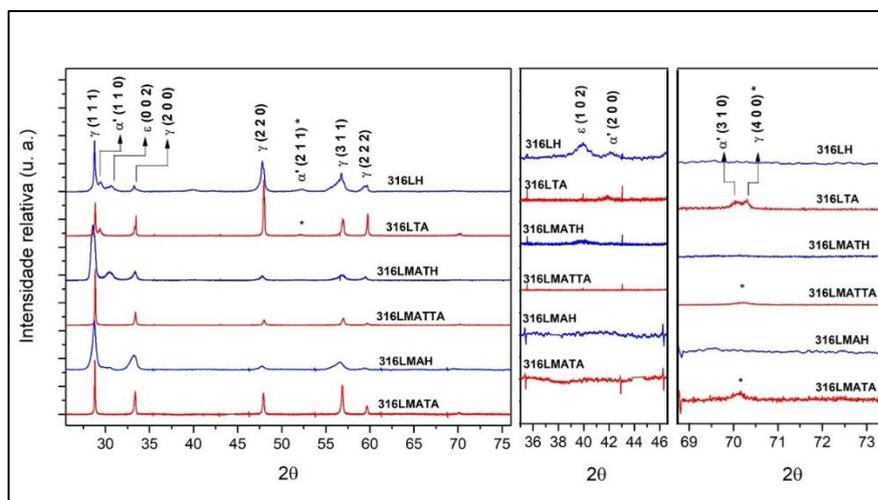
A Figura 49 traz os gráficos de cores, gerados no software IgorPro, das amostras de aço AISI 316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado, nas condições não hidrogenado/temperatura ambiente e hidrogenado. Os mapas de cores gerados pelo software indicam como os picos (indicados por linhas vermelhas e identificadas no mapa) se alteram ao longo da deformação (conseqüentemente, do tempo de ensaio). Ou seja, é uma visualização de todos os difratogramas em seqüência coletados durante o ensaio, em uma perspectiva superior dos pontos mais altos dos picos. Os eixos x e y estão relacionados à  $2\theta$  (28° a 50°) e tempo (s), respectivamente.

Figura 47 - Taxa de encruamento e Análise de Crussard-Jaoul modificada. a) Taxa de encruamento para 316LMATA e 316LMAH, b) Taxa de encruamento para 316LMATTA e 316MATH, c) Taxa de encruamento para 316LTA e 316LH, d) Crussard-Jaoul modificada para 316LMATA e 316LMAH, e) Crussard-Jaoul modificada para 316LMATTA e 316LMATH, f) Crussard-Jaoul modificada para 316LTA e 316LH.



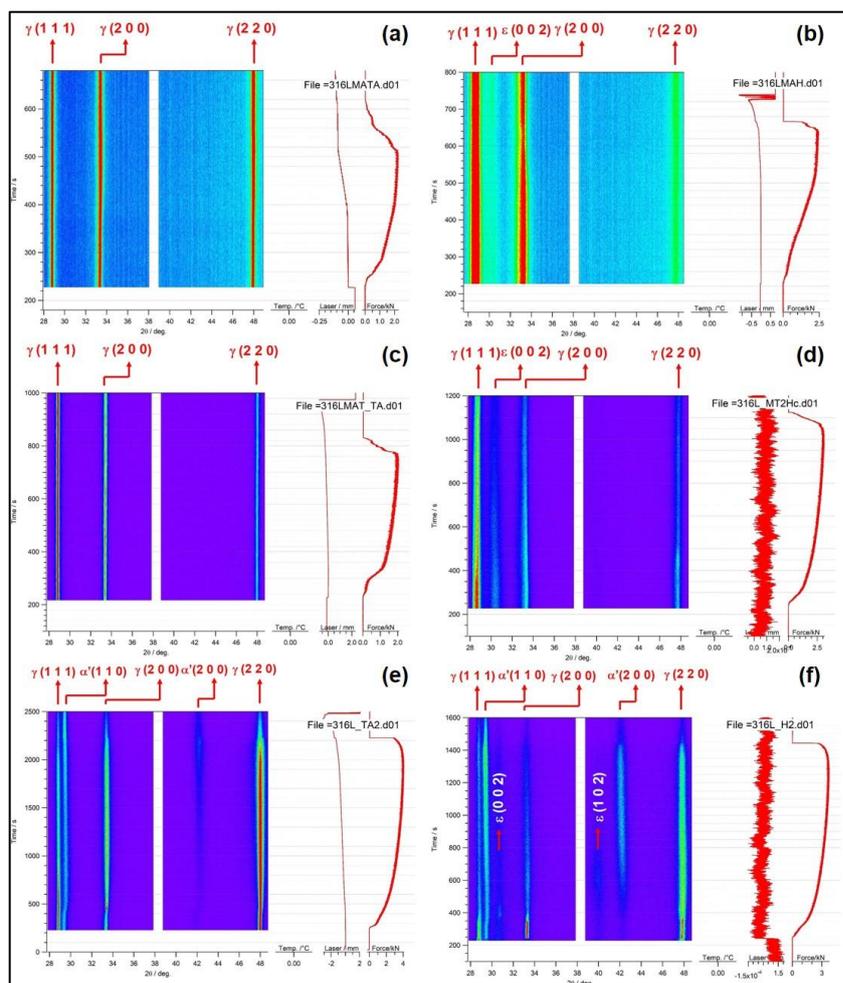
Fonte: A autora.

Figura 48 - Difratogramas iniciais das amostras 316L MATA, 316LMAH, 316LMATTA, 316LMATH, 316LTA e 316LH.



Fonte: A autora.

Figura 49 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L nas condições hidrogenada e não hidrogenada, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo.



Fonte: A autora.

O mapa apresentado na Figura 49a é referente ao ensaio realizado na condição MA sem hidrogenação/temperatura ambiente, o mapa da Figura 49b está relacionado à MA hidrogenado. A Figura 49c é referente à MA tratado termicamente não hidrogenado/temperatura ambiente e a Figura 49d, à MA tratado termicamente hidrogenado. As Figuras 49e e 49f são os mapas de cores dos ensaios das condições laminado não hidrogenado/temperatura ambiente e hidrogenado, respectivamente.

Pode-se notar que para as amostras de MA (tanto a condição como fabricado quanto após o tratamento térmico), não houve transformação de fases durante todo o ensaio de tração em condição ambiente. Na condição hidrogenada, ambas as amostras apresentaram martensita  $\epsilon$ , já identificada nos difratogramas iniciais (antes do ensaio).

Para a amostra de 316L laminado e ensaiado em temperatura ambiente, nota-se o pico de  $\alpha'$  (1 1 0) identificado antes do ensaio o pico  $\alpha'$  (2 0 0) formado durante o ensaio mecânico. Para a condição hidrogenada, nota-se dois picos referentes à martensita  $\epsilon$  e dois picos referentes à martensita  $\alpha'$  que mudam de intensidade durante o carregamento.

Os valores de tamanho de cristalito obtidos durante a deformação são apresentados na Figura 50 (a-c). Observa-se que após a hidrogenação, houve decaimento do tamanho de cristalito médio da austenita para todas as condições. Isto é representado pelos triângulos vermelhos para a condição não hidrogenada com valores acima dos triângulos azuis (condição hidrogenada). Com o aumento de lacunas e defeitos intersticiais gerados pela entrada do hidrogênio na estrutura cristalina do material, ocorreu o refino do cristalito<sup>60,62</sup>. Também é notado nas figuras a-c o refino no tamanho de cristalito para as amostras produzidas por MA em relação ao material laminado, conforme já apresentado.

Ainda é possível relacionar que não houve grandes variações de tamanho de cristalito para as condições de MA, principalmente após a hidrogenação. Já o material laminado não hidrogenado apresentou queda no tamanho de cristalito após o estágio B da análise de Crussard-Jaoul. Um efeito similar ocorreu para as amostras da Figura 48b, porém, com menor intensidade (menor variação). Isto está justamente ligado à ativação de maclação primária, levando ao refinamento do cristalito. Para a condição hidrogenada, o tamanho de cristalito inicial da austenita apresentou menores valores

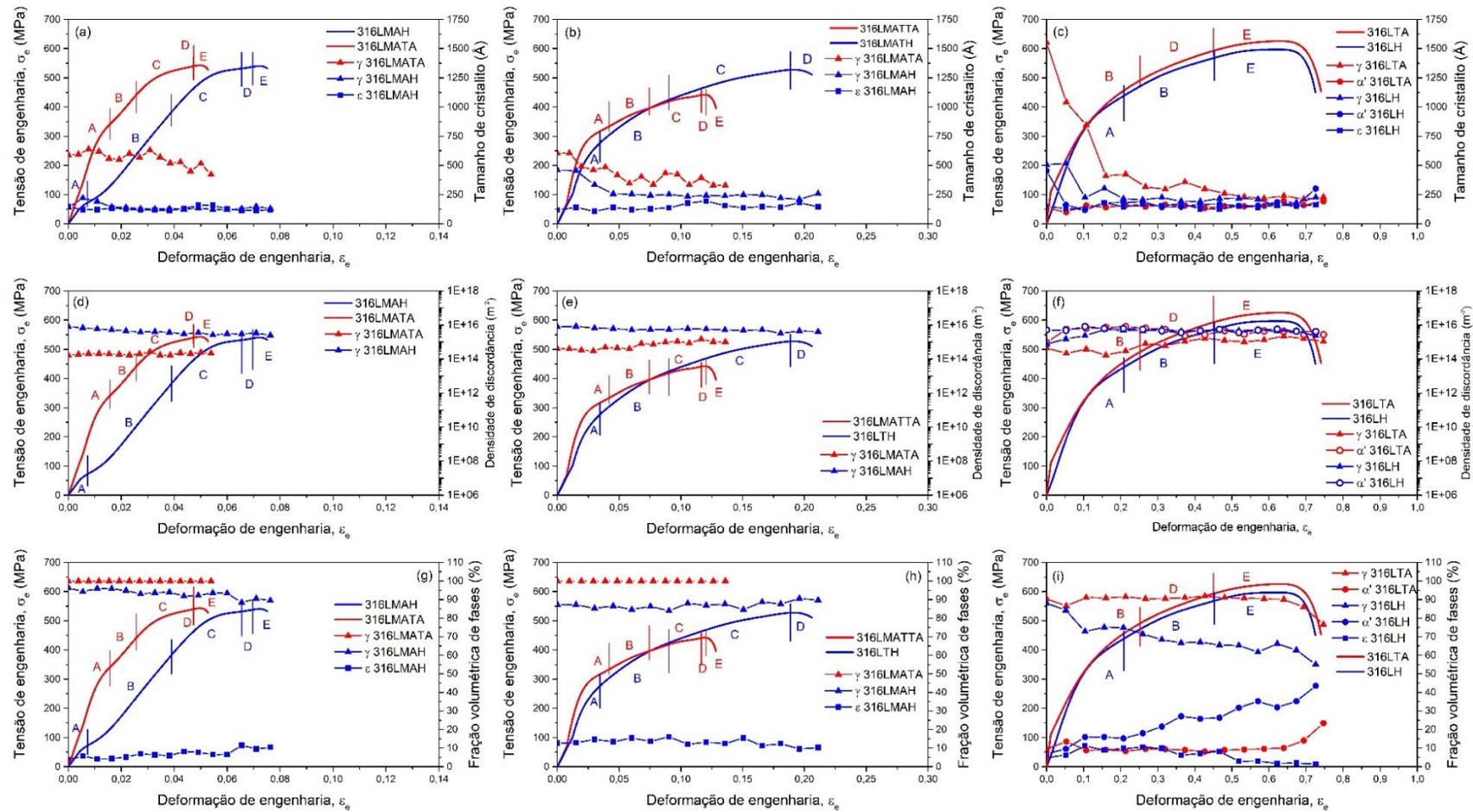
que a amostra não hidrogenada e o decaimento não foi tão abrupto. Além disso, nota-se maior refino para as fases de martensita  $\varepsilon$  e  $\alpha'$ .

O aumento dos defeitos devido à entrada do hidrogênio na amostra levou ao aumento da microdeformação na rede cristalina. Isto resultou em maior densidade de discordância para as condições hidrogenadas, conforme pode ser visto nas Figura 50 d-f.

A proporção volumétrica de fases é mostrada nas Figura 50 g-i. Como já apresentado nos gráficos obtidos pelo IgorPro<sup>®</sup>, as amostras produzidas por MA como fabricado e após o tratamento térmico apresentaram somente austenita durante todo o ensaio de tração para a condição não-hidrogenada. Com a hidrogenação, as amostras 316LMAH e 316LMATH apresentaram a formação de martensita  $\varepsilon$ . A amostra 316LMAH apresentou menores valores iniciais dessa fase em comparação com a amostra 316LMATH. Na Figura 50g é possível notar que houve um aumento de martensita após o estágio D da análise de C-J, relacionando-se com a ativação de maclação secundária, podendo ser um sítio de formação para  $\varepsilon$ . Essa fase levou ao aumento da ductilidade das amostras hidrogenadas, visto que a condição não hidrogenada não apresentou transformações de fase. Portanto, houve um aumento de deformação para as condições hidrogenadas nas amostras de MA devido à transformação de fase induzida pelo hidrogênio<sup>60,62</sup>.

A amostra 316LTA apresentou martensita  $\alpha'$  na condição inicial e durante a deformação, observada pelo aumento da porcentagem de  $\alpha'$  a partir do estágio E de C-J. Nesta condição, não houve presença da fase  $\varepsilon$ . Para a condição hidrogenada, houve a formação de  $\varepsilon$  com valores de porcentagem aproximadamente constantes até o estágio E. A partir disso, houve um decaimento na fração volumétrica dessa fase, indicando a transformação  $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ . Comparando-se as amostras de MA e as amostras de aço laminado, nota-se que a fase  $\alpha'$  não é observada nas condições de MA. Houve somente a formação de  $\varepsilon$  devido à hidrogenação. Isto mostra que a austenita é mais estável para as amostras de MA devido ao refino microestrutural fornecido por essa técnica. Conforme literatura, observa-se inibição da transformação martensítica para menores valores de tamanho de grão<sup>104</sup>. Observa-se também, maior estabilidade da fase  $\varepsilon$ , não ocorrendo a reação  $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ . Isto explica os maiores valores de deformação para as amostras hidrogenadas.

Figura 50 - Dados obtidos por meio do ensaio de tração com difração *in situ*. Tamanho de cristalito para a) 316LMATA e 316LMAH, b) 316LMATTA e 316LMATH, c) 316LTA e 316LH. Densidade de discordâncias para d) 316LMATA e 316LMAH, e) 316LMATTA e 316LMATH, f) 316LTA e 316LH. Fração volumétrica de fases para g) 316LMATA e 316LMAH, h) 316LMATTA e 316LMATH, i) 316LTA e 316LH.

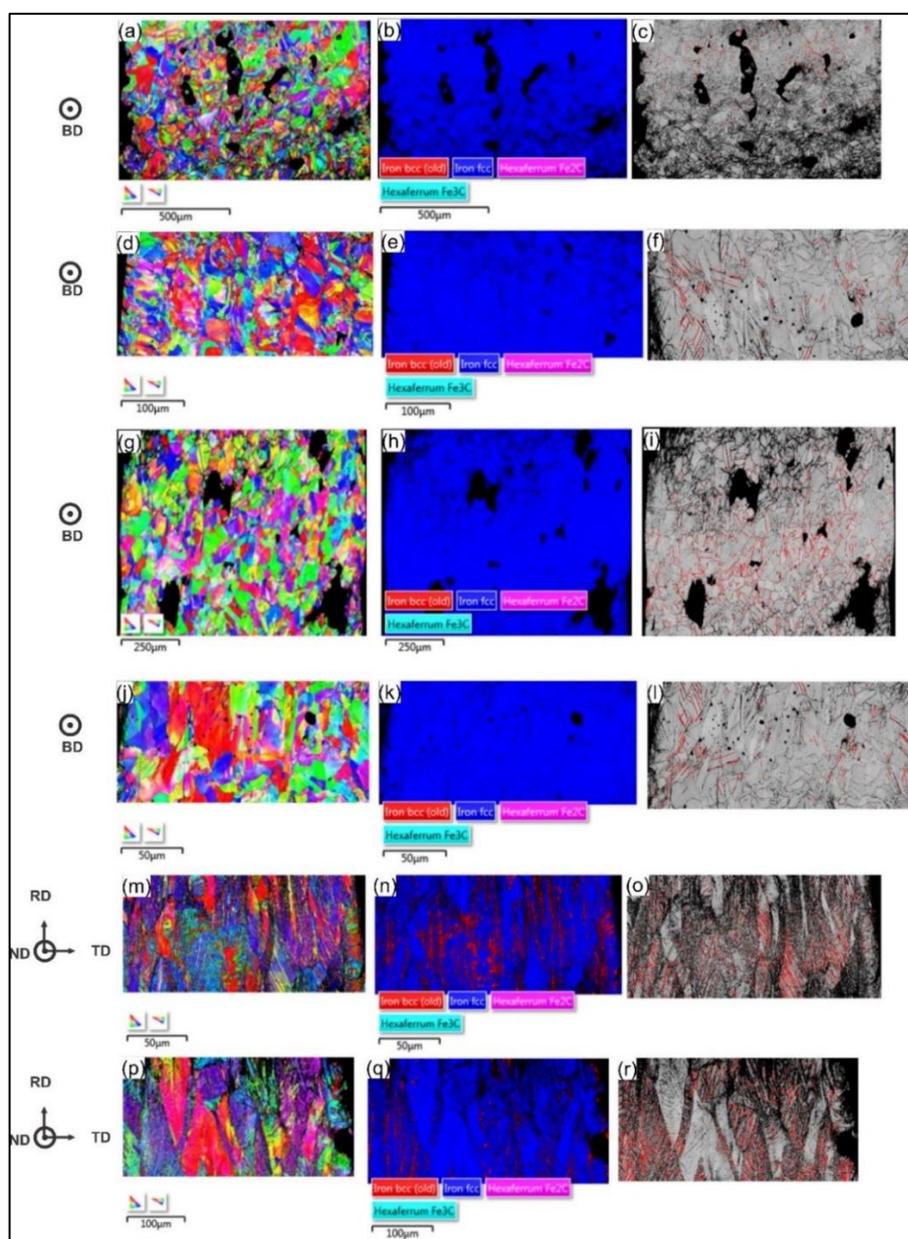


Fonte: A autora.

### 5.2.6 Análise por EBSD das amostras após a fratura

Na Figura 51 são apresentadas as Figuras de Polo Inversa (FPI), mapa de fases (MF) e identificação de maclas (em vermelho) para as amostras referentes ao estudo do efeito do hidrogênio. As maclas foram destacadas utilizando o software ATEX<sup>®</sup>.

Figura 51 - FPI, MF e identificação de maclas após tração. FPI para (a) 316LMATA, (d) 316LMAH, (g) 316LMATTA, (j) 316LMATH, (m) 316LTA e (p) 316LH. MF para (b) 316LMATA, (e) 316LMAH, (h) 316LMATTA, (k) 316LMATH, (n) 316LTA e (q) 316LH. Maclas para (c) 316LMATA, (f) 316LMAH, (i) 316LMATTA, (l) 316LMATH, (o) 316LTA e (r) 316LH.



Fonte: A autora.

Nas FPI's é possível notar pouca deformação dos grãos para as amostras produzidas por MA em relação ao material laminado. Isto é resultado da porosidade, que é bem evidente nas figuras. Em relação às maclas nas amostras de MA, verifica-se maior quantidade nas amostras tratadas termicamente e grãos mais deformados, como já era previsto devido ao maior grau de deformação. Pode-se notar também que os grãos para as condições hidrogenadas estão mais deformados.

Nos mapas de fases, observou-se somente austenita (em azul) para todas as condições de MA. Neste caso, o resultado da proporção de fases obtido pela difração de Raios x é mais confiável pois, além dos dados serem coletados in situ (não permitindo reversão da martensita até a análise), a interação do feixe com a amostra é maior para o ensaio de difração.

O material laminado apresenta os grãos mais deformados de todo o conjunto de amostras, sendo que a amostra 316LTA exibe grãos mais deformados em relação à amostra 316LH. Ambas as condições apresentaram austenita e martensita  $\alpha'$  (vermelho) nos mapas de fases e grande quantidade de maclas.

### 5.3 ESTUDO DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA NAS AMOSTRAS DE 316L MA E LAMINADO

#### 5.3.1 Curvas TensãoxDeformação

Para a análise de amostras referente ao conjunto do estudo da deformação criogênica, fez-se a seguinte nomenclatura apresentada no Quadro 2.

Quadro 2 - Identificação do conjunto de amostras referentes ao estudo da deformação criogênica.

(continua)

Condição	Nomenclatura
Amostra de MA ensaiada em temperatura de -50°C (TC50)	316LMATC50
Amostra de MA ensaiada em temperatura de -100°C (TC100)	316LMATC100

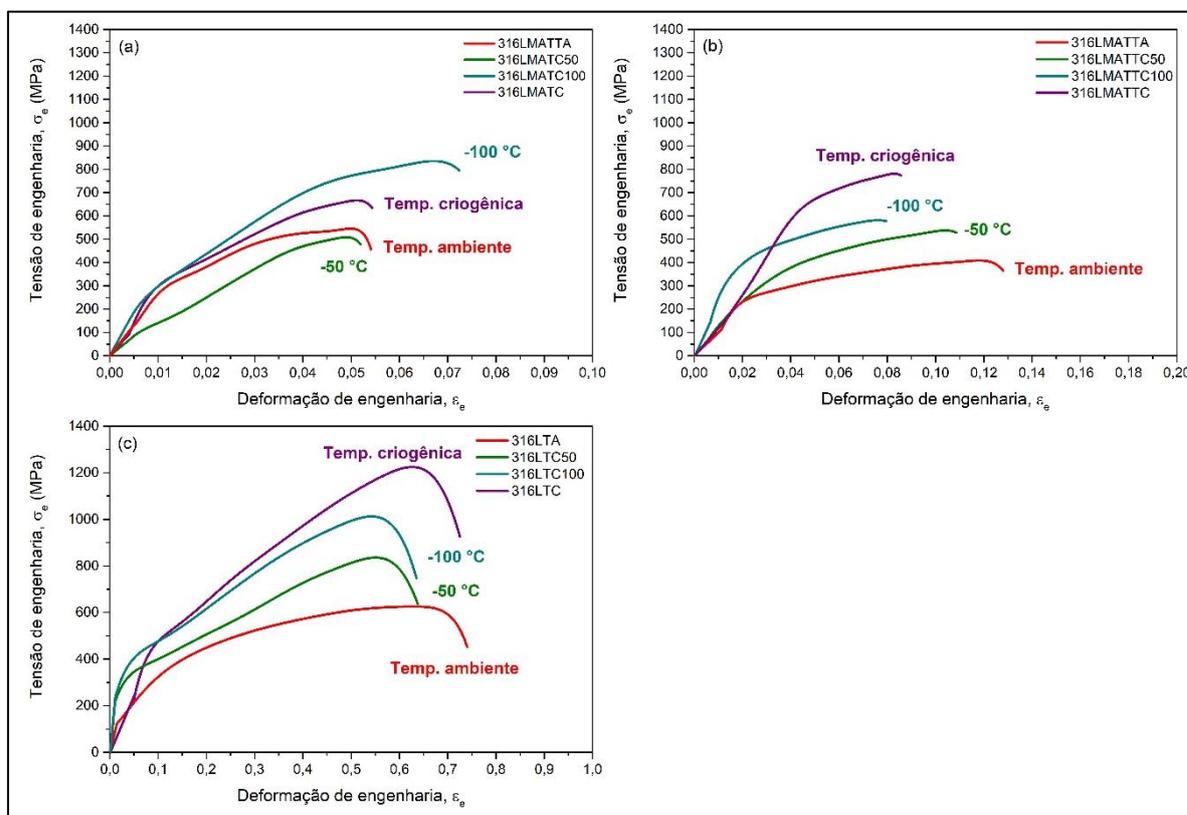
Quadro 2 - Identificação do conjunto de amostras referentes ao estudo da deformação criogênica.

(conclusão)

Condição	Nomenclatura
Amostra de MA ensaiada em temperatura de -150 a -190°C (TC)	316LMATC
Amostra de MA tratada termicamente ensaiada em temperatura de -50°C (TC50)	316LMATTC50
Amostra de MA tratada termicamente ensaiada em temperatura de -100°C (TC100)	316LMATTC100
Amostra de MA ensaiada em temperatura de -150 a -190°C (TC)	316LMATTC
Amostra de aço laminado comercial ensaiada em temperatura de -50°C (TC50)	316LTC50
Amostra de aço laminado comercial ensaiada em temperatura de -100°C (TC100)	316LTC100
Amostra de aço laminado comercial ensaiada em temperatura de -150 a -190°C (TC)	316LTC

A Figura 52 a seguir traz as curvas tensão x deformação para as três condições estudadas 316L MA como fabricado (a), MA tratado termicamente (b) e laminado (c) ensaiados em temperatura ambiente (vermelho), a -50 °C (verde), -100 °C (azul) e em temperatura criogênica (roxo).

Figura 52 - Curvas tensão-deformação de amostras do aço inoxidável 316L MA como fabricado (a), MA tratado termicamente (b) e laminado (c), ensaiadas em temperatura ambiente, a -50 °C (TC 50), -100 °C (TC 100) e em temperatura criogênica (TC).



Fonte: A autora.

Em relação às curvas de tensão x deformação para as amostras produzidas por MA sem tratamento térmico (Figura 52a), nota-se decaimento de LRT e deformação para a amostra ensaiada a -50 °C (316LMATC50) em relação à amostra ensaiada em temperatura ambiente (316LMATA). Este pode ser o efeito da diminuição da mobilidade de discordâncias e encruamento relatado pela literatura, bem como porosidade elevada, levando a amostra a ser, possivelmente, não representativa<sup>5,71</sup>.

Com a diminuição da temperatura (-100 °C e temperatura criogênica), observa-se aumento tanto de LRT quanto de deformação, sendo que a -100 °C apresentou os maiores valores dessas duas propriedades. Neste caso, pode ter ocorrido transformações de fases (apresentado nos gráficos de cores do programa IgorPro<sup>®</sup>) e ativação de outros mecânicos de deformação como deformação por maclagem. Inicialmente, houve aumento dessas condições à -100 °C. A diminuição da deformação e LRT em temperatura criogênica pode se dar por saturação desses mecanismos e novamente, um processo de encruamento<sup>5,6,68-72,74-76</sup>.

Para a amostra produzida por MA e tratada termicamente (Figura 52b), observou-se decaimento dos valores de deformação para todas as amostras ensaiadas em temperatura negativa - 316LMATTC50 (ensaiada a  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), 316LMATTC100 (ensaiada a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) e 316LMATTC (ensaiada em temperatura criogênica  $\sim -190\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) - em relação à amostra ensaiada em temperatura ambiente (316LMATTA), mostrando um efeito de encruamento pelo abaixamento da temperatura <sup>5,71</sup>. Porém, notou-se aumento dos níveis de tensão suportados e LRT (com destaque para os maiores valores em temperatura criogênica). De  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  houve diminuição da deformação. A amostra ensaiada em temperatura criogênica voltou a apresentar maiores valores de deformação em relação à amostra ensaiada a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (mesmo apresentando valor inferior à deformação em temperatura ambiente). Este pode ser resultado das transformações de fase e outros mecanismos de deformação <sup>5,6,68-72,74-76</sup>.

Para o grupo de amostras provenientes da chapa de 316L (Figura 52c) é possível observar aumento dos níveis de tensão e LRT com o abaixamento da temperatura para todas as condições em temperatura negativa. Para as amostras ensaiadas em  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  (316LTC50) e  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (316LTC100), notam-se níveis de deformação similares (e inferiores à amostra ensaiada em temperatura ambiente – 316LTA) e maiores níveis de tensão para a amostra 316LTC100. Já a amostra em temperatura criogênica (316LTC) apresentou menores valores de tensão no regime elástico em comparação com as amostras 316LTC50 e 316LTC100, porém, maior valor de LRT e deformação comparável com a amostra 316LTA. A análise dos dados com informações da literatura indicam dificuldade do movimento de discordâncias com o abaixamento da temperatura (316LTC50 e 316LTC100) e ativação de outros mecanismos que levaram ao aumento de LRT e da deformação (316LTC) <sup>5,6,68-72,74-76</sup>.

A Tabela 9 traz os resultados de LRT, deformação ( $\varepsilon_{\text{def}}$ ) e alongamento final para as condições estudadas.

Somente o valor de LRT referente à amostra produzida por MA, tratada termicamente e ensaiada em temperatura ambiente está abaixo do especificado pela norma ASTM A240/A240M – 19. Os valores de deformação para as amostras produzidas por MA também se encontram abaixo do especificado, como já discutido. Na tabela 10, os valores de variação em porcentagem das propriedades LRT e  $\varepsilon_{\text{def}}$  total são apresentados para as amostras ensaiadas em temperaturas negativas em

relação aos mesmos valores apresentados para as amostras ensaiadas em temperatura ambiente.

Tabela 9 - Propriedades mecânicas das amostras 316L MA, MA tratado termicamente e laminado ensaiadas a -50 °C, -100°C e em temperatura criogênica.

Condição		LRT (MPa)	$\epsilon_{def}$ Total	Alongamento final (mm)
316LMA	TA	567	0,054	0,57
	TC50	530	0,052	0,56
	TC100	865	0,072	0,80
	TC	690	0,054	0,57
316LMA TRATADA TERMICAMENTE	TA	464	0,136	1,10
	TC50	562	0,108	0,90
	TC100	607	0,079	0,64
	TC	801	0,086	0,69
316L LAMINADO	TA	646	0,747	4
	TC50	856	0,636	3,35
	TC100	1035	0,628	3,34
	TC	1244	0,724	3,81

Fonte: A autora.

Tabela 10 - Variação em porcentagem das propriedades mecânicas apresentadas pelas amostras ensaiadas em temperaturas negativas em relação às amostras ensaiadas em temperatura ambiente.

(continua)

Condição		Variação de LRT (%)	Variação de $\epsilon_{def}$ total (%)
316LMA	TC50	-6,53	-3,90
	TC100	52,56	33,77
	TC	21,69	-0,92
316LMA TRATADA TERMICAMENTE	TC50	21,12	-20,37
	TC100	30,82	-41,62
	TC	72,63	-37,06

Tabela 10 - Variação em porcentagem das propriedades mecânicas apresentadas pelas amostras ensaiadas em temperaturas negativas em relação às amostras ensaiadas em temperatura ambiente.

(conclusão)

Condição		Variação de LRT (%)	Variação de $\epsilon_{def}$ total (%)
316L LAMINADO	TC50	32,51	-14,86
	TC100	60,22	-15,93
	TC	92,57	-3,08

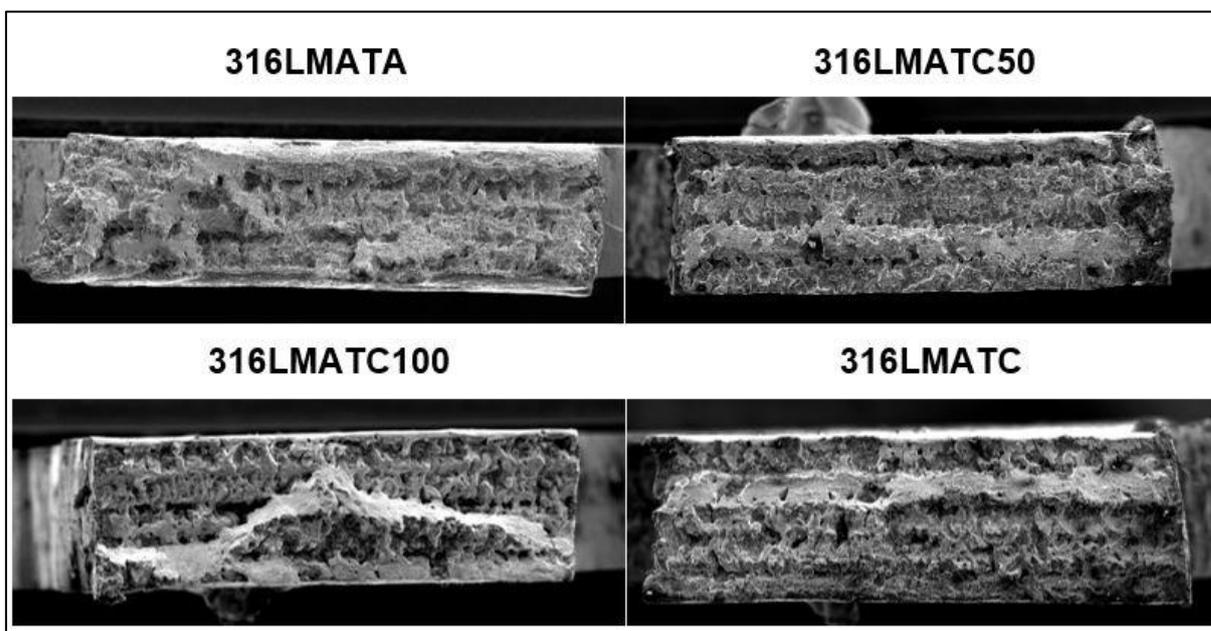
Fonte: A autora.

### 5.3.2 Fractografia e Redução de Área

Nas Figuras 53, 54 e 55 a seguir são ilustradas as fractografias obtidas para as amostras de 316L MA, MA tratado termicamente e laminado para os ensaios conduzidos em temperatura ambiente, -50 °C, -100 °C e em temperatura criogênica. A partir dos perfis de fratura apresentados, calculou-se a RA (%) pelo programa ImageJ.

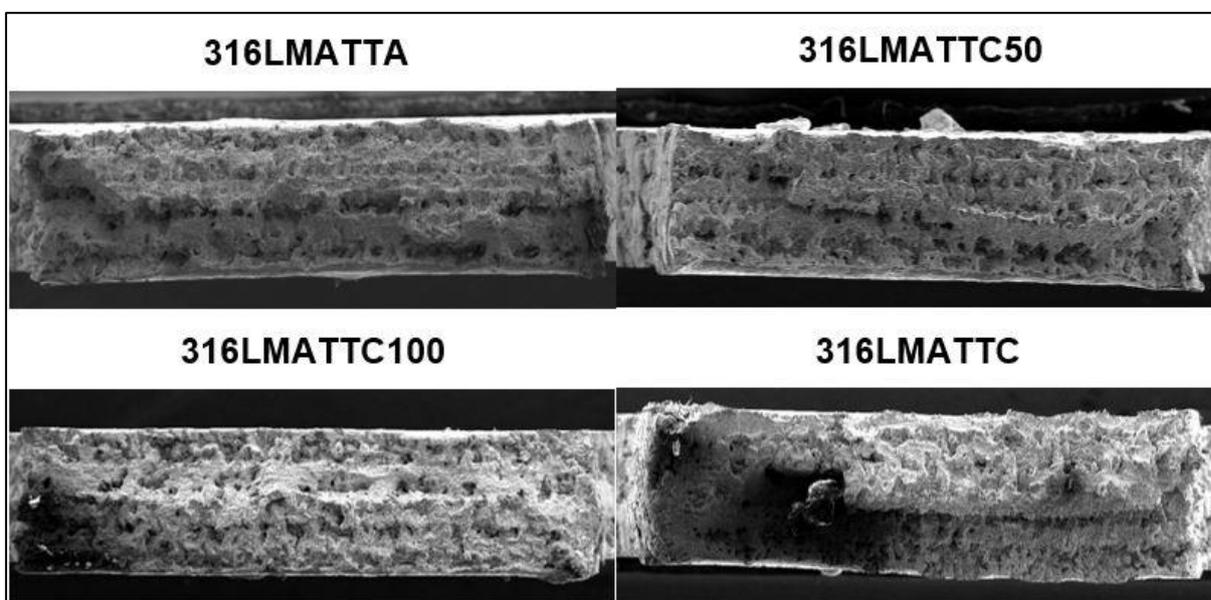
Os valores de RA (%) para as amostras apresentadas nas Figuras 53, 54 e 55 são apresentados na Tabela 11. Ao analisar a tabela, pode-se notar aumento da RA (%) com a redução da temperatura para as amostras de 316L produzidas por MA como fabricado. Identificou-se o maior aumento em redução de área em relação à temperatura ambiente dentre todas as condições analisadas, de 180% para o ensaio realizado em temperatura criogênica. Na condição tratado termicamente, observa-se aumento da RA (%) com a diminuição da temperatura ambiente para -50 °C e a partir disso, o decréscimo dessa propriedade. Para a condição laminada, observa-se redução da RA (%) com o abaixamento da temperatura de ensaio.

Figura 53 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L MA como fabricado ensaiados em temperatura ambiente (316LMATA), -50 °C (316LMATC50), -100 °C (316LMATC100) e criogênica (316LMATC).



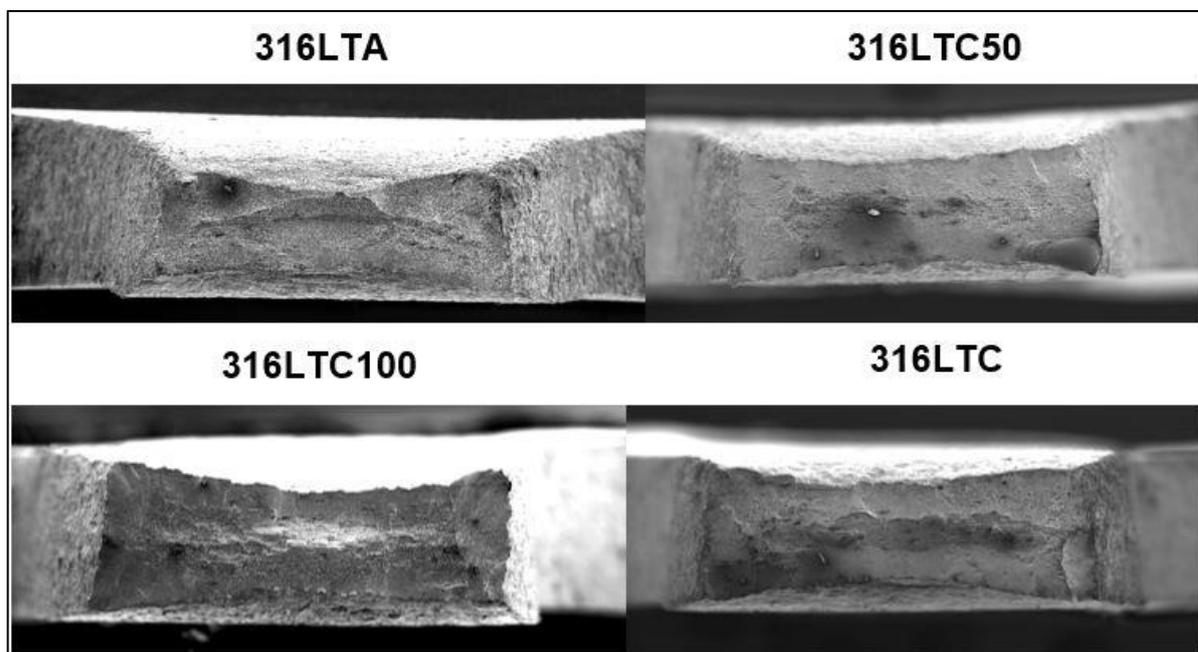
Fonte: A autora.

Figura 54 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L MA tratado termicamente ensaiados em temperatura ambiente (316LMATTA), -50 °C (316LMATTC50), -100 °C (316LMATTC100) e criogênica (316LMATTC).



Fonte: A autora.

Figura 55 - Fractografia dos corpos de prova de aço inoxidável AISI 316L laminado ensaiados em temperatura ambiente (316LTA), -50 °C (316LTC50), -100 °C (316LTC100) e criogênica (316LTC).



Fonte: A autora.

Tabela 11 - RA (%) das amostras 316L MA como fabricado, MA tratado termicamente e laminado ensaiadas em temperatura ambiente, -50 °C, -100 °C e temperatura criogênica.

Condição		RA (%)	Diferença de RA em relação à condição ambiente (%)
316L MA como fabricado	TA	3,93	-
	TC 50	4,14	5,24
	TC 100	9,85	150,76
	TC	11,00	180
316L MA tratado termicamente	TA	15,55	-
	TC 50	21,51	38,33
	TC 100	11,30	-37,64
	TC	7,49	-51,84
316L laminado	TA	74,19	-
	TC 50	65,01	-12,38
	TC 100	62,57	-15,66
	TC	60,51	-18,45

Fonte: A autora.

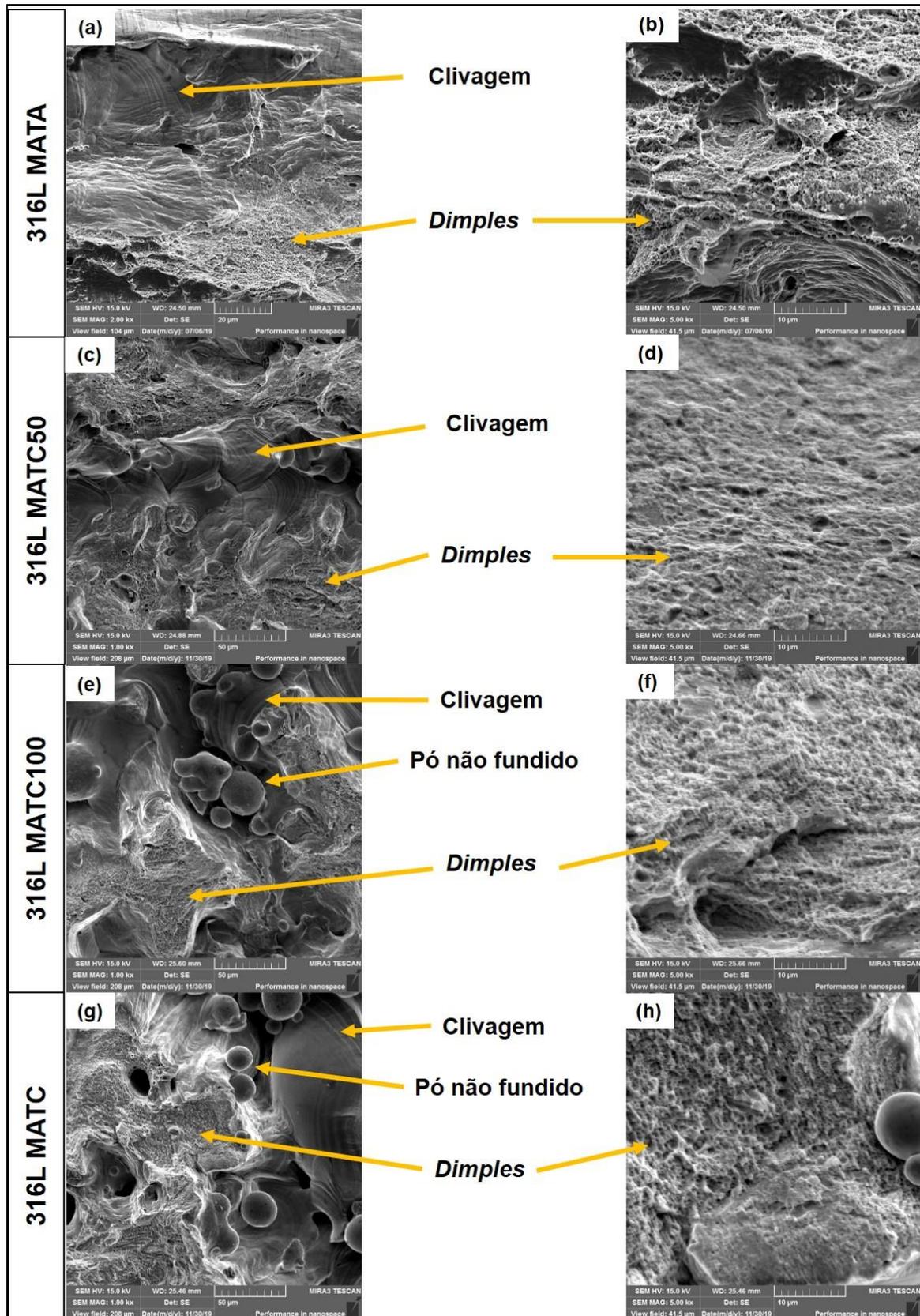
Nas Figuras 56, 57 e 58 são apresentados maiores detalhes da superfície de fratura para as amostras de 316L MA como fabricadas, MA tratado termicamente e laminado, respectivamente.

Para as amostras produzidas por MA sem tratamento térmico (Figura 56), é possível notar regiões de clivagem e formação de “dimples” em todas as condições. A clivagem é observada principalmente próximo aos pós não fundidos, mostrando a influência destes no comportamento mecânico. A presença de ambos os aspectos de fratura mostra o caráter de fratura tanto frágil (regiões de clivagem), como dúctil (presença de “dimples”). Também é possível notar partículas de pó não fundido. No geral, o tamanho de “dimples” é similar para todas as amostras, como ilustram as Figuras 57b, 57d, 57f e 57h. Nestas, todas as imagens possuem aumento de 5000x e é possível notar “dimples” de tamanho similares.

A superfície de fratura observada para as amostras de 316L MA após o tratamento térmico (Figura 57) é similar a analisada na Figura 56 (amostra sem tratamento térmico). É possível verificar regiões de clivagem e estrutura de “dimples” em todas as temperaturas, bem como partículas não fundidas. Em relação às estruturas de “dimples”, estes apresentam tamanho similar entre o grupo de amostras apresentada na Figura 57, porém, são ligeiramente maiores em relação à condição não tratada, podendo-se observar nas Figuras 58b, 58d, 58f e 58h.

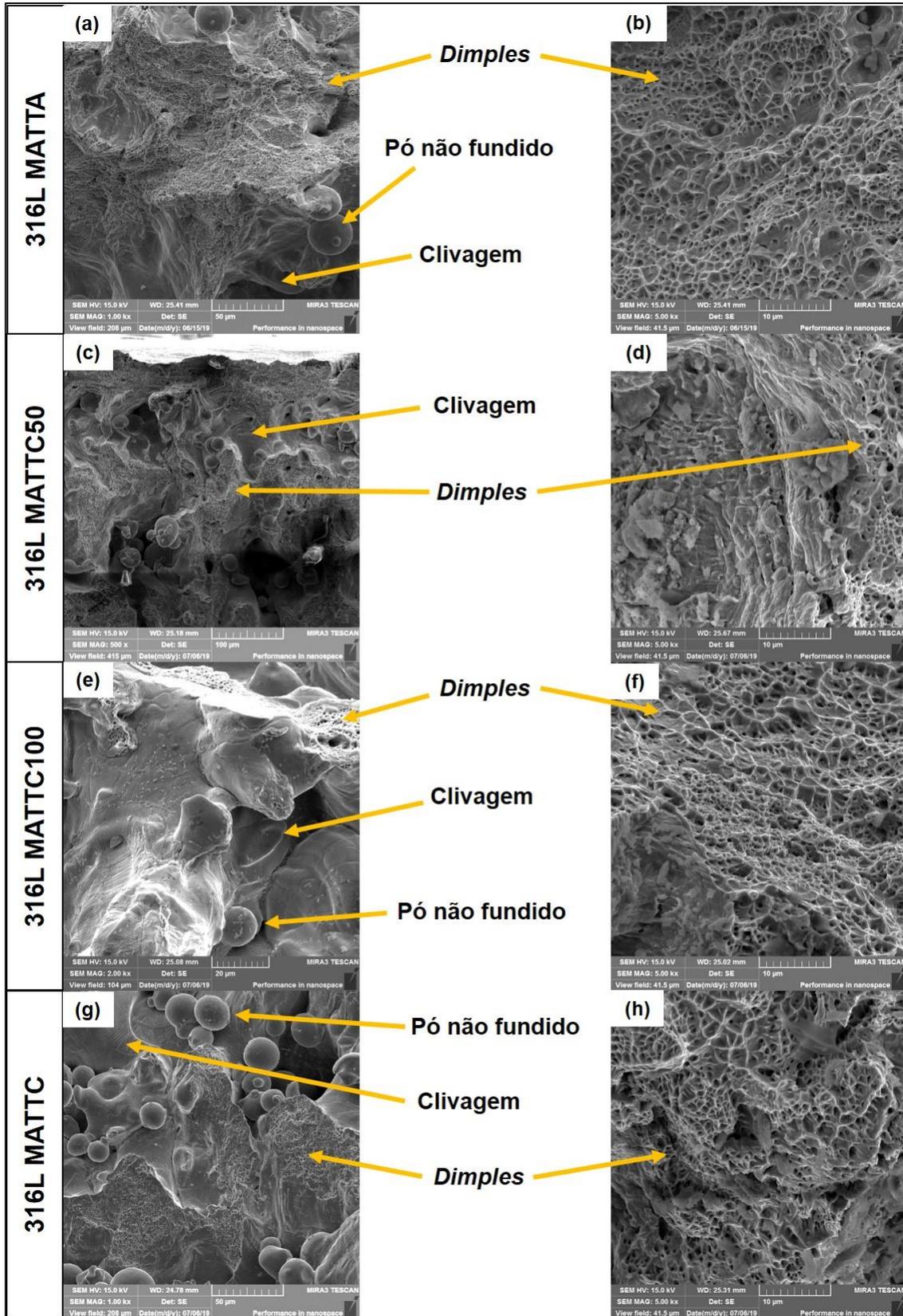
As amostras de aço 316L laminado apresentaram “dimples” em toda a superfície de fratura, para todas as condições de temperatura analisadas (Figura 58). Em temperatura ambiente, notou-se muitos arranjos de “dimples” coalescidos. A amostra ensaiada a  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  apresentou “dimples” rasos, com regiões quase planas. Para as fraturas analisadas provenientes dos ensaios a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  e em temperatura criogênica, observou-se “dimples” sem regiões planas, sendo que em temperatura criogênica verificou-se “dimples” menos profundos em relação às demais condições.

Figura 56 - Regiões de fratura do AISI 316L MA como fabricado ensaiado em temperatura ambiente (a, b), a -50 °C (c, d), a -100 °C (e, f) e em temperatura criogênica (g, h).



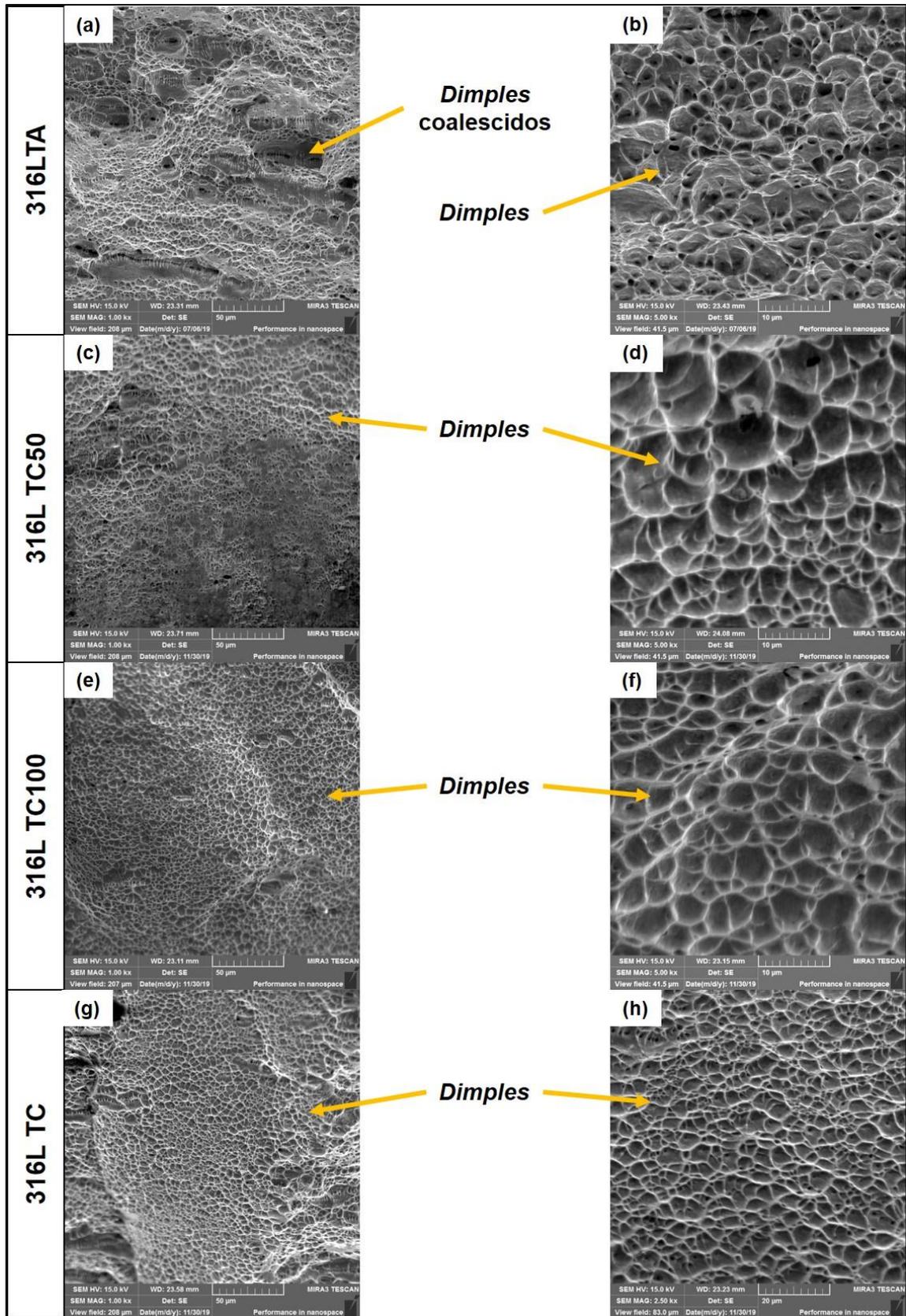
Fonte: A autora.

Figura 57 - Regiões de fratura do AISI 316L MA tratado termicamente ensaiado em temperatura ambiente (a, b), a -50 °C (c, d), a -100 °C (e, f) e em temperatura criogênica (g, h).



Fonte: A autora.

Figura 58 - Regiões de fratura do AISI 316L laminado ensaiado em temperatura ambiente (a, b), a -50 °C (c, d), a -100 °C (e, f) e em temperatura criogênica (g, h).



Fonte: A autora.

### 5.3.3 Análise de Crussard-Jaoul Modificada

Na Figura 59 a-c são apresentadas as curvas de taxa de encruamento. Na Figura 59a, são verificadas as curvas para as amostras 316LMATC100 e 316LMATC apresentam maiores valores iniciais de taxa de encruamento em relação às amostras 316LMATA e 316LMATC50. Após aproximadamente 0,15 de deformação, as curvas apresentam valores mais próximos de taxa.

Após o tratamento térmico (Figura 59b), a amostra que apresenta maiores valores de taxa iniciais é a 316LMATTC100. Porém, 0,25 a 0,5 de deformação, a amostra 316LMATTC apresenta os maiores valores de taxa, enquanto as outras amostras possuem valores similares. Para o material laminado (Figura 59c). As amostras 316LTC50, 316LTC100 e 316LTC apresentam maiores taxas de encruamento que a amostra 316LTA no geral, sendo que 316LTC apresenta os maiores valores. Estas três amostras apresentam mesmo padrão para a variação de taxa de encruamento.

Em relação à análise de C-J, todas as amostras da Figura 59d (MA sem tratamento térmico) apresentaram todos os estágios A-E com exceção da amostra 316LMATC50 que não apresentou o estágio E. Este está relacionado com a formação de feixes espessos de maclas. Dessa forma, é possível que a supressão desse estágio tenha levado à menor deformação e níveis de tensão apresentada pela amostra.

Após o tratamento térmico (Figura 59e), as amostras 316LMATTA e 316LMATTC50 apresentaram os cinco estágios. A amostra 316LMATTC100 apresentou supressão dos estágios C e D e a amostra 316LMATTC, do estágio B. Estas duas amostras apresentaram os menores níveis de deformação dentro do grupo de amostras de MA tratadas, podendo haver relação com a supressão desses estágios.

As amostras de aço laminado são apresentadas na Figura 59f. A amostra 316LTA apresentou somente os estágios B, D e E, que estão relacionados à elevada influência de maclação durante a deformação. As amostras 316LTC50, 316LTC100 e 316LTC apresentaram os estágios A, B e E, sendo que as amostras 316LTC50 e 316LTC também o estágio B (forte influência/ativação de maclação primária). Este estágio foi mais longo para a amostra 316LTC, o que é relacionado com a maior

deformação apresentada por essa condição em relação às outras amostras de temperaturas negativas. Com a menor temperatura, menor é a recuperação dinâmica apresentada, levando à maior quantidade de maclas.

#### 5.3.4 Difração de Raios X *In situ*

Na Figura 60 são ilustrados os difratogramas iniciais obtidos antes do ensaio de tração para as amostras de 316L MA como fabricado (a), MA após tratamento térmico (b) e laminado (c) para todas as temperaturas de ensaio analisadas – ambiente (vermelho), -50°C (verde), -100°C (azul) e criogênica (roxo).

Ao analisar as Figuras 60a e 60b, notam-se somente seis picos referentes à fase austenita. É possível notar diferença de intensidade para um mesmo pico nas diferentes temperaturas analisadas. Já para as amostras de 316L laminado (Figura 60c), observa-se a fase martensita  $\alpha'$  presente. Para os difratogramas referente à temperatura ambiente e -50 °C, identificou-se três picos de  $\alpha'$ , sendo eles: (1 1 0), (2 1 1) e (3 1 0). O perfil de difração obtido para a temperatura de -100 °C apresenta, além dos picos já citados de  $\alpha'$ , o pico (2 0 0) para essa mesma fase. Para o ensaio conduzido em temperatura criogênica, observou-se a formação de mais um pico de  $\alpha'$  – (2 2 0).

A Figura 61 traz os gráficos obtidos pelo programa IgorPro referente a sequência de todos os difratogramas coletados durante os ensaios de tração das amostras de 316L MA como fabricado em temperatura ambiente (Figura 61a), -50°C (Figura 61b), -100 °C (Figura 61c) e temperatura criogênica (Figura 61d).

Na Figura 62 são mostrados os mesmos gráficos de cores construídos no programa IgorPro®, porém, para a condição MA após tratamento térmico.

Figura 59 - Taxa de encruamento para a) 316LMATA, 316LMATC50, 316LMATC100 e 316LMATC, b) 316LMATTA, 316MATTC50, 316LMATTC100 e 316LMATTC, c) 316LTA, 316LH. Análise de C-J para d) 316LMATA, 316LMATC50, 316LMATC100 e 316LMATC, e) 316LMATTA, 316LMATTC50, 316LMATTC100 e 316LMATTC, f) 316LTA, 316LTC50, 316LTC100 e 316LTC.

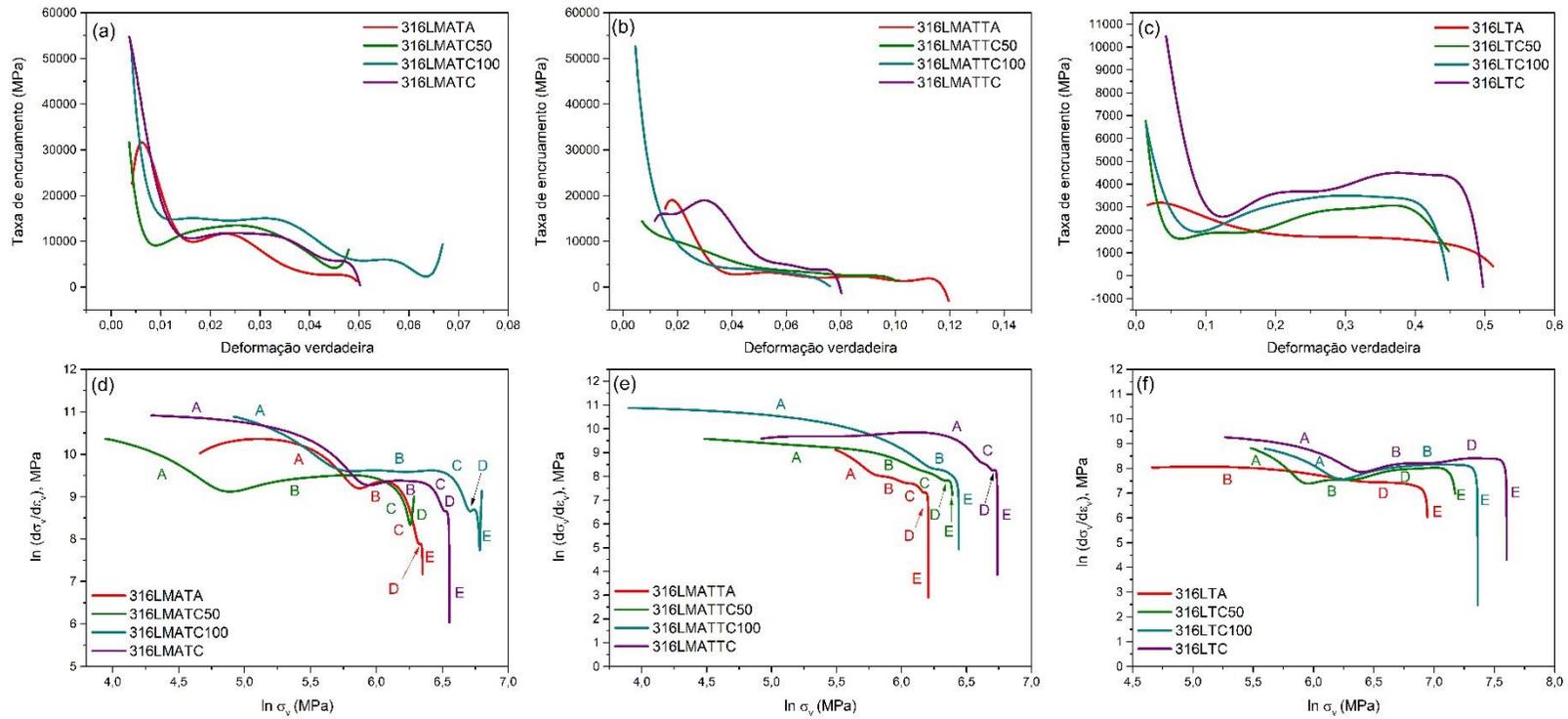
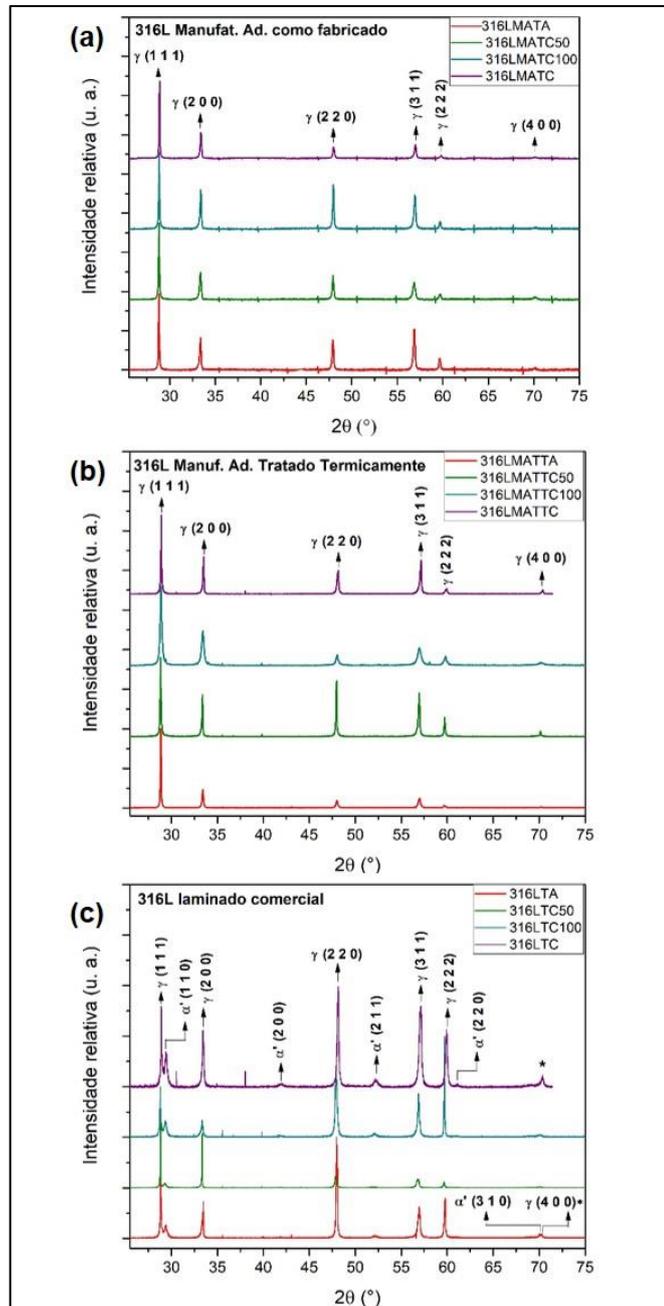
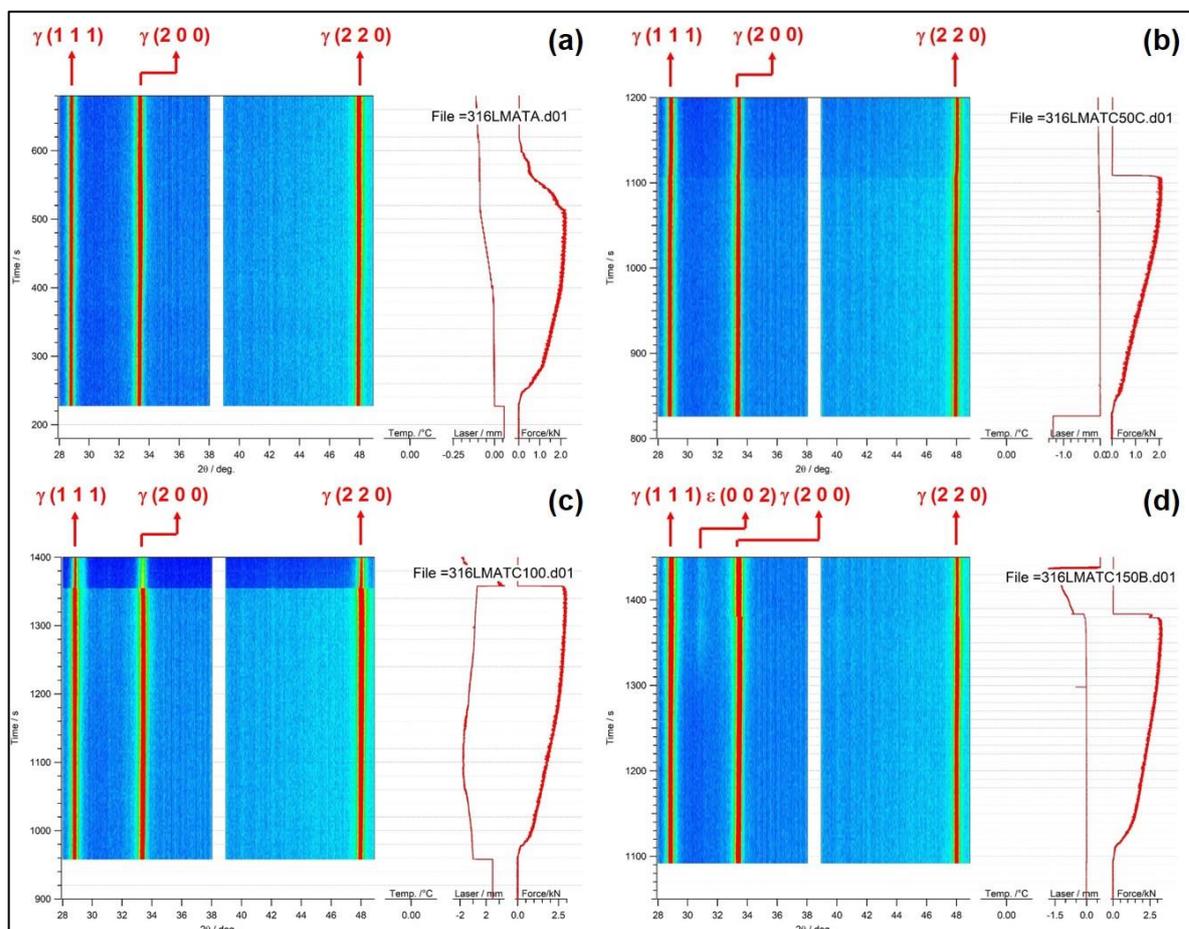


Figura 60 - Difrátogramas iniciais das amostras do aço 316L MA (como fabricado e tratado termicamente) e laminado para as diferentes temperaturas de ensaio.



Fonte: A autora.

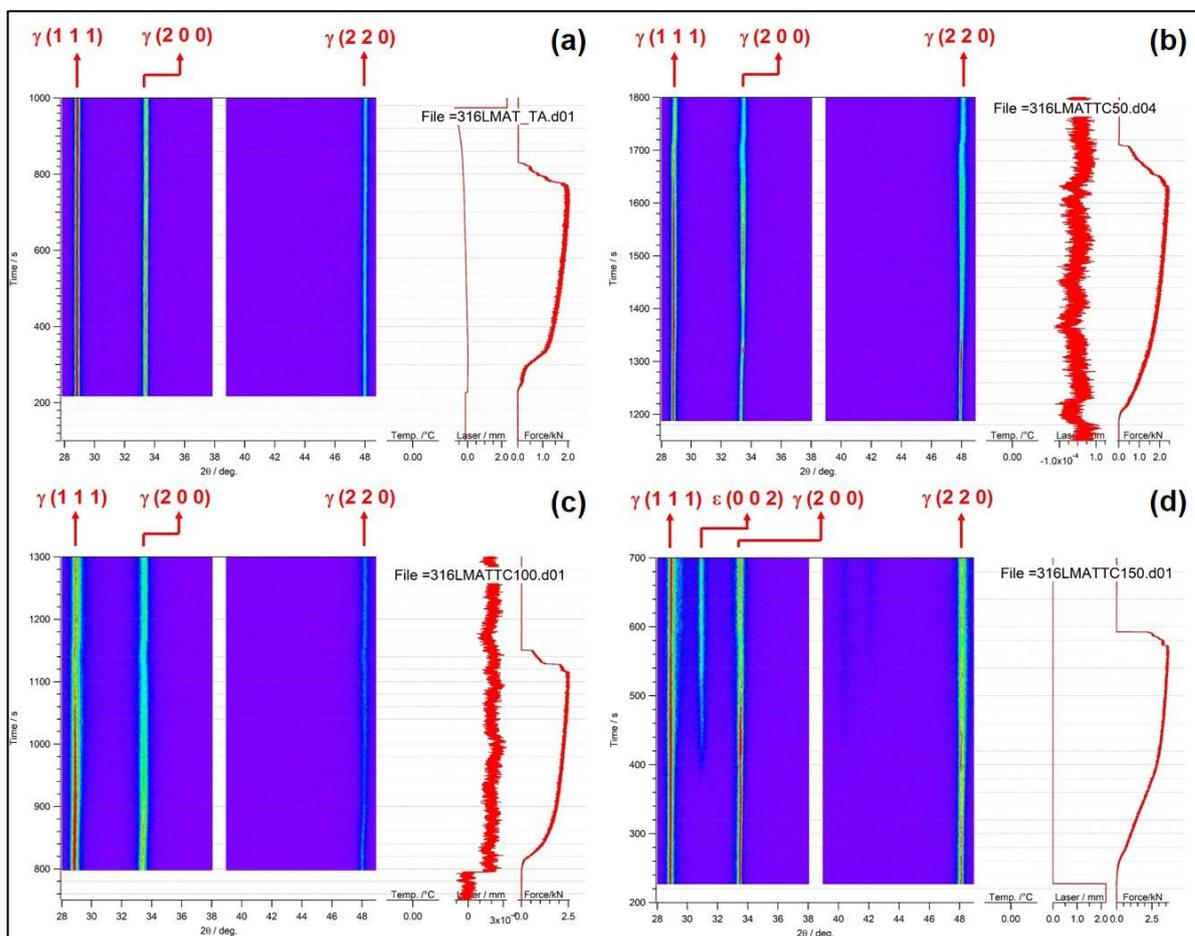
Figura 61 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L MA como fabricado para diferentes temperaturas de ensaio, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo. a) 316LMATA, b)316LMATC50, c)316LMATC100 e d)316LMATC.



Fonte: A autora.

Tanto para a condição MA como fabricado como para a MA após tratamento térmico, observa-se três picos de austenita para os ensaios realizados em temperatura ambiente,  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Para o ensaio realizado em temperatura criogênica, identificou-se o pico de martensita  $\epsilon$  para ambas as condições. Isso comprova a transformação de fase induzida por deformação em baixas temperaturas levando à maiores níveis de tensão e deformação <sup>5,68,71,78</sup>. Para os mapas referentes aos ensaiados em  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  e temperatura criogênica (MA como fabricado e tratado termicamente), pode-se notar leve alargamento do primeiro pico de austenita (1 1 1), visualizado na forma de uma linha mais grossa em relação à temperatura ambiente. Isto pode indicar formação de martensita  $\alpha'$  do pico (1 1 0) que geralmente aparece muito próximo ao pico de austenita citado. Na Figura 63 são mostrados os mapas de cores para as amostras de 316L laminado.

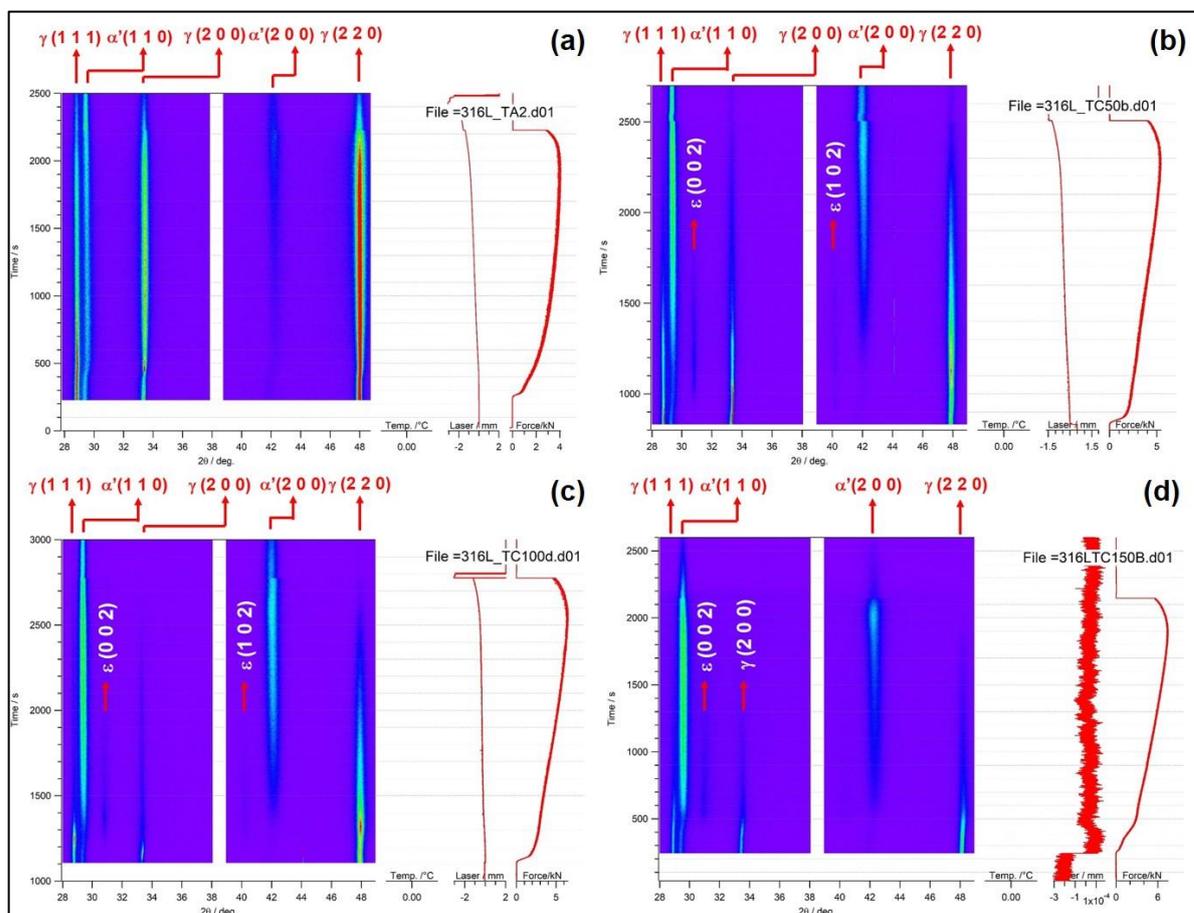
Figura 62 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L MA tratado termicamente para diferentes temperaturas de ensaio, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo. a) 316LMATTA, b) 316LMATTTC50, c) 316LMATTTC100 e d) 316LMATTTC.



Fonte: A autora.

Diferentemente das amostras produzidas por MA, as amostras de 316L laminado apresentam dois picos de martensita  $\alpha'$  – (1 1 0) e (2 0 0) - em todas as condições estudadas. Nota-se alargamento do pico (1 0 0)  $\alpha'$  com a diminuição da temperatura, efeito observado por linhas mais grossas. Os picos referentes à austenita se estreitam com a diminuição de temperatura e apresentam diminuição na intensidade das linhas nos mapas, o que mostra redução da intensidade dos picos. Isto leva à diminuição da intensidade integrada dos picos e consequentemente decréscimo da fração volumétrica, acarretando aumento da fase  $\alpha'$  em volume. Durante os ensaios em temperaturas negativas (Figuras 63b, 63c e 63d) também foi identificada a fase martensita  $\epsilon$ . Esta não foi observada nos difratogramas iniciais, formou-se durante o ensaio de tração, sendo induzida pela deformação aplicada.

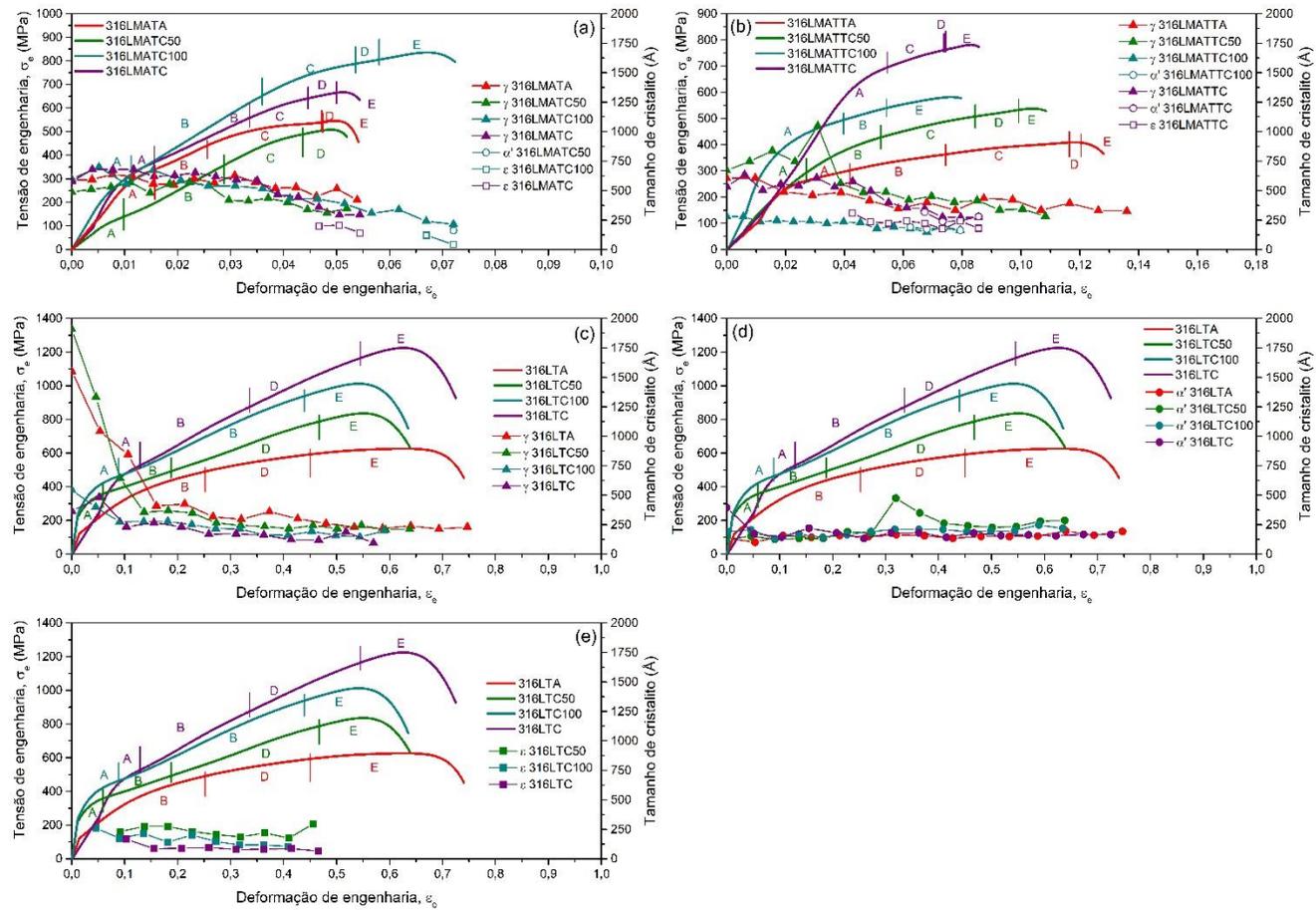
Figura 63 - Gráficos de cores gerados no software IgorPro das amostras de aço inoxidável AISI 316L laminado para diferentes temperaturas de ensaio, representando os ângulos dos picos de difração, em função do tempo. a) 316LTA, b) 316LTC50, c) 316LTC100 e d) 316LTC.



Fonte: A autora.

Os valores obtidos para o tamanho médio de cristalito para as amostras deformadas em temperaturas negativas são apresentados na Figura 64. As amostras de MA como fabricado (Figura 64a) apresentaram tamanho médio de cristalito da austenita próximos entre si e com pequeno decaimento ao longo do ensaio. As amostras 316LMATC100 e 316LMATC apresentaram martensita  $\epsilon$  nos últimos pontos analisados, sendo que esta fase apresentou maior refino em relação a austenita. A amostra 316LMATC100 apresentou martensita  $\alpha'$  no último ponto analisado com valor de tamanho de cristalito médio próximo ao da austenita.

Figura 64 - Tamanho de cristalito para as fases apresentadas pelas amostras a) 316LMATA, 316LMATC50, 316LMATC100 e 36LMATC, b) 316LMATTA, 316LMATTC50, 316LMATTC100 e 316LMATTC. c) austenita, d) martensita  $\alpha'$  e e) martensita  $\epsilon$  para 316LTA, 316LTC50, 316LTC100 e 36LTC.



Fonte: A autora.

Após o tratamento térmico (Figura 64b), houve refino microestrutural significativo para a austenita da amostra 316LMATC100. O restante do conjunto de amostras apresentou tamanhos de cristalito próximos para a austenita. A amostra 316LMATTC100 apresentou martensita  $\alpha'$  nos últimos pontos com valores de tamanho de cristalito próximos ao da austenita. A amostra 316LMATTC apresentou tanto  $\alpha'$  quanto  $\varepsilon$ , sendo que esta última foi identificada em pontos antecessores aos pontos em que foi notado  $\alpha'$ . A fase  $\varepsilon$  apresentou maior refino nos primeiros pontos e ao final do ensaio, tamanho similar ao da austenita.

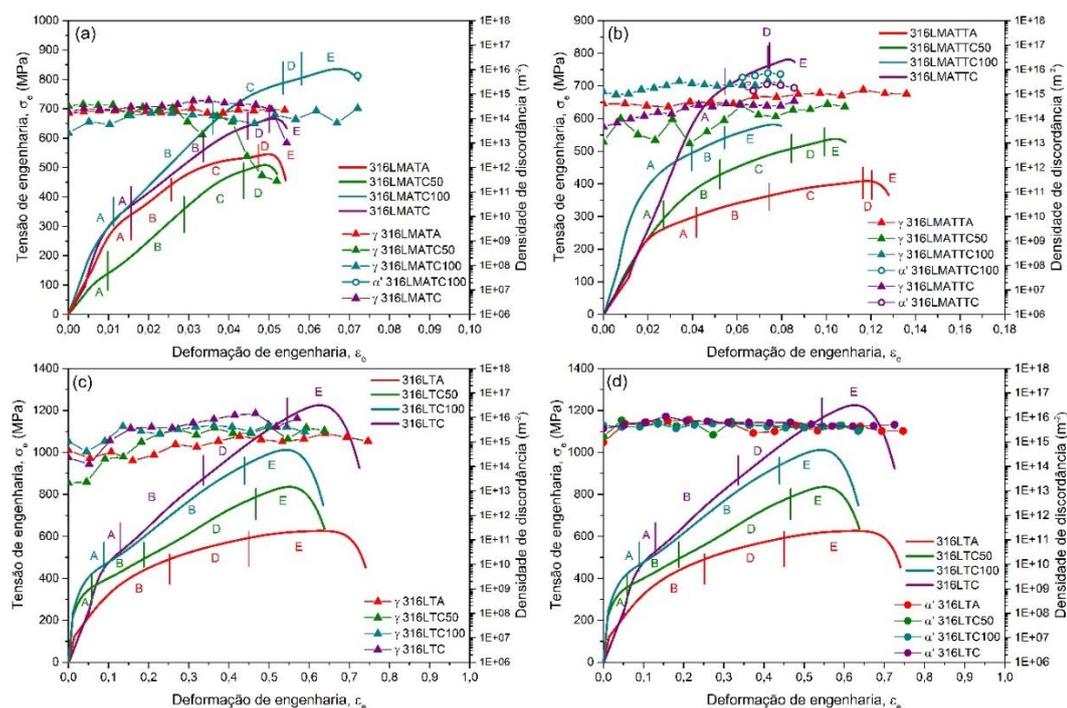
Para as amostras laminadas, notou-se refino inicial na austenita para as amostras 316LTC100 e 316LTC. Após aproximadamente 0,15 de deformação, as amostras exibiram tamanho de cristalito da austenita mais próximos, sendo que, pode-se elencar as amostras da mais refinada à mais grosseira como 316LTC, 316LTC100, 316LTC50 e 316LTA. Todas as amostras apresentaram a fase martensítica  $\alpha'$  (Figura 64 d). Notou-se maior refino para essa fase em relação à austenita e o valor do tamanho de cristalito variou pouco durante o ensaio, exceto por um aumento para a condição 316LTC50. Já em relação à martensita  $\varepsilon$ , somente as amostras ensaiadas em temperaturas negativas apresentaram esta fase, sendo que, da mais refinada para a mais grosseira, pode-se elencar as condições como: 316LTC, 316LTC100 e 316LTC50. Dessa forma, nota-se maior refino geral da estrutura para as condições de menor temperatura e presença de fase  $\varepsilon$  somente para as condições em temperatura negativa. Portanto, relaciona-se que a fase  $\varepsilon$  e o refino microestrutural são responsáveis pela maior tenacidade das amostras.

A densidade de discordâncias calculada para as fases das amostras de MA como fabricado e tratado termicamente são apresentadas nas Figuras 65a e 65b, respectivamente. Para o aço laminado a densidade de discordância da austenita é exibida na Figura 65c e da martensita  $\alpha'$ , na Figura 65d.

Para as amostras de MA como fabricado, observa-se valores próximos de densidade de discordância para a austenita, havendo uma queda significativa para a amostra ensaiada à  $-50^{\circ}\text{C}$  próximo ao estágio D (forte influência de maclação secundária). A amostra 316LMATC também apresentou queda de densidade de discordâncias próximo ao estágio D, porém, menor que a amostra 316LMATC50. As amostras ensaiadas em temperatura ambiente e à  $-100^{\circ}\text{C}$  apresentaram valores

constantes, sendo que esta última apresentou ainda martensita  $\alpha'$  o último ponto analisado com maior densidade de discordância com uma ordem de grandeza de diferença em relação à austenita.

Figura 65 - Densidade de discordâncias. a) amostras de MA como fabricado, b) amostras de MA tratado termicamente, c) austenita e d) martensita  $\alpha'$  para as amostras de aço laminado.



Fonte: A autora.

Após o tratamento térmico, nota-se menores valores de densidade de discordância da austenita para 316LMATTC50, porém, com aumento a partir do estágio C. As outras amostras apresentam valores mais constantes para a austenita, sendo que a amostra 316LMATTC100 apresenta os maiores valores. Tanto 316LMATTC100 quanto 316LMATTC apresentaram martensita  $\alpha'$  com densidade de discordância maior que a austenita das respectivas amostras.

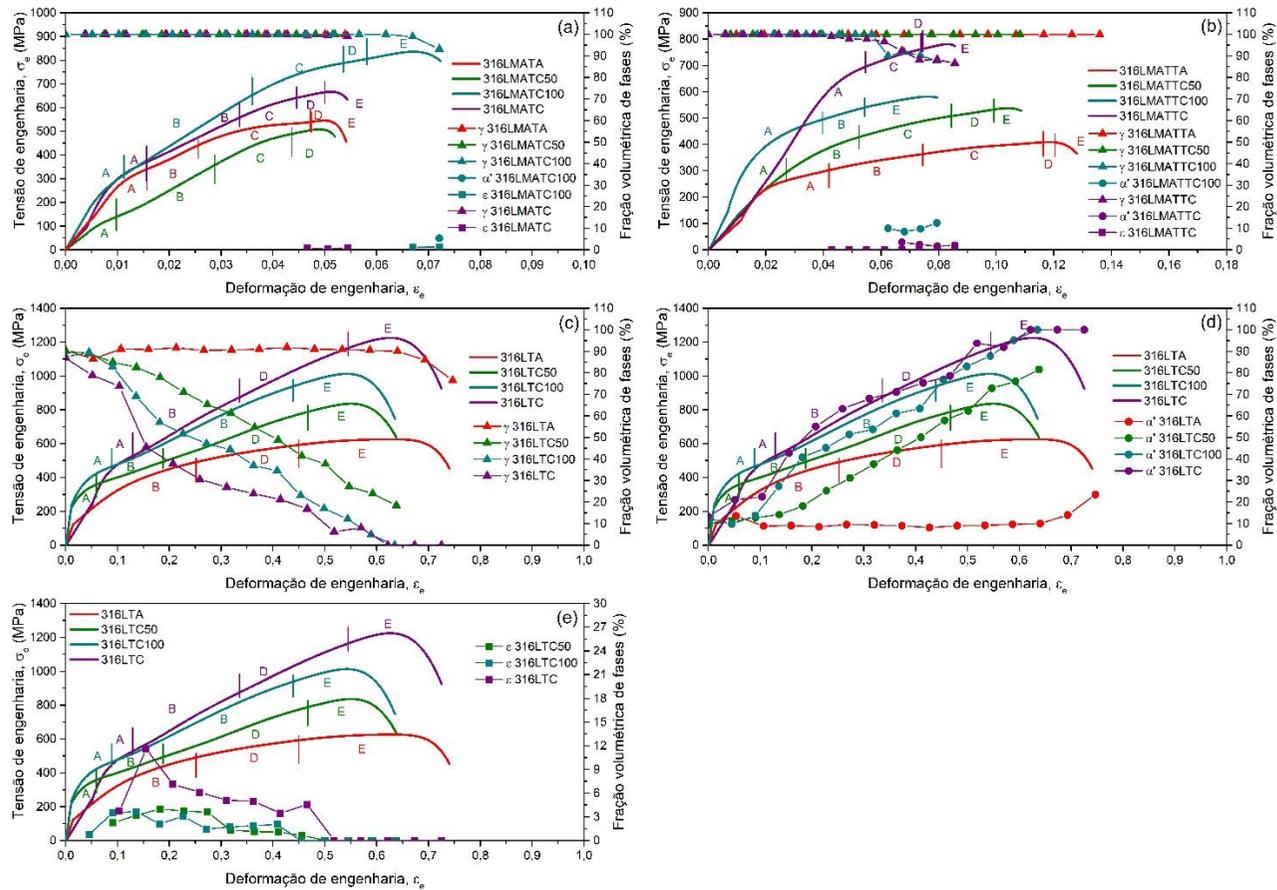
As amostras de aço laminado apresentaram, no geral, valores de densidade de discordância para a austenita maiores em relação às amostras de MA, exibindo maior homogeneidade nos valores. Quando a martensita  $\alpha'$  é observada, os valores de densidade de discordância são ainda mais constantes e ligeiramente maiores que os valores da austenita para as respectivas amostras.

Os resultados de fração volumétrica de fases para as amostras de MA como fabricado e tratado termicamente e aço laminado estão contidos na Figura 66. Em relação às amostras de MA como fabricado (Figura 66a), tanto a amostra 316LMATA como a 316LMATC50 apresentaram somente austenita durante todo o ensaio mecânico. Já as amostras 316LMATC100 e 316LMATC apresentaram martensita  $\epsilon$  nos últimos pontos analisados. A amostra 316LMATC100 ainda apresentou martensita  $\alpha'$  no último ponto, apresentando, também, maiores valores de tensão e deformação em todo o conjunto devido à essa transformação.

Após o tratamento térmico (Figura 66b), as amostras ensaiadas em temperatura ambiente e  $-50^{\circ}\text{C}$  continuaram a exibir somente austenita durante todo o ensaio. Já a amostra 316LMATTC100 apresentou somente  $\alpha'$ , diferentemente da 316LMATC100, que também apresentou  $\epsilon$ . Porém, notou-se maior porcentagem de  $\alpha'$  após o tratamento térmico. A amostra 316LMATTC apresentou  $\alpha'$  e  $\epsilon$  também em maior quantidade que a condição como fabricado.

O aço laminado teve decaimento da fração de austenita para todas as condições, sendo que quanto menor a temperatura de ensaio, maior o decaimento (Figura 66c). Isso ocorreu devido à transformação martensítica evidenciada nas Figura 66d e 66e. A formação de martensita  $\alpha'$  aumentou com a diminuição da temperatura de ensaio. A amostra 316LTA não obteve valores acima de 30% de fração volumétrica de  $\alpha'$ . A amostra 316LTC50 obteve próximo à 90% de  $\alpha'$  ao final do ensaio, enquanto as amostras 316LTC100 e 316LTC apresentaram 100% de transformação em  $\alpha'$  no final do ensaio. A amostra 316LTC atingiu 100% de  $\alpha'$  nos três últimos pontos analisados, enquanto a amostra 316LTC100 apresentou totalidade da transformação somente no último ponto. Isto mostra que, quanto menor a temperatura de ensaio, mais rápida é a transformação martensítica. As amostras ensaiadas em temperatura negativa também exibiram martensita  $\epsilon$ , com maior porcentagem para a menor temperatura. Houve um aumento dessa fase até um pico para as todas as condições e posterior decaimento. Isto indica a transformação  $\epsilon \rightarrow \alpha'$ . Portanto, notou-se que as maiores frações volumétricas de fase martensítica ( $\alpha'$  e  $\epsilon$ ) foram observadas para as menores temperaturas, levando aos maiores valores de tensão apresentados, sem grande queda de deformação. No caso da amostra 316LTC, não houve perda de deformação.

Figura 66 - Fração volumétrica de fases para a) amostras de MA como fabricado b) amostras de MA tratado termicamente, c) austenita d) martensita  $\alpha'$  e e) martensita  $\epsilon$  para amostras de aço laminado.

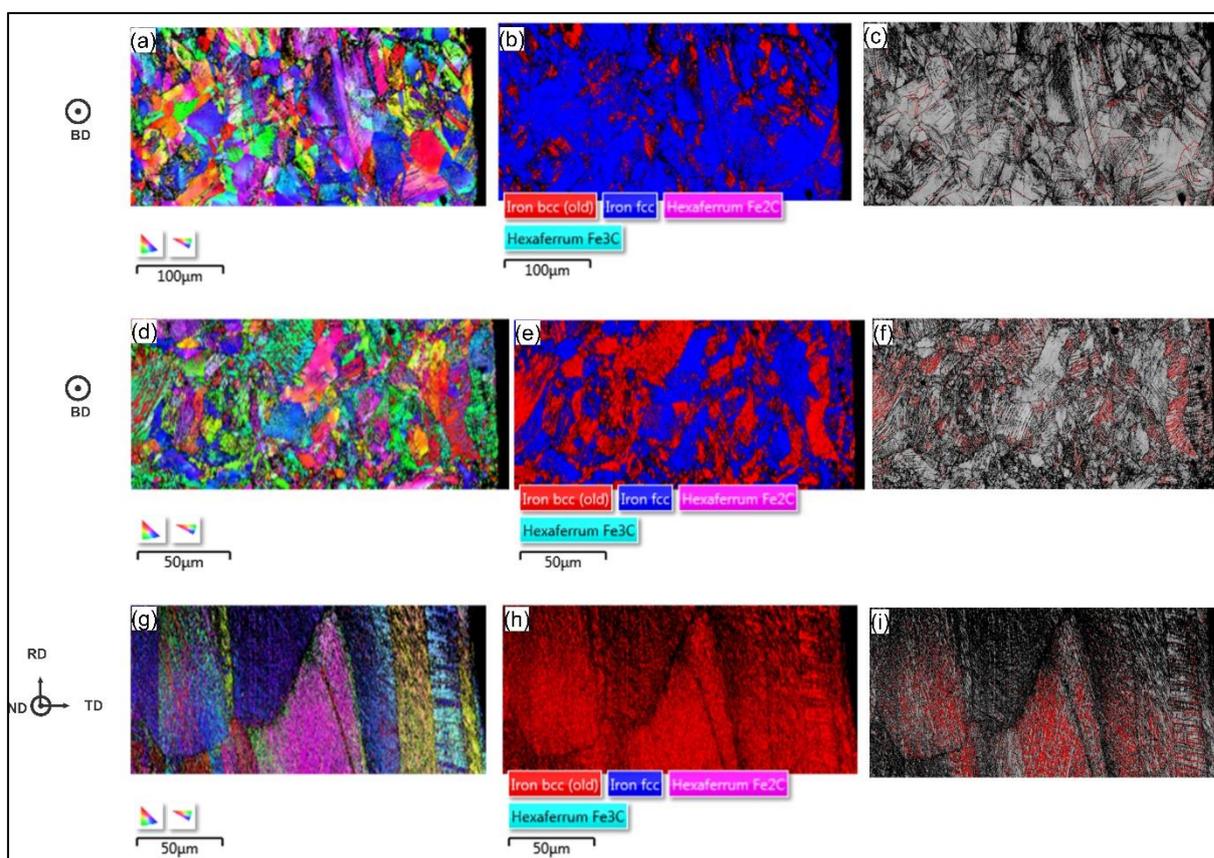


Fonte: A autora.

### 5.3.5 Análise por EBSD das amostras após a fratura

A Figura 67 traz as Figuras de Polo Inversa (FPI), mapa de fases (MF) e identificação de maclas (em vermelho) para as amostras referentes ao estudo a deformação criogênica.

Figura 67 - FPI, MF e identificação de maclas após a tração. FPI para a) 316LMATC, d) 316LMATTTC e g) 316LTC. MF para b) 316LMATC, e) 316LMATTTC e h) 316LTC. Maclas para c) 316LMATC, f) 316LMATTTC e i) 316LTC.



Fonte: A autora.

Pode-se notar que, em comparação com as amostras deformadas em temperatura ambiente (apresentadas na Figura 51), as amostras deformadas em temperatura criogênica apresentaram maior deformação dos grãos e maior quantidade de maclas. Observa-se também a maior quantidade de martensita  $\alpha'$  após o tratamento térmico para as amostras de MA. Para a condição laminada, foi encontrado somente fase martensítica  $\alpha'$ .

#### 5.4 Análise Comparativa Entre os Estudos do Efeito do Hidrogênio e da Deformação Criogênica Para as Amostras de MA e Aço Laminado

O estudo da influência do hidrogênio e da deformação criogênica foram dois tópicos distintos abordados neste trabalho e que podem ter seus resultados comparados entre si. Para o caso da influência do hidrogênio, observou-se efeito contrário ao esperado (de fragilização) para as amostras de MA hidrogenadas. O mecanismo principal identificado nesse efeito foi a transformação  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  nas amostras de MA após a hidrogenação e a maior estabilidade das fases. Em relação ao estudo da deformação criogênica, também foi observado esta transformação, porém, nos conjuntos ensaiados em menores temperaturas. Diferentemente das condições hidrogenadas, houve a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha'$  e provavelmente a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \varepsilon$ . Após o tratamento térmico, notou-se maior porcentagem dessas fases.

As amostras de aço laminado apresentaram martensita  $\alpha'$  e  $\varepsilon$  para a condição hidrogenada e em temperaturas negativas. Observou-se que as deformações em baixas temperaturas levaram à maior cinética de transformação de fases em relação à hidrogenação.

Quando os dados de densidade de discordância são comparados, nota-se que a hidrogenação elevou mais a densidade de discordâncias do que a deformação em temperaturas negativas para as amostras de MA (como fabricado e tratado termicamente). Para as amostras de aço laminado, os valores encontrados são mais próximos entre si.

Comparando-se os EBSDs das amostras hidrogenadas e deformadas criogenicamente, foi possível notar neste último grupo grãos mais deformados em relação àquele. Observou-se maior quantidade de maclas para as amostras deformadas em temperatura criogênica em relação às hidrogenadas.

Por fim, notou-se maiores valores de tensão e deformação para as amostras hidrogenadas em relação às não hidrogenadas para as amostras de MA. Já quando foram deformadas em temperaturas negativas, somente a amostra 316LMATC100 apresentou maiores valores de tensão e deformação em relação à amostra ensaiada em temperatura ambiente. O restante do grupo de amostras apresentou somente maiores valores de tensão, porém, com queda de deformação. Isto está relacionado com a formação de martensita  $\varepsilon$  pelas condições hidrogenadas e maior densidade de

discordâncias e refino de microestrutural. A amostra laminada hidrogenada (316LH) apresentou baixa queda na tensão e deformação em relação à amostra não hidrogenada (316LTA). Em temperaturas negativas, observou-se grande ganho em LRT em  $-50^{\circ}\text{C}$  e  $-100^{\circ}\text{C}$ , porém com perda de deformação. Já a condição 316LTC apresentou o maior valor de LRT entre as amostras e valor de deformação similar à condição em temperatura ambiente. Neste caso, há relação da maior tenacidade do material com a formação de martensita  $\alpha'$  e refino microestrutural.

## 6 CONCLUSÕES

O estudo do aço AISI 316L produzido por manufatura aditiva e submetido à ensaios de tração em diferentes condições com difração de raios X simultâneo indicou que:

- Quando submetido à hidrogenação por meio de carregamento catódico, as peças produzidas por MA (como fabricado e tratado termicamente) apresentaram maiores deformações e LRT em comparação com a condição não hidrogenada. Isto se deve ao fato de não haver transformações de fase durante o ensaio na condição sem hidrogênio e haver transformação para martensita  $\epsilon$  na condição hidrogenada;

- Para os ensaios realizados em temperatura criogênica, as amostras de 316L MA como fabricado apresentaram diminuição de deformação e LRT em  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aumento de deformação e LRT a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  e novamente diminuição dessas propriedades em temperatura criogênica, porém, ainda superiores à condição de temperatura ambiente;

- Para as amostras de MA tratadas termicamente, houve aumento de LRT em relação à temperatura ambiente (mas próximos entre si) e diminuição da deformação com a redução da temperatura de  $-50^{\circ}$  para  $-100^{\circ}\text{C}$ . Em temperatura criogênica, observou-se um aumento de LRT e de deformação em relação às outras temperaturas negativas, porém, com níveis de deformação menores em relação à temperatura ambiente;

- Para as amostras de 316L laminado, houve aumento de LRT com o abaixamento da temperatura, sendo que  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  apresentaram valores próximos de deformação, mas menores em comparação com a temperatura ambiente. Em temperatura criogênica, a deformação apresentou valor próximo à temperatura ambiente, porém, um LRT 92% maior;

- Para todos os ensaios de tração realizados, observou-se menores níveis de deformação para as amostras produzidas por MA em relação às amostras obtidas da chapa. Isto se deve à porosidade observada nos corpos de prova de MA;

- Em relação à textura, as amostras produzidas por MA nas condições como fabricado e após tratamento térmico apresentaram textura do tipo aleatória como resultado da estratégia de varredura do laser e dos parâmetros de fabricação.

## REFERÊNCIAS

1. WASHKO, S. D.; AGGEN, G. **ASM Metals Handbook 1: Properties and Selection Irons Steel and High-Performance Alloys**. 10 ed. Estados Unidos: ASM International, 1990. ISBN 0-87170-377-7.
2. DA COSTA, A. L. V.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. 2 ed. Sumaré, SP: Eletrometal S. A. Metais Especiais. 1988.
3. CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 7 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2005.
4. BHADESHIA, H. K. D. H.; SOURMAIL, T. **Stainless Steel**. Disponível em: [https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2005/Stainless\\_steels/stainless.html](https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2005/Stainless_steels/stainless.html). Acesso em: 08 fev. 2020.
5. BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels Microstructure and Properties**. 3 ed. Cambridge: Butterworth-Heinemann, Elsevier Ltd., 2006.
6. PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços inoxidáveis Austeníticos: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 1994.
7. THE Atlas Specialty Metals: Technical Handbook of Stainless Steels. 1 ed. Atlas Specialty Metals Technical Services Department, 2003.
8. AMERICAN society for testing and materials. **ASTM A240/A240M – 19**: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. West Conshohocken: Astm International, 2019.
9. INOX na indústria de petróleo e gás. Disponível em: <https://www.abinox.org.br/site/publicacoes-abinox-detalhes.php%3Fcod%3D349+&cd=2&hl=pt-PT&ct=clnk&gl=br>. Acesso em: 07 julho 2020.
10. DISEGI, J. A., ZARDIACKAS, L. D., "**Microstructural Features of Implant Quality 316L Stainless Steel**," Advances in the Production and Use of Steel with Improved Internal Cleanliness, ASTMSTP 1361, J. K. Mahaney, Jr., Ed., American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 1999.
11. AMERICAN society for testing and materials. **ASTM F981 – 04**: Standard Practice for Assessment of Compatibility of Biomaterials for Surgical Implants with Respect to Effect of Materials on Muscle and Insertion into Bone. West Conshohocken: Astm International, 2016.

12. H. GHORBANI, et al. Improving the bio-corrosion behavior of AISI316L stainless steel through deposition of Ta-based thin films using PACVD. **Applied Surface Science**, v. 456, p. 398-402, out. 2018. Elsevier BV. [10.1016/j.apsusc.2018.06.154](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.06.154)
13. KALIARAJ, G.S., et al; Biological and corrosion behavior of m-ZrO<sub>2</sub> and t-ZrO<sub>2</sub> coated 316L SS for potential biomedical applications. **Ceram. Int.**, v. 44, p. 940-946, ago. 2018. Elsevier BV. [10.1016/j.ceramint.2018.05.103](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.103)
14. HERZOG, D. et al. Additive manufacturing of metals. **Acta Materialia**, [s.l.], v. 117, p.371-392, set. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>.
15. DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress In Materials Science**, [s.l.], v. 92, p.112-224, mar. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
16. BRAGA, Luísa Miranda. **Manufatura Aditiva: uma análise de aplicações atuais**. 2017. Projeto de Graduação (Engenharia Mecânica) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2017.
17. AMERICAN society for testing and materials. **ISO/ASTM 52900:2015(E)**: Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology. West Conshohocken: Astm International, 2015.
18. MARQUES, Sabrina; SOUZA, Adriano Fagali de; ZANATTA, André Marcon. Fusão seletiva a laser para fabricação de peças metálicas com geometrias complexas. In: SETIS- III SEMINÁRIO DE TECNOLOGIA INOVAÇÃO E SUSTENTABILIDADE, 3., 2014, Joinville. **Conference Paper [...]** Joinville: ABCM, 2014. p. 790 - 801.
19. YAP, C. Y. et al. Review of selective laser melting: Materials and applications. **Applied Physics Reviews**, [s.l.], v. 2, n. 4, dez. 2015. AIP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4935926>.
20. MARQUES, Sabrina et al. INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PROCESSO FUSÃO SELETIVA A LASER NA MICROESTRUTURA E DENSIDADE DE PEÇAS FABRICADAS EM AÇO MARAGING 300. In: 8º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 8., 2015, Salvador. **Conference Paper [...]** Salvador: [s. n.], 2015. p. 1-8.
21. YAN, Fuyao; XIONG, Wei; FAIERSON, Eric. Grain Structure Control of Additively Manufactured Metallic Materials. **Materials**, [s.l.], v. 10, n. 11, p.1260-1271, 2 nov. 2017. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma10111260>.
22. CHOO, Hahn et al. Effect of laser power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel. **Materials & Design**, [s.l.], v. 164, p.1-12, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2018.12.006>.

23. HENGSBACH, Florian et al. Duplex stainless steel fabricated by selective laser melting - Microstructural and mechanical properties. **Materials & Design**, [s.l.], v. 133, p.136-142, nov. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2017.07.046>.
24. DAVIDSON, Karl; SINGAMNENI, Sarat. Selective Laser Melting of Duplex Stainless Steel Powders: An Investigation. **Materials And Manufacturing Processes**, [s.l.], v. 31, n. 12, p.1543-1555, 30 set. 2015. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10426914.2015.1090605>.
25. PAPULA; SONG; PATERAS. Selective Laser Melting of Duplex Stainless Steel 2205: Effect of Post-Processing Heat Treatment on Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance. **Materials**, [s.l.], v. 12, n. 15, p.1-15, 2 ago. 2019. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma12152468>.
26. AKITA, Masayuki et al. Defect-dominated fatigue behavior in type 630 stainless steel fabricated by selective laser melting. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 666, p.19-26, jun. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.042>.
27. CHERRY, J. A. et al. Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting. **The International Journal Of Advanced Manufacturing Technology**, [s.l.], v. 76, n. 5-8, p.869-879, 6 set. 2014. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s00170-014-6297-2>.
28. ZHANG, Baicheng; DEMBINSKI, Lucas; CODDET, Christian. The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 584, p.21-31, nov. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.055>.
29. RÖTTGER, Arne et al. Comparison of microstructure and mechanical properties of 316 L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-isostatic pressed and cast material. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 678, p.365-376, dez. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.012>.
30. MA, MINGMING; WANG, ZEMIN; ZENG, XIAOYAN. A comparison on metallurgical behaviors of 316L stainless steel by selective laser melting and laser cladding deposition. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 685, p.265-273, fev. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.112>.
31. MAN, C. et al. The enhancement of microstructure on the passive and pitting behaviors of selective laser melting 316L SS in simulated body fluid. **Applied Surface Science**, [s.l.], v. 467-468, p.193-205, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.10.150>.
32. DOUTHETT, J. **ASM Metals Handbook 4: Heat Treating**. 1 ed. Estados Unidos: ASM International, 1991.

33. FERGANI, O. et al. Study of the effect of heat treatment on fatigue crack growth behaviour of 316L stainless steel produced by selective laser melting. **Fatigue & Fracture Of Engineering Materials & Structures**, [s.l.], v. 41, n. 5, p.1102-1119, 27 dez. 2017. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/ffe.12755>.
34. KONG, D. et al. Heat treatment effect on the microstructure and corrosion behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting for proton exchange membrane fuel cells. **Electrochimica Acta**, [s.l.], v. 276, p.293-303, jun. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2018.04.188>.
35. AFKHAMI, S. et al. Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting. **International Journal Of Fatigue**, [s.l.], v. 122, p.72-83, maio 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.12.029>.
36. PUICHAUD, A. et al. Microstructure and mechanical properties relationship of additively manufactured 316L stainless steel by selective laser melting. **Epj Nuclear Sciences & Technologies**, [s.l.], v. 5, p.23-33, out. 2019. EDP Sciences. <http://dx.doi.org/10.1051/epjn/2019051>.
37. DINGLEY, D. J.; FIELD, D. P.. Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy. **Materials Science And Technology**, [s.l.], v. 13, n. 1, p.69-78, jan. 1997. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1179/mst.1997.13.1.69>.
38. HUMPHREYS. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction. **Journal Of Microscopy**, [s.l.], v. 195, n. 3, p.170-185, set. 1999. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1046/j.1365-2818.1999.00578.x>.
39. ENGLER, Olaf; RANDLE, Valerie. **Introduction to texture analysis: Macrotecture, Microtexture, and Orientation Mapping**. 2. ed. Boca Raton: Crc Press, 2010.
40. ANDREAU, O. et al. Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting. **Journal Of Materials Processing Technology**, [s.l.], v. 264, p.21-31, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049>.
41. KUMAR, B. Ravi; GHOSH, Mainak. Surface and mid-plane texture evolution in austenite phase of cold rolled austenitic stainless steels. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 457, n. 1-2, p.236-245, maio 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.12.031>.
42. CHOWDHURY, S. G. et al. Twinning-induced sluggish evolution of texture during recrystallization in AISI 316L stainless steel after cold rolling. **Metallurgical And Materials Transactions A**, [s.l.], v. 37, n. 8, p.2349-2359, ago. 2006. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/bf02586209>.
43. CHOWDHURY, S. G. et al. Evolution of Recrystallization Texture in AISI300 Series Austenitic Stainless Steels After Cold Rolling to Large Strain. **Microstructure And**

**Texture In Steels**, [s.l.], p.361-378, 2009. Springer London. [http://dx.doi.org/10.1007/978-1-84882-454-6\\_21](http://dx.doi.org/10.1007/978-1-84882-454-6_21).

44. KHODABAKHSHI, F. et al. Effects of laser additive manufacturing on microstructure and crystallographic texture of austenitic and martensitic stainless steels. **Additive Manufacturing**, [s.l.], v. 31, p.1-16, jan. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2019.100915>.

45. RODRIGUES, J. A. **Raios X Difração e Espectroscopia: Série Apontamentos São Carlos: EduFSCar**, 2005.

46. CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elementos of X-Ray Diffraction**. 3 ed. Estados Unidos: Person Education Limited, 2014.

47. SANDS, D. E. **Introducción a la Cristalografía**. 1 ed. Barcelona: Editorial Reverté, 1993.

48. SURYANARAYANA, C.; NORTON, M. G. **X-Ray Diffraction: A Practical Approach**. 1 ed. Pullman: Springer Science+Business Media, LLC, 1998.

49. PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de Análise Microestrutural**. 1 ed. São Paulo: Hemus, 2004.

50. ICHIKAWA, R. U. **Aplicações do método de Warren-Averbach de análise de perfis de difração**. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de Tecnologia Nuclear e Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). São Paulo. 2013.

51. WILLIAMSON, G. K.; HALL, W. H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. **Acta metallurgica**, v. 1, n. 1, p. 22-31, 1953.

52. MICHLER, T. et al. Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steels. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 628, p.252-261, mar. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.054>.

53. O QUE é uma fonte de luz síncrotron? Disponível em: <https://www.lnls.cnpem.br/o-lnls/o-que-e-uma-fonte-de-luz-sincrotron/>. Acesso em: 20 fev. 2020.

54. SUBMISSÃO de propostas de pesquisa para as linhas de luz do LNLS. Disponível em: <https://www.lnls.cnpem.br/submissao-de-propostas-de-pesquisa-para-as-linhas-de-luz-do-lnls/>. Acesso em: 24 fev. 2020.

55. UVX, linhas de luz. Disponível em: <https://www.lnls.cnpem.br/uvx/linhas-de-luz/>. Acesso em: 20 fev. 2020.

56. XRD1. Disponível em: <https://www.lnls.cnpem.br/facilities/xrd1/>. Acesso em: 20 fev. 2020.

57. LOUTHAN, M.r.; CASKEY, G.r.. Hydrogen transport and embrittlement in structural metals. **International Journal Of Hydrogen Energy**, [s.l.], v. 1, n. 3, p.291-305, jan. 1976. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0360-3199\(76\)90024-0](http://dx.doi.org/10.1016/0360-3199(76)90024-0).
58. BENSON, J., EDYVEAN, R. G. J. Hydrogen Permeation Through Protected Steel in Open Seawater and Marine Mud. **Corrosion**. v. 54, n. 9, p. 732-739, 1998.
59. JOHNSEN, R.; NYHUS, B.; WASTBERG, S. Hydrogen Induced Stress Cracking (HISC) of Stainless Steels Under Cathodic Protection in Seawater: Presentation of a New Test Method. **Volume 6: Materials Technology; C.C. Mei Symposium on Wave Mechanics and Hydrodynamics; Offshore Measurement and Data Interpretation**, [s.l.], p.55-67, 1 jan. 2009. ASMEDC. <http://dx.doi.org/10.1115/omae2009-79325>.
60. NAGUMO, M. **Fundamentals of hydrogen embrittlement**. 1 ed. Singapore: Springer, 2016.
61. ABRAHAM, D. P.; ALTSTETTER, C. J.. Hydrogen-enhanced localization of plasticity in an austenitic stainless steel. **Metallurgical And Materials Transactions A**, [s.l.], v. 26, n. 11, p.2859-2871, nov. 1995. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/bf02669644>.
62. BARRERA, O. et al. Understanding and mitigating hydrogen embrittlement of steels: a review of experimental, modelling and design progress from atomistic to continuum. **Journal Of Materials Science**, [s.l.], v. 53, n. 9, p.6251-6290, 6 fev. 2018. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-017-1978-5>.
63. NARITA, N.; ALTSTETTER, C. J.; BIRNBAUM, H. K.. Hydrogen-related phase transformations in austenitic stainless steels. **Metallurgical Transactions A**, [s.l.], v. 13, n. 8, p.1355-1365, ago. 1982. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/bf02642872>.
64. HERMS, E; OLIVE, J.M; PUIGGALI, M. Hydrogen embrittlement of 316L type stainless steel. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 272, n. 2, p.279-283, nov. 1999. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0921-5093\(99\)00319-6](http://dx.doi.org/10.1016/s0921-5093(99)00319-6).
65. MILLER, J. T.; MARTIN, H. J.; CUDJOE, E. Comparison of the effects of a sulfuric acid environment on traditionally manufactured and additive manufactured stainless steel 316L alloy. **Additive Manufacturing**, [s.l.], v. 23, p.272-286, out. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2018.08.023>.
66. BAEK, S.; et al. Hydrogen embrittlement of 3-D printing manufactured austenitic stainless steel part for hydrogen service. **Scripta Materialia**, [s.l.], v. 130, p.87-90, mar. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.11.020>.
67. PARK, Il.; et al. The Effect of Pre-Strain on the Resistance to Hydrogen Embrittlement in 316L Austenitic Stainless Steel. **Materials Transactions**, [s.l.], v. 55, n. 6, p.964-970, 2014. Japan Institute of Metals. <http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.m2014036>.

68. KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, and Performance**. ASM International, 2005.
69. OKAYASU, MITSUHIRO; TOMIDA, SAI. Phase transformation system of austenitic stainless steels obtained by permanent compressive strain. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 684, p. 712-725, jan. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.101>.
70. SOLEIMANI, M.; KALHOR, A.; MIRZADEH, H.. Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: a review. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 795, p. 140023, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.140023>.
71. MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**. 2. ed. New York: Cambridge University Press, 2009.
72. WALSH, R. P. **ASM Metals Handbook 8: Mechanical testing and evaluation**. ASM International, 1 ed., 2000. ISBN 0-87170-389-0.
73. MAGALHÃES, D. C. C. **Microestrutura e propriedades mecânicas da liga AA6061 processada por deformação plástica severa em temperatura criogênica**. 2017. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos. São Carlos. 2017.
74. KULA, E. B.; DE SISTO, T. S. Plastic Behavior of Metals at Cryogenic Temperatures. In: MATERIALS, A. S. F. T. A. **Behavior of Materials at Cryogenic Temperatures**. Baltimore: ASM, 1966. p. 3-31.
75. SENRA, A. L. T. **In situ study of AISI 304 and AISI 430 stainless steel using synchrotron light**. 2019. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento e Caracterização de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa. 2019.
76. KON'KOVA, T. N.; MIRONOV, S. Yu.; KORZNIKOV, A. V.. Severe cryogenic deformation of copper. **The Physics Of Metals And Metallography**, [s.l.], v. 109, n. 2, p.171-176, fev. 2010. Pleiades Publishing Ltd. <http://dx.doi.org/10.1134/s0031918x10020092>.
77. GARION, C.; SKOCZEŃ, B.; SGOBBA, S. Constitutive modelling and identification of parameters of the plastic strain-induced martensitic transformation in 316L stainless steel at cryogenic temperatures. **International Journal Of Plasticity**, [s.l.], v. 22, n. 7, p.1234-1264, jul. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2005.08.002>.
78. PARK, W. S.; et al. Strain-rate effects on the mechanical behavior of the AISI 300 series of austenitic stainless steel under cryogenic environments. **Materials & Design**, [s.l.], v. 31, n. 8, p.3630-3640, set. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2010.02.041>.

79. STAUTNER, W; et al. The scope of additive manufacturing in cryogenics, component design, and applications. **Iop Conference Series: Materials Science and Engineering**, [s.l.], v. 278, p.1-11, dez. 2017. IOP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1088/1757-899x/278/1/012134>.
80. MLAB R. Disponível em: <https://www.ge.com/additive/additive-manufacturing/machines/dmlm-machines/mlab-r>. Acesso em: 22 fev. 2020.
81. MANUFACTURING powders. GE Additive 316L. Disponível em: <https://www.ge.com/additive/additive-manufacturing/powders>. Acesso em: 22 fev. 2020.
82. HOYOS, J. J. et al. In Situ Synchrotron Radiation Measurements During Axial Strain In Hydrogen Cathodically Charged Duplex Stainless Steel SAF 2205. **Materials Research**, [s.l.], v. 21, n. 2, p.1-7, 18 dez. 2017. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2017-0686>.
83. GŁOWACKA, A.; WOŹNIAK, M.J.; ŚWIAȚNICKI, W.A.. AFM study of austeno-ferritic stainless steel microstructure after cathodic hydrogen charging. **Journal Of Alloys And Compounds**, [S.L.], v. 404-406, p. 595-598, dez. 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.02.084>.
84. ZAKROCZYMSKI, T.; GLOWACKA, A.; SWIATNICKI, W.. Effect of hydrogen concentration on the embrittlement of a duplex stainless steel. **Corrosion Science**, [S.L.], v. 47, n. 6, p. 1403-1414, jun. 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2004.07.036>.
85. FARIA, G. et al. Advanced Facility for Parallel Thermo-Mechanical Simulation and Synchrotron X-Ray Diffraction. **In-situ Studies With Photons, Neutrons And Electrons Scattering II**, [s.l.], p.245-259, 2014. Springer International Publishing. [http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-06145-0\\_15](http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-06145-0_15).
86. LNNANO, CPM. **XTMS Experimental Station User's Guide**. Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais - CNPEM. p. 19. 2017.
87. FARIA G. **Explorando o comportamento de materiais metálicos através de estudos cristalográficos in situ via radiação sincrotron**. 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas: Campinas, 2014.
88. ARAÚJO, J. C. de et al. Análise estrutural de uma hidroxiapatita carbonatada pelo método de Rietveld aplicando funções de perfil diferentes. **Rem: Revista Escola de Minas**, [s.l.], v. 61, n. 4, p.479-484, dez. 2008. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0370-44672008000400012>.
89. MICHLER, T.; et al. Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steels. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 628, p. 252-261, mar. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.054>.

90. TAYLOR, P.; WILLIAMSON, G.K., SMALLMAN, R.E., III . Dislocation Densities in Some Annealed and Cold-Worked Metals from Measurements on the X-Ray Debye-Scherrer Spectrum, 2006, (November 2012), p 37–41.
91. THIRATHIPVIWAT, P.; et al. Compositional complexity dependence of dislocation density and mechanical properties in high entropy alloy systems. **Progress In Natural Science: Materials International**, [S.L.], v. 30, n. 4, p. 545-551, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pnsc.2020.07.002>.
92. GONG, Y.L.; et al. The influence of strain rate, deformation temperature and stacking fault energy on the mechanical properties of Cu alloys. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 583, p. 199-204, out. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.07.001>.
93. GARDE, A.M., AIGELTINGER, E. & REED-HILL, R.E. Relationship between deformation twinning and the stress-strain behavior of polycrystalline titanium and zirconium at 77 K. **Metall Mater Trans B** 4, p. 2461–2468. (1973). <https://doi.org/10.1007/BF02669391>.
94. LIAN, J.; JIANG, Z.; LIU, J.. Theoretical model for the tensile work hardening behaviour of dual-phase steel. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 147, n. 1, p. 55-65, out. 1991. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90804-v](http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093(91)90804-v).
95. JI, H.; et al. The effect of pre-strain on hydrogen embrittlement in 310S stainless steel. **Journal Of Alloys And Compounds**, [S.L.], v. 598, p. 205-212, jun. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.02.038>.
96. PARK, Il-Jeong; JUNG, Jae-Gil; JO, Seo Yeon; LEE, Sang-Min; LEE, Young-Kook. The Effect of Pre-Strain on the Resistance to Hydrogen Embrittlement in 316L Austenitic Stainless Steel. **Materials Transactions**, [S.L.], v. 55, n. 6, p. 964-970, 2014. Japan Institute of Metals. <http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.m2014036>.
97. JIN, J.; LEE, Y.. Strain hardening behavior of a Fe–18Mn–0.6C–1.5Al TWIP steel. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 527, n. 1-2, p. 157-161, dez. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2009.08.028>.
98. BEAUSIR, B; FUNDENBERGER, J.-J. Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software, [www.atex-software.eu](http://www.atex-software.eu), Université de Lorraine - Metz, 2017.
99. CARLTON, H. D.; et al. Damage evolution and failure mechanisms in additively manufactured stainless steel. **Materials Science And Engineering: A**, [S.L.], v. 651, p. 406-414, jan. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.073>.
100. SUN, Z.; et al. Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting. **Npg Asia Materials**, [S.L.], v. 10, n. 4, p. 127-136, abr. 2018. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1038/s41427-018-0018-5>.

101. MURAKAMI, Y.; et al. Hydrogen Embrittlement Mechanism in Fatigue of Austenitic Stainless Steels. **Metallurgical And Materials Transactions A**, [S.L.], v. 39, n. 6, p. 1327-1339, 1 abr. 2008. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-008-9506-5>.
102. KIM, Y.; et al. Effects of Hydrogen Diffusion on the Mechanical Properties of Austenite 316L Steel at Ambient Temperature. **Materials Transactions**, [S.L.], v. 52, n. 3, p. 507-513, 2011. Japan Institute of Metals. <http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.m2010273>.
103. LIN, J.; et al. Hydrogen permeation behavior and hydrogen-induced defects in 316L stainless steels manufactured by additive manufacturing. **Materials Chemistry And Physics**, [S.L.], v. 250, p. 123038, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123038>.
104. SOHRABI, M. J.; NAGHIZADEH, M.; MIRZADEH, H. Deformation-induced martensite in austenitic stainless steels: a review. **Archives Of Civil And Mechanical Engineering**, [S.L.], v. 20, n. 4, p. 1-24, 8 out. 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s43452-020-00130-1>.