

CENTRO UNIVERSITÁRIO FEI  
PAULO HENRIQUE PEREZ MOREIRA

**TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇOS  
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS SÉRIES UNS S30100 E UNS S32100**

São Bernardo do Campo

2021

PAULO HENRIQUE PEREZ MOREIRA

**TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇOS  
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS SÉRIES UNS S30100 E UNS S32100**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro Universitário  
FEI, como parte dos requisitos necessários para obtenção do  
título de Mestre em Engenharia Mecânica. Orientado pelo  
Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

Perez Moreira, Paulo Henrique.

Transformação Martensítica Induzida por Deformação em Aços  
Inoxidáveis Austeníticos Séries UNS30100 e UNS32100 / Paulo Henrique  
Perez Moreira. São Bernardo do Campo, 2021.

119 p. : il.

Dissertação - Centro Universitário FEI.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

1. Martensita Induzida por Deformação. 2. TMID. 3. Transformação  
de Fase. 4. Trabalho a Frio. 5. Aço Inoxidável Austenítico. I.  
Magnabosco, Rodrigo, orient. II. Título.

Elaborada pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica da FEI com os  
dados fornecidos pelo(a) autor(a).



Dedico este trabalho aos meus pais, aos quais devo meu profundo agradecimento pelo esforço e dedicação em nossa criação.

## **AGRADECIMENTOS**

Quero agradecer primeiramente aos meus pais, Vitorino J. Moreira Neto e Bernadete Perez, ao meu tio Abel por me inspirar na escolha da engenharia mecânica, à minha tia Olíria e meu tio Waldemar por tantas vezes que ajudaram nossa família e foram fundamentais para permitir meu estudo, ao Jaime Lobato e Iris Tiemi, criadores de Fênix, à minha irmã Estela por sempre me inspirar em todas habilidades que desenvolvi no decorrer da minha vida, ao meu irmão Rafael, ao meu orientador Rodrigo Magnabosco pelo incentivo, ao Mauricio Danza por me apresentar a engenharia. Quero agradecer também minha prima Milene Campanella e minha tia Onezinda Perez. Quero agradecer a Marcela Negri e seu pai Luiz Carlos de Mello que foram fundamentais em meu crescimento como pessoa. Quero agradecer também ao Humberto Ferreira e Armando Luiz dos Santos, companheiros de Sabesp, que me ajudaram em minha trajetória. Quero agradecer ao Eduardo Marcello Casado, companheiro de Metrô, por acreditar em meu potencial. Quero agradecer ao meu vô Mauro e minha vó Claudina.

“Para odiar as pessoas precisam aprender, e se podem aprender a odiar, elas podem ser ensinadas a amar.”

Nelson Mandela.

## RESUMO

A busca por aços com menor custo aliado a uma grande resistência estão no centro das atenções da indústria de transporte. O menor peso proporciona elementos mais leves, consequentemente menor gasto energético e menor emissão de gases de efeito estufa. Os aços inoxidáveis austeníticos, especialmente os que sofrem transformação martensítica induzida por deformação (TMID), estão no centro deste desafio por possibilitarem a alteração das suas propriedades mecânicas durante o trabalho a frio de forma mais contundente que aços em que apenas o encruamento ocorre. Chapas de aços série UNS S30100 e UNS S32100 foram tratadas termicamente e submetidas a deformação plástica por laminação nas temperaturas ambiente e criogênica (-196°C) com o objetivo de verificar a influência da temperatura e da deformação imposta na formação da fase martensita  $\alpha'$ . Duas técnicas de verificação foram utilizadas no estudo das amostras: a difração de raios-X (DRX) e a ferritoscopia. Os resultados indicaram que ambas as séries UNS S30100 e UNS S32100 apresentaram aumento na fração em volume de martensita  $\alpha'$  quando submetidas à deformação plástica tanto na temperatura ambiente como na criogênica (-196°C), sendo que a última possibilitou maior formação da fase  $\alpha'$  em baixas deformações. Foi possível obter uma equação empírica característica para a evolução da transformação martensítica induzida por deformação na laminação para ambas as séries de aços inoxidáveis, apresentando alta precisão. Foi possível comparar a influência das energias química e mecânica na transformação martensítica para ambas as séries.

Palavras-chave: Martensita induzida por deformação. TMID. Transformação de fase.

Trabalho a frio. Aço inoxidável austenítico.

## ABSTRACT

The research for low-cost stainless steel that presents high mechanical strength is one of the main targets of the transport industry. Low weight elements decrease the energy consumption and at the same time lower the greenhouse gases emissions. Stainless steels, especially those which prone to transformation induced plasticity, are at the center of discussion due to their improvement of properties when subjected to cold work. Thin sheets of UNS S30100 and UNS S32100 grades were heat treated and subjected to cold rolling at the cryogenic (-196°C) and ambient temperature to determine the influence of the temperature and plastic deformation in the volume fraction of martensite  $\alpha'$  phase. X-ray diffraction (XRD) and ferritoscope technique have been used to identifying phases or quantifying them. Both grades of austenitic stainless steel UNS S30100 and UNS S32100 have increased the martensite  $\alpha'$  volume fraction when subjected to plastic deformation on cold rolling at ambient and cryogenic temperature (-196°C). When deformation take place at cryogenic temperature, a grater martensite  $\alpha'$  formation was verified at very low applied strains. An empirical equation for the evolution of martensitic transformation on cold rolling of both grades was developed, which presented high accuracy. It was possible to compare the influence of the chemical and mechanical energies in the martensitic transformation for both grades.

Keywords: Transformation induced martensitic. Phase transformation. Cold work.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Variação da quantidade de martensita em função da temperatura e da deformação imposta.....	13
Figura 2 – Trem Zephyr da Budd Company em 1934.....	17
Figura 3 – Diagrama de equilíbrio Fe-Cr.....	20
Figura 4 – Diagrama pseudo-binário Fe-Cr-Ni com teor de Fe-70%.....	21
Figura 5 – Diagrama Schaeffler-Delong.....	22
Figura 6 – Influência do teor de C na cinética de formação do $M_{23}C_6$ num aço inoxidável austenítico 18-10.....	23
Figura 7 – Curva tensão vs deformação de engenharia em função do trabalho a frio (%) de um aço inoxidável AISI 304.....	25
Figura 8 – Gráfico tensão vs deformação característico de material dúctil. ....	27
Figura 9 – Fratura “taça-cone” de material dúctil.....	27
Figura 10 – Exemplo de curva tensão vs. deformação para aço austenítico em coordenadas logarítmicas.....	28
Figura 11 – Curva tensão vs. deformação de engenharia para aço inoxidável série UNS S30100.....	29
Figura 12 – Curva tensão vs. deformação de engenharia para aço inoxidável série UNS S30400.....	30
Figura 13 – Variação da quantidade de martensita em função da temperatura e da deformação imposta.....	31
Figura 14 – Fração em volume de martensita laminado a (155 K) e (298 K) da série AISI 304L obtido por ferritoscopia.....	32
Figura 15 – Fração volumétrica de martensita $\alpha'$ da série AISI 304SS.....	33
Figura 16 – Variação da fração de martensita $\alpha'$ em função das condições de ensaio.....	34
Figura 17 – Difrátograma das amostras $D_1$ e $E_1$ deformadas de aço AISI 301LN com radiação obtida com $CuK\alpha$ .....	35
Figura 18 – Fração volumétrica de martensita da série AISI 301 variando a velocidade de deformação.....	36
Figura 19 – Fração volumétrica de martensita em função da distância do pescoço.....	37
Figura 20 – Fração volumétrica de martensita da série UNS S30100 em função da temperatura e da taxa de deformação.....	38

Figura 21 – Fração volumétrica de martensita da série UNS S30400 em função da temperatura e da taxa de deformação.....	38
Figura 22 – Energia livre das fases $\gamma'$ e $\alpha'$ .....	39
Figura 23 – Aporte de energia mecânica e química na energia livre de Gibbs.....	40
Figura 24 – Representação esquemática da nucleação induzida por tensão e por deformação...41	
Figura 25 – Sequência de empilhamento do plano (111) da célula unitária cúbica de face centrada.....	44
Figura 26 – Sequência de empilhamento da estrutura hexagonal compacta - HC.....	44
Figura 27 – Deformação de Bain de uma estrutura cúbica de face centrada.....	45
Figura 28 – Bandas de escorregamento em função da temperatura em um aço AISI 301LN..48	
Figura 29 – Difratoograma do aço AISI 301LN após deformação de 0,09 à $-40^{\circ}\text{C}$ ( $3 \times 10^{-4}/\text{s}$ ) obtida com radiação de $\text{Co-K}\alpha$ .....	49
Figura 30 – Amostras cortadas e marcadas.....	52
Figura 31 – Amostras após o tratamento térmico.....	53
Figura 32 – Amostras após o lixamento para remoção de óxidos da superfície.....	54
Figura 33 – Difração de raios-x pelos átomos A e A'.....	56
Figura 34 – Difratoograma do aço AISI 301LN deformado 20% utilizando radiação $\text{Cu-K}\alpha$ .....	57
Figura 35 – Difratoograma do aço inoxidável série UNS S44100 como recebido .....	60
Figura 36 – Difratoograma do aço inoxidável série UNS S30100 tratada termicamente.....	61
Figura 37 – Difratoograma do aço inoxidável série UNS S32100 tratada termicamente.....	61
Figura 38 – Análise por difração de raios-X das amostras da série UNS S44100 laminadas..62	
Figura 39 – Medição com ferritoscópio.....	63
Figura 40 – Curva de calibração do ferritoscópio.....	65
Figura 41 – Deformação verdadeira.....	66
Figura 42 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S30100 laminada à temperatura ambiente .....	69
Figura 43 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S32100 laminada à temperatura ambiente .....	70
Figura 44 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID para série UNS S30100 na temperatura ambiente.....	75
Figura 45 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID empírica para série UNS S32100 na temperatura ambiente.....	75

Figura 46 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S30100 laminada à temperatura de -196°C .....	77
Figura 47 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S32100 laminada à temperatura de -196°C .....	78
Figura 48 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para as séries UNS S30100 e UNS S32100 laminada à temperatura de -196°C .....	79
Figura 49 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID empírica para série UNS S30100 na temperatura criogênica .....	81
Figura 50 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID empírica para série UNS S32100 na temperatura criogênica .....	82
Figura 51 – Curva empírica de evolução da TMID para as séries UNS S30100 e UNS S32100 na temperatura criogênica .....	83
Figura 52 – Curva empírica de evolução da TMID para as séries UNS S30100 e UNS S32100 na temperatura ambiente .....	84
Figura 53 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 tratada termicamente sem deformação .....	85
Figura 54 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,163mm na laminadora na temperatura ambiente .....	85
Figura 55 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,247 na laminadora na temperatura ambiente .....	86
Figura 56 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,283 na laminadora na temperatura ambiente .....	86
Figura 57 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,462 na laminadora na temperatura ambiente .....	87
Figura 58 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,627 na laminadora na temperatura ambiente .....	87
Figura 59 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 tratada termicamente sem deformação .....	88
Figura 60 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,171 na laminadora na temperatura ambiente .....	88
Figura 61 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,278 na laminadora na temperatura ambiente.....	89
Figura 62 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,336 na laminadora na temperatura ambiente.....	89

Figura 63 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,665 na laminadora na temperatura ambiente.....	90
Figura 64 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,783 na laminadora na temperatura ambiente.....	90
Figura 65 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,042 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C).....	92
Figura 66 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,056 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C).....	93
Figura 67 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,116 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C).....	93
Figura 68 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,116 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C) .....	94
Figura 69 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,074 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C).....	94
Figura 70 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,138 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C).....	95
Figura 71 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,138 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C) .....	95
Figura 72 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,205 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C).....	96
Figura 73 – Tipos de <i>strain broadening</i> em um pico de difração.....	97
Figura 74 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S30100 na temperatura ambiente.....	98
Figura 75 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S30100 na temperatura criogênica.....	98
Figura 76 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S32100 na temperatura ambiente.....	99
Figura 77 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S32100 na temperatura criogênica.....	99
Figura 78 – Influência da temperatura e deformação imposta na TMID para série UNS S30100.....	101
Figura 79 – Influência da temperatura e deformação imposta na TMID para série UNS S32100 .....	101

Figura 80 – Curvas empíricas para transformação da série UNS S30100 na temperatura ambiente e criogênica.....	102
Figura 81 – Curvas empíricas para transformação da série UNS S32100 na temperatura ambiente e criogênica.....	102

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Aços inoxidáveis austeníticos – composição química nominal.....	16
Tabela 2 – Temperatura de início da transformação martensítica Ms (°C).....	42
Tabela 3 – Temperatura de início da transformação martensítica Ms e M <sub>d30</sub> (°C).....	43
Tabela 4 - Composição química das amostras UNS S30100 e UNS S32100.....	51
Tabela 5 – Deformação plástica total prevista.....	55
Tabela 6 – Medições com ferritoscópio do aço inoxidável ferrítico UNS S44100.....	64
Tabela 7 – Deformação plástica por laminação à temperatura ambiente em função da espessura da chapa .....	67
Tabela 8 – Deformação plástica por laminação à temperatura de -196°C em função da espessura da chapa .....	68
Tabela 9 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S30100 na temperatura ambiente.....	69
Tabela 10 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S32100 na temperatura ambiente.....	69
Tabela 11 – Energia de falha de empilhamento das séries UNS S30100, UNS S32100 e UNS S30400.....	71
Tabela 12 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S30100 na temperatura criogênica (-196°C).....	76
Tabela 13 – Fração em volume de martensita $\alpha'$ para série UNS S32100 na temperatura criogênica (-196°C).....	77

## Lista de Equações

Equação 1 – Equação para níquel equivalente no diagrama de Schaeffler.....	22
Equação 2 - Equação para cromo equivalente no diagrama de Schaeffler.....	22
Equação 3 – Equação de Hull para formação da fase sigma.....	24
Equação 4 – Lei de Hooke.....	26
Equação 5 - Equação de Ludwik-Hollomon.....	26
Equação 6 – Relação entre a tensão verdadeira e de engenharia.....	26
Equação 7 – Relação entre a deformação e tensão verdadeiras.....	26
Equação 8 – Fórmula empírica de Ludwigs para aços metaestáveis.....	28
Equação 9 – Equação do potencial termodinâmico.....	39
Equação 10 – Equação de Payson & Savage para início da transformação martensítica.....	41
Equação 11 – Equação de Rowland & Lyle para início da transformação martensítica.....	41
Equação 12 – Equação de Angel para 30% de transformação martensítica $M_{d30}$ .....	42
Equação 13 – Relação de Byun entre tensão aplicada e espessura de falha de empilhamento.....	46
Equação 14 – Probabilidade de falhas de empilhamento .....	47
Equação 15 – Energia de falha de empilhamento $\gamma_L$ .....	47
Equação 16 – Equação de Cohen para fração volumétrica de martensita $\alpha'$ em função da deformação imposta.....	49
Equação 17 – Lei de Bragg.....	57
Equação 18 – Intensidade do pico de difração.....	57
Equação 19 – Fração em volume da fase austenita $\gamma$ e martensita $\alpha'$ .....	57
Equação 20 – Cálculo da redução de espessura.....	66
Equação 21 – Equação de Dai Qi-Xun para cálculo da energia de falha de empilhamento.....	71
Equação 22 – Equação de Arhmedabadi para o cálculo da transformação martensítica.....	73
Equação 23 – Equação característica da transformação martensítica por laminação para série UNS S30100 na temperatura ambiente.....	74
Equação 24 – Equação característica da transformação martensítica por laminação para série UNS S32100 na temperatura ambiente.....	74
Equação 25 – Equação característica da transformação martensítica por laminação para série UNS S30100 na temperatura criogênica.....	80

Equação 26 – Equação característica da transformação martensítica por laminação para série UNS S32100 na temperatura criogênica.....	81
---	----

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>Introdução e justificativas</b>	<b>11</b>
<b>2</b>	<b>Objetivo</b>	<b>14</b>
<b>3</b>	<b>revisão da literatura</b>	<b>15</b>
3.1	ASPECTOS GERAIS	15
3.1.1	<b>Aços inoxidáveis austeníticos</b>	<b>15</b>
3.2	PRINCIPAIS ELEMENTOS DE LIGA	17
3.3	MICROESTRUTURA	19
3.3.1	<b>Formação de carbonetos e fases intermetálicas</b>	<b>23</b>
3.4	TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO	25
3.4.1	<b>Influência da temperatura e da taxa de deformação</b>	<b>29</b>
3.4.2	<b>Influência da taxa de deformação</b>	<b>35</b>
3.5	A TERMODINÂMICA DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA	39
3.5.1	<b>Fases Obtidas na TMID</b>	<b>43</b>
<b>4</b>	<b>Metodologia</b>	<b>51</b>
4.1	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	51
4.2	EXPERIMENTOS	51
4.2.1	<b>Preparo e solubilização das amostras</b>	<b>52</b>
4.2.2	<b>Conformação mecânica por laminação</b>	<b>54</b>
4.2.3	<b>Caracterização microestrutural e quantitativa</b>	<b>55</b>
4.2.3.1	<i>Difratometria de raio-X</i>	55
4.2.3.2	<i>Ferritoscópio</i>	58
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>59</b>
5.1	ANÁLISE DAS AMOSTRAS RECEBIDAS	59
5.1.1	<b>Verificação das amostras do aço inoxidável série UNS S44100</b>	<b>59</b>
5.1.2	<b>Verificação das amostras de aços inoxidáveis austeníticos séries UNS S30100 e UNS S32100</b>	<b>60</b>
5.2.1	<b>Difração de raios-X das amostras laminadas da série UNS S44100</b>	<b>62</b>
5.2.2	<b>Elaboração da curva de calibração</b>	<b>63</b>

5.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA POR LAMINAÇÃO DOS AÇOS AUSTENÍTICOS .....	65
5.3.1 Deformação plástica à temperatura ambiente .....	66
5.3.2 Deformação plástica à temperatura criogênica.....	67
5.4 MEDIÇÕES MAGNÉTICAS - FERRITOSCÓPIO .....	68
5.4.1 Ferritoscopia de amostras deformadas à temperatura ambiente.....	68
5.4.2 Equação empírica para transformação $\gamma - \alpha'$ .....	72
5.4.2.1 <i>Equação empírica para evolução da TMID para laminação a temperatura ambiente</i> .....	73
5.4.3 Ferritoscopia de amostras deformadas a temperatura criogênica .....	76
5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DOS AÇOS AUSTENÍTICOS UNS S30100 E UNS S32100	84
5.5.1 Difrátogramas na temperatura ambiente.....	84
5.5.2 Difrátogramas na temperatura criogênica (-196°C).....	92
5.5.3 Distorções nos picos de difração .....	97
5.6. INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NA TMID .....	100
6. CONCLUSÕES .....	104
7. TRABALHOS FUTUROS .....	106
REFERÊNCIAS .....	107

## 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS

Dentre os aços inoxidáveis, os austeníticos são conhecidos por possuírem ótima resistência a corrosão, serem paramagnéticos e terem boa soldabilidade. Apresentam o mais alto nível de resistência a corrosão entre os inoxidáveis, porém, apresentam baixa resistência mecânica pois não são passíveis de tratamento térmico. Além disso, o que os torna interessantes do ponto de vista comercial é sua capacidade de apresentar uma superfície de acabamento atraente quando devidamente tratada, sendo utilizados também em peças para acabamento (OUTOKUMPU, 2013), (McGUIRE, 2008).

Na temperatura ambiente a fase presente nesses aços é a austenita, resultado da adição de elementos de liga capazes de estabilizá-la. O Ni e o Mn são os mais utilizados, embora os intersticiais C e N sejam muito mais poderosos neste sentido. Por outro lado, o teor desses elementos intersticiais deve ser bastante reduzido devido ao fato de permitirem a precipitação de fases indesejáveis quando combinados com o Cr, causando redução da resistência a corrosão e fragilização.

Quando submetido a deformação plástica estes aços sofrem encruamento e ao mesmo tempo se processa uma transformação de fase. Essa nova microestrutura é a martensita e a combinação destes dois fenômenos resulta numa melhora na resistência. Esta fase, induzida por deformação nesta classe de aços, se apresenta em duas formas: a martensita  $\epsilon'$ , caracterizada por possuir uma estrutura hexagonal compacta, e a martensita  $\alpha'$ , que possui estrutura cúbica de corpo centrado. Isto se dá pois foi desenvolvida classe de aços inoxidáveis austeníticos objetivando a melhora na conformação e na ductilidade, com teores de Cr e Ni em quantidades inferiores a 20 e 14% respectivamente (McGUIRE, 2008). Como os elementos estabilizantes na austenita estão em menores valores nestes aços, a austenita não está fortemente estabilizada, possibilitando a sua transformação em martensita. Dentre esses aços estão os classificados como UNS S30100 e UNS S32100, que serão objeto de estudo nesta pesquisa (OUTOKUMPU, 2013), (McGUIRE, 2008), (COBB, 2010), (NISHIYAMA, 1978).

A Transformação Martensítica Induzida por Deformação - TMID - em aços inoxidáveis austeníticos tem sido estudada desde as décadas de 1950-1960 (REED, 1962). Na primeira década do século XXI, diversos outros estudos foram realizados (MITRA et al, 2004), (TALONEN, HANNINEN, 2004), (HEDSTROM, 2005), (MÉSÁROS, PROHÁSZKA, 2005), (JOHANNSEN et al, 2006), (TALONEN, HANNINEN, 2007), (TAVARES et al, 2008).

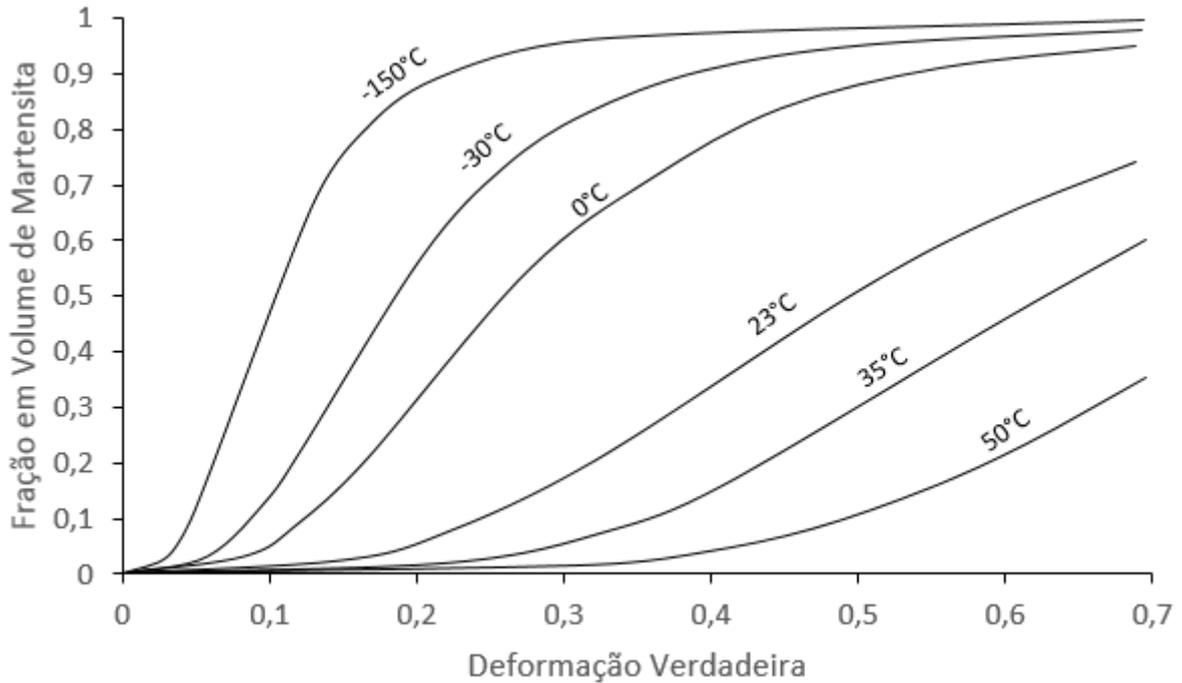
A TMID em aços de baixo conteúdo de elementos de liga, principalmente os das séries UNS S32100 e UNS S30100, produz uma boa ductilidade e aumento de resistência mecânica

quando trabalhado em intervalos de temperaturas adequados. Um material que apresente tais qualidades, além da resistência a corrosão, é ideal para peças que serão conformadas. Alta resistência mecânica possibilita um menor peso da peça, o que leva a aplicações na indústria de transporte em geral, como automotiva, ferroviária e aeronáutica.

Diante das evidências de boas propriedades mecânicas dos aços austeníticos fornecidas pela TMID, diferentes métodos têm sido usados na caracterização das frações de ambas as fases  $\epsilon'$  e  $\alpha'$ . É sabido que a fase austenita e a martensita  $\epsilon'$  são paramagnéticas; em contrapartida, a fase  $\alpha'$  é ferromagnética. Assim, a caracterização das propriedades magnéticas das amostras constitui um dos métodos mais utilizados em estudos, como por exemplo, a análise feita através do ferritoscópio, que é um dos métodos selecionado para avaliação das amostras neste trabalho. Este aparelho irá aferir a permeabilidade magnética da amostra, considerando evidentemente a deformação anteriormente aplicada, pois é conhecido seu efeito nesta propriedade. Outros métodos considerados bem precisos são a difração de nêutrons e de raios-X, esta última sendo outra técnica utilizada neste trabalho para identificar as fases presentes (PRAMANIK; BASAK, 2015). A radiação utilizada será de  $\text{Cu K}\alpha 1$  ( $\lambda=0,154056\text{nm}$ ).

Várias são as evidências da influência da temperatura e da taxa de deformação na TMID, como mostra a Figura 1, que apresenta a variação da quantidade de martensita em função da temperatura e da deformação imposta para um aço AISI 304 (UNS S30400) (TSUCHIDA et al, 2011).

Figura 1 – Variação da quantidade de martensita em função da temperatura e da deformação imposta.



Fonte: Tsuchida et al, 2011.

Com o intuito de estudar o efeito da deformação e da temperatura na transformação martensítica induzida por deformação (TMID) dos aços UNS S32100 e UNS S30100, diversos corpos de provas serão devidamente preparados e verificados a fim de garantir que apenas a fase austenítica esteja presente. Serão impostas diferentes deformações por laminação em temperaturas distintas a fim de verificar sua influência na fração das fases formadas, correlacionando-as com a variação de temperatura e de deformação.

## **2 OBJETIVO**

Este trabalho tem como objetivo estudar o efeito da deformação e da temperatura na formação da fase martensítica nos aços inoxidáveis austeníticos das séries UNS S32100 e UNS S30100, obtida por transformação martensítica induzida por deformação (TMID) através da laminação de chapas em duas diferentes temperaturas (ambiente e -196 °C) correlacionando as frações de fases obtidas com as condições impostas para cada amostra.

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo serão apresentados os conceitos básicos de aços inoxidáveis e da transformação martensítica induzida por deformação - TMID.

#### 3.1 ASPECTOS GERAIS

O ferro e suas ligas são do ponto de vista da corrosão relativamente pouco resistentes, pois podem se deteriorar quando expostos ao ar, na presença de determinados ácidos ou a altas temperaturas. Devido a esta característica, foi desenvolvido um grupo de ligas ferrosas com adição de Cr, frequentemente contendo Ni, conhecido como aços inoxidáveis (OUTOKUMPU, 2013). Devido a presença de Cr em teores superiores a 11% em solução sólida, estas ligas possuem a habilidade de formar uma fina película superficial quando em contato com o oxigênio da atmosfera, que as protegem do meio externo, chamada de película passiva.

##### 3.1.1 Aços inoxidáveis austeníticos

Além do cromo presente em todos os aços inoxidáveis, o níquel é adicionado e possui a função de estabilizar a austenita, que é a fase presente nestes aços na temperatura ambiente ou abaixo dela. (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

Os aços inoxidáveis austeníticos são conhecidos por apresentarem ótima conformabilidade e soldabilidade, além de serem utilizados em temperaturas criogênicas. Embora os ferríticos apresentem menor custo pela ausência de Ni e geralmente menores teores de Cr, faltam-lhes algumas características como: alta ductilidade, principalmente para deformações acima de 30%, e tenacidade quando utilizados a baixa temperatura. Quando a aplicação exige alta resistência mecânica aliada a alta dureza, os aços inoxidáveis martensíticos são utilizados, mas em contrapartida, são bastante limitados em relação a resistência a corrosão (McGUIRE, 2008).

As ligas austeníticas mais usadas no mundo são as das séries AISI 316, 304, 321 e 347 e são conhecidas como tipo “18-8” referente ao teor de Cr e Ni respectivamente (LIPPOLD; KOTECKI, 2005). Duas dessas séries, UNS S30100 e UNS S32100, serão objetos de estudo deste trabalho. A grande diferença em relação as outras séries de aços inoxidáveis está na sua capacidade de endurecimento pelo trabalho a frio, e sabe-se que quanto menor a quantidade de

elementos de liga estabilizadores da austenita, mais fácil de se obter martensita, resultando numa combinação de alta resistência e ductilidade. (McGUIRE, 2008).

Dependendo do teor de elementos de liga, o aço inoxidável austenítico pode ser estável ou metaestável com respeito a formação da fase martensítica. Os metaestáveis possuem baixos teores de elementos estabilizadores da fase austenita e possuem a tendência de formar dois tipos de martensita:  $\epsilon'$  caracterizada por possuir uma estrutura hexagonal compacta, e  $\alpha'$ , que possui estrutura cúbica de corpo centrado. (PRAMANIK; BASAK 2015).

A liga UNS S32100, ou AISI 321, é estabilizada com titânio a fim de evitar a formação de carboneto de cromo ( $M_{23}C_6$ ), uma vez que o titânio forma carbonetos estáveis do tipo MC a elevadas temperaturas, restringindo a formação de carbonetos ricos em Cr. A adição deste elemento com teor máximo de 1% reduz a quantidade de carbono dissolvido na matriz tornando a precipitação do carboneto de cromo mais difícil. Este processo diminui o risco de corrosão intergranular (RIDLOVA, 2003) (LIPPOLD; KOTECKI, 2005). Esta série é normalmente utilizada em sistemas de exaustão devido a sua resistência a altas temperaturas e boa soldabilidade, que são superiores às da série AISI 304 ou UNS S30400 (LEBAN; TISU, 2013). Na Tabela (1) é apresentada a composição química dos aços inoxidáveis em estudo neste trabalho (UNS S30100, S32100) comparada ao aço inoxidável austenítico mais comum, o UNS S30400.

Tabela 1 - Aços inoxidáveis austeníticos – composição química nominal.

Série	C	Mn	Si	Cr	Ni	N	Ti
UNS S30400	0,08	2,00	0,75	18-20	8-10,5	0,10	*.*.*
UNS S30100	0,15	2,00	0,75	16-18	6-8	0,10	*.*.*
UNS S32100	0,08	2,00	0,75	17-19	9-12	0,10	5(C+N)-0,7

Fonte: Iron & Steel Society – Steel Products Manual, 1999.

O aço inoxidável austenítico série UNS S30100 foi primeiramente utilizado na confecção do trem sobre pneus de Budd-Michelin em 1932. Para confecção da roda, foi utilizado um aço inoxidável que possuía determinada resistência a tração e que tivesse ao mesmo tempo baixos teores de Cr e Ni, possibilitando um baixo custo. Foi selecionado um aço com composição muito próxima ao conhecido hoje como UNS S30100, que mais tarde passou a ser utilizado na confecção de partes estruturais de trens, veículos e ônibus devido a boa conformabilidade. (COBB, 2010). Um exemplo de uso desta série é na confecção de toda parte estrutural do trem Zephyr (Figura 2), produzido com aço AISI 301 em 1934.

Figura 2 – Trem Zephyr da Budd Company em 1934.



Fonte: [https://locomotive.fandom.com/wiki/Pioneer\\_zephyr](https://locomotive.fandom.com/wiki/Pioneer_zephyr)

Apesar do custo mais elevado das ligas austeníticas em comparação com as séries ferríticas e martensíticas devido aos elementos de liga que são adicionados, estas oferecem vantagens como boa conformabilidade e soldabilidade, razão pela qual são preferidas para muitas aplicações.

### 3.2 PRINCIPAIS ELEMENTOS DE LIGA

A seguir será apresentada a influência dos principais elementos de liga nos aços inoxidáveis austeníticos.

#### **Cromo**

É o elemento que promove a resistência a corrosão nos aços inoxidáveis, além de ser um forte estabilizador da fase ferrita. Possui maior afinidade com o C e possibilita a formação de carbonetos, principalmente os da família  $M_{23}C_6$ , onde M é geralmente o átomo de Cr mas também pode ocorrer uma fração de Fe e Mo. Outro carboneto que pode ser formado é o  $Cr_7C_3$ , além da possibilidade de carbonitreto do tipo  $[M_{23}(C,N)_6]$ . É possível também sua presença em

fases intermetálicas como a fase sigma  $\sigma$ , que possui Fe e Cr em sua composição, e é formada quando o material é envelhecido em temperaturas específicas, comumente próximas de 800°C. Estas fases devem ser evitadas pois conferem fragilidade à liga, além de redução da resistência a corrosão (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

### **Níquel**

A principal função deste elemento nos aços inoxidáveis austeníticos é promover a fase austenita. Adicionado em certa quantidade, é capaz de aumentar a região no diagrama de equilíbrio onde a austenita é estável, podendo ser encontrada mesmo na temperatura ambiente. Carbonetos raramente são formados em combinação com o Ni, tampouco compostos intermetálicos (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

### **Manganês**

Este elemento é adicionado nos aços inoxidáveis austeníticos em uma quantidade de 1 a 2%. Historicamente é adicionado para evitar trincas na solidificação. Junto com o C, N e o Ni, o Mn é estabilizador da fase austenita, além de evitar a formação de martensita em baixas temperaturas. Em algumas ligas é adicionado para melhorar a solubilidade do N na austenita. Sua influência nas propriedades mecânicas é ínfima (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

### **Carbono**

É um elemento intersticial que possui a característica de aumentar a resistência dos aços. Como participa da formação de carbonetos, principalmente  $M_{23}C_6$ , promove a redução do teor de Cr em solução sólida reduzindo drasticamente sua resistência a corrosão, assim, seu teor nos aços austeníticos deve ser baixo, inferior a 0,1%C. Nas séries “L” o teor é de no máximo 0,03%C (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

### **Nitrogênio**

O N é geralmente adicionado nas séries austeníticas e dúplex. Semelhante ao C, o N em solução aumenta a resistência do aço, que é bastante pronunciada em aplicações criogênicas em aços inoxidáveis austeníticos. A solubilidade deste elemento é muito baixa, especialmente na fase ferrita, porém, é melhorada com a adição de Mn. Junto com o C, o N também é um poderoso estabilizador da fase austenita (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

**Titânio**

É um elemento fortemente estabilizador da ferrita e formador de carbonetos. Nos aços austeníticos que possuem alto teor de C é adicionado para aumentar a resistência a corrosão intergranular, por evitar a formação de carbonetos e carbonitretos de Cr, além de possuir a característica de melhorar as propriedades mecânicas a altas temperaturas (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

**Silício**

Aumenta a resistência a oxidação tanto a altas como em baixas temperaturas (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

**Molibdênio**

Melhora a resistência a corrosão tanto localizada como uniforme, além de promover fortemente a fase ferrita, mas também leva a formação não desejada de fases intermetálicas (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

### 3.3 MICROESTRUTURA

O nome dado a cada classe de aços inoxidáveis fornece uma boa ideia sobre a fase presente na liga, como nos austeníticos, ferríticos, dúplex (que possui as duas fases anteriores presentes) e os martensíticos. Embora diversos elementos de liga possam ser adicionados dependendo das propriedades que se deseja obter, todas as classes de aços inoxidáveis são ligas ferrosas com adição de Cr com teor mínimo de 11% em solução sólida, sendo o principal elemento responsável pela formação da película passiva que protege o material do ambiente. De um modo geral, os aços inoxidáveis são ligas contendo teor de Fe variando de 50 a 88%. Os elementos de liga são adicionados com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas, resistência a corrosão e controlar a microestrutura (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

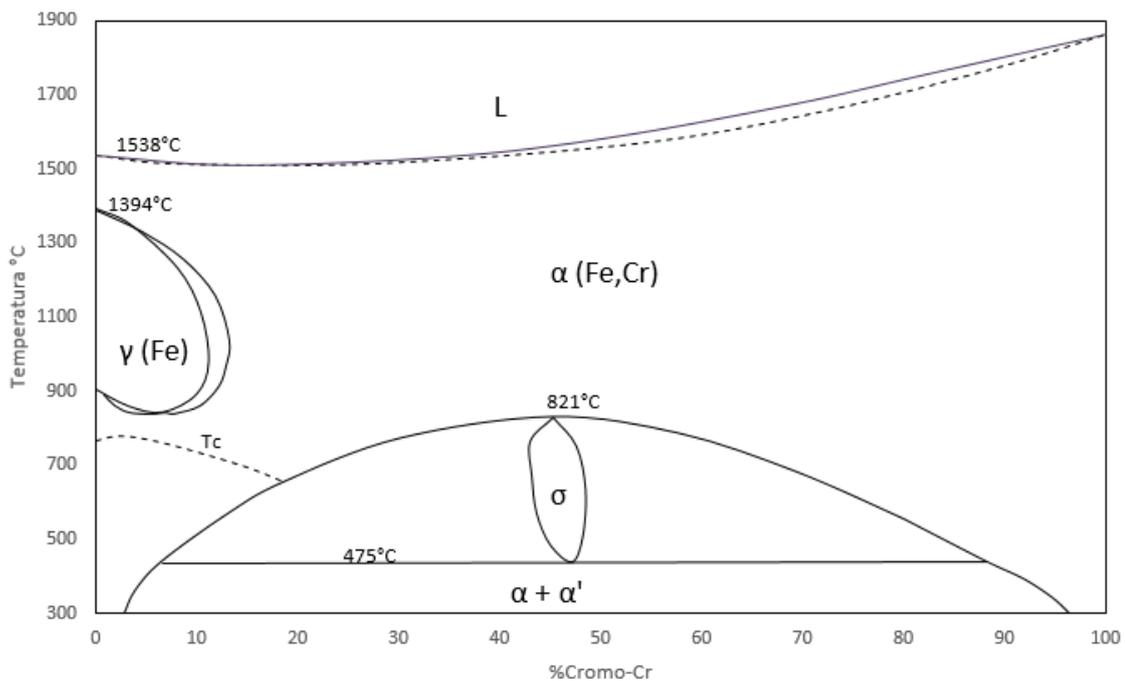
Para os aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos o C e o Cr são os principais elementos, e a adição de Ni é mandatória para os austeníticos e dúplex.

Os diagramas de fases das ligas Fe-Cr, Fe-Cr-Ni e Fe-Cr-C são bastante importantes para verificação das fases que podem estar presentes nos aços inoxidáveis, porém, apresentam a limitação de não representar a influência de vários elementos de liga que são adicionados

(LIPPOLD; KOTECKI, 2005). É sabido que os diagramas de fases são elaborados em condição de equilíbrio, sendo que o processo de resfriamento e aquecimento rápido não são representados.

Conforme pode ser observado no diagrama de equilíbrio Fe-Cr da Figura 3, para quantidade de Cr de até 12,7% e temperatura de 1000°C, existe uma região em que a fase austenítica  $\gamma$  está em equilíbrio, sendo que acima deste teor, a fase ferrita  $\alpha$  está presente em qualquer quantidade de Cr. Uma liga aquecida nas temperaturas de estabilidade da fase austenita, seguido de resfriamento rápido, e com teor de Cr inferior a 12,7%Cr, poderá se transformar em martensita, dando origem aos aços martensíticos.

Figura 3 – Diagrama de equilíbrio Fe-Cr.



Fonte: Lippold; Kotecki, 2005.

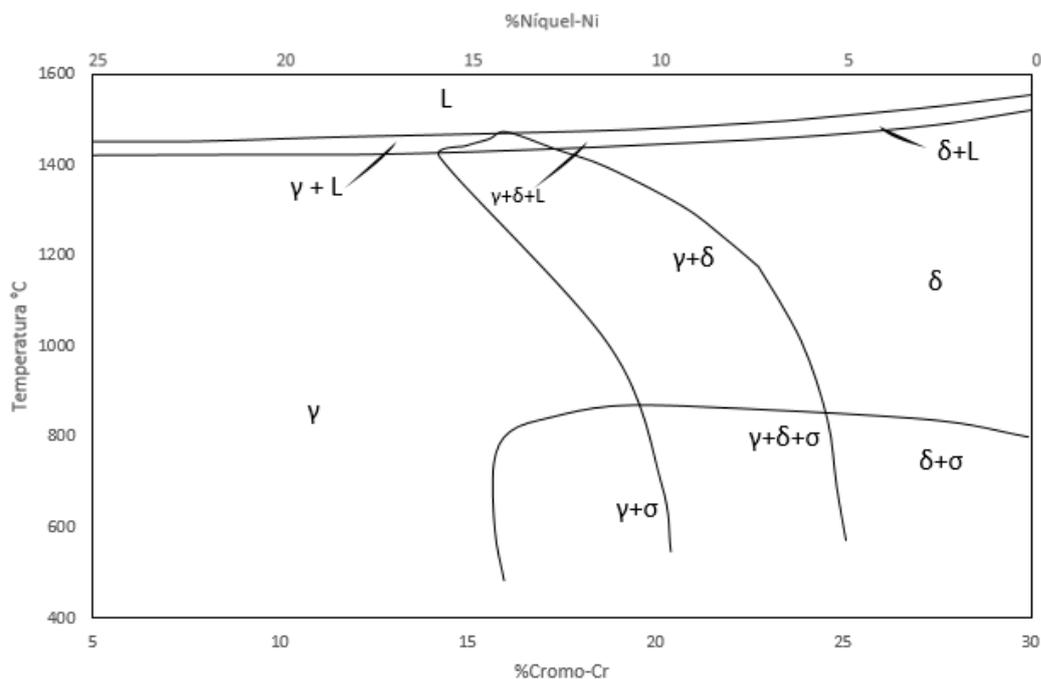
Observando as fases presentes no diagrama Fe-Cr da Figura 3, verifica-se a presença da fase  $\sigma$  (sigma) que possui estrutura tetragonal. Por ser formada a baixa temperatura, a cinética de formação é bastante lenta, e a precipitação desta fase intermetálica exige um tempo considerável a uma temperatura entre 600 a 800°C. Sendo uma fase frágil e dura, sua presença deve ser evitada (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

Abaixo de 475°C ocorre uma decomposição em duas fases sendo uma delas a  $\alpha'$  rica em Cr, responsável pela fragilização da liga com teores acima de 14%-Cr (LIPPOLD; KOTECKI, 2005) e a outra a ferrita  $\alpha$  rica em Fe.

Como os aços austeníticos possuem Ni em sua composição, este elemento, aliado ao C, leva a estabilização da fase austenita, aumentando significativamente a região em que esta fase é estável, chegando até a temperatura ambiente. Desta forma, os aços austeníticos são resfriados rapidamente desde o campo austenítico até a temperatura ambiente a fim de evitar a precipitação de fases indesejáveis (HEDSTROM, 2005).

Observando a Figura 4 para uma liga Fe-Cr-Ni contendo 70% de Fe, a solidificação pode ocorrer tanto como ferrita  $\delta$  como austenita  $\gamma$  ou uma mistura de ambas. O ponto de separação das fases presentes se dá aproximadamente na linha onde o teor é de 18%-Cr-12%Ni, sendo que, quanto maior a quantidade de Cr mais ferrita  $\delta$  ou uma mistura de ferrita  $\delta$  e austenita  $\gamma$  se formará, enquanto para quantidades menores, a austenita  $\gamma$  estará presente até a temperatura ambiente.

Figura 4 – Diagrama pseudo-binário Fe-Cr-Ni com teor de Fe-70%.

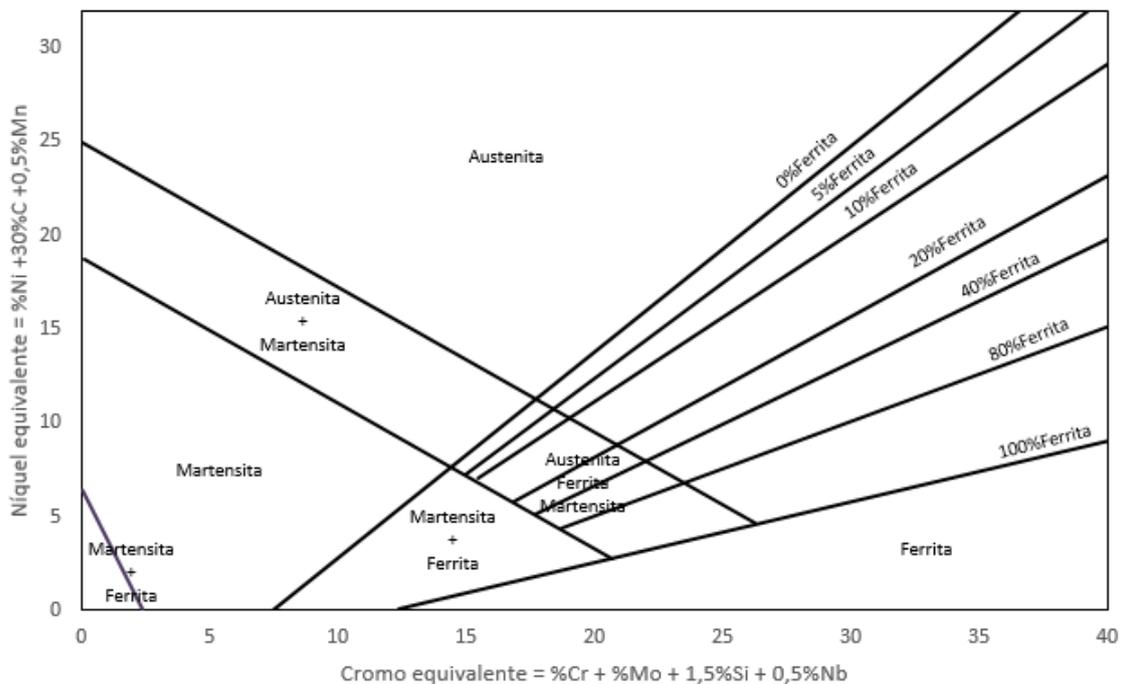


Fonte: Lippold; Kotecki, 2005.

Nota-se que o equilíbrio da fase austenita  $\gamma$  no diagrama ternário Fe-Cr-Ni é encontrado para altos níveis de Ni, porém, as ligas podem conter esta fase com teores bem inferiores a este. Este fenômeno é devido à adição de outros elementos que possuem a mesma função no que diz respeito a estabilizar a austenita  $\gamma$ , o mesmo ocorrendo para a fase ferrita  $\delta$ . Diante desta propriedade, diversos estudos foram realizados de modo a definir quais elementos e sua proporção apresentam o mesmo efeito estabilizador de cada fase. A fim de determinar quais

fases estariam presentes após o processo de soldagem, utilizam-se diagramas como o de Schaeffler-Delong, Figura 5, contendo a definição de Cr e Ni equivalentes para diversos elementos de liga que funcionariam de modo semelhante a adição do próprio elemento na liga.

Figura 5 – Diagrama Schaeffler-Delong.



Fonte: Mcguire, 2008 apud Schaeffler, 1949; Delong, 1960

A relação de equivalência em Cr e Ni é descrita na figura 4 pelas seguintes expressões

$$\text{Níquel equivalente} = \%Ni + 30\%(C+N) + 0,5\%Mn \quad (1)$$

$$\text{Cromo equivalente} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,5\%Nb \quad (2)$$

Assim, além dos efeitos de Ni ou Cr, os elementos fortemente estabilizadores da austenita são o C e o N, enquanto os mais potentes estabilizadores de ferrita são o Si e o Mo.

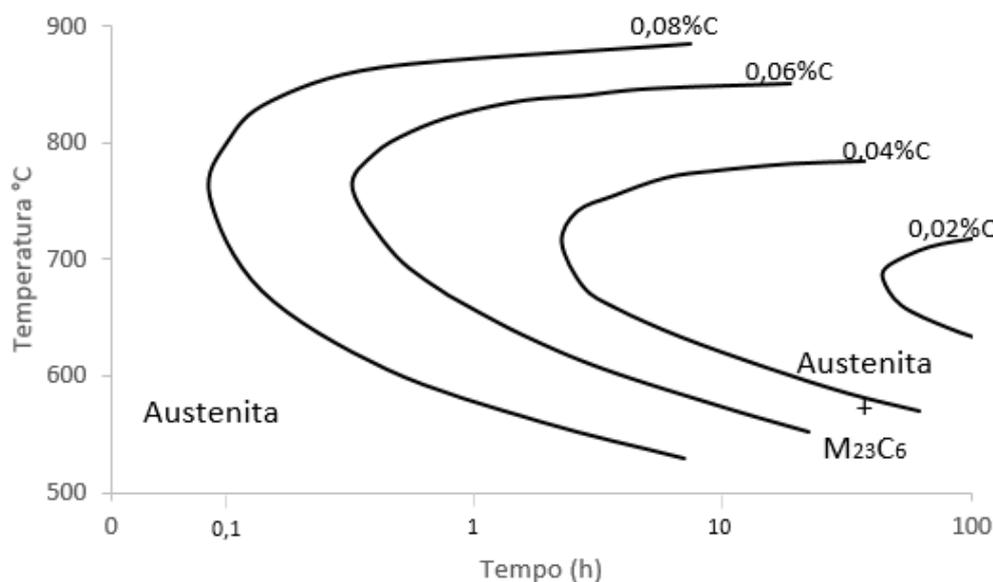
Embora o diagrama Schaeffler-Delong seja bastante útil para determinar as fases presentes após o aquecimento seguido de resfriamento às taxas comumente encontradas nos processos de soldagem, os aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis podem sofrer mais uma transformação de fase quando trabalhados a frio, e que não está prevista em diagramas. Esse fenômeno tem o nome de Transformação Martensítica Induzida por Deformação – TMID.

### 3.3.1 Formação de carbonetos e fases intermetálicas

As séries de aços inoxidáveis austeníticos podem conter até 0,15%C. O C e o N são compostos importantes, mas em aços inoxidáveis possuem maior potencial para redução da energia livre reagindo mais prontamente com o Cr do que com o Fe. Isso possibilita a formação de carbonetos e carbonitretos, sendo o  $M_{23}C_6$  o mais comum em aços inoxidáveis. Na fase austenita a precipitação de carbonetos ocorre a temperatura abaixo de 900°C para aços com teor inferior a 0,10%C, e abaixo de 600°C para aços com teor inferior a 0,03%C. Como exemplo, a Figura 6 mostra a cinética de transformação do  $M_{23}C_6$  num aço austenítico tipo 18-10. Na prática, abaixo de 500°C não há precipitação devido à baixa difusão do Cr. Uma vez que o C tem baixa solubilidade na austenita na temperatura ambiente, o resfriamento desde a região austenítica preserva o material da formação de carbonetos, mantendo o C em solução sólida supersaturada, o que é muito comum na série UNS S30100 (McGUIRE, 2008).

A precipitação de carbonetos ocorre nos contornos de grão, pois é uma região de preferência para nucleação heterogênea. O Cr, que reage com o C, é oriundo das vizinhanças dos contornos o que reduz o teor deste elemento nesta região, enfraquecendo a película passiva causando sensitização, dando origem a um fenômeno chamado de corrosão intergranular. Ni e Mo diminuem a solubilidade do C e assim aceleram a formação de precipitados.

Figura 6 – Influência do teor de C na cinética de formação do  $M_{23}C_6$  num aço inoxidável austenítico 18-10.



Fonte: Khatak; Baldev, 2002.

A difusão do C e do Cr na martensita ocorre com facilidade, ao mesmo tempo que a solubilidade destes elementos é baixa. Por este motivo, quando há presença desta fase na liga, há um aumento da cinética de precipitação de fases intermetálicas, fazendo a transformação ocorrer em um menor espaço de tempo, tornando o material mais sensível a corrosão intergranular (KHATAK; BALDEV, 2002).

Ligas contendo elementos de transição A, como o Fe, Ni, Mn, Co entre outros, junto com elementos de transição B, como Cr, Ti, V etc. estão sujeitos a formação de fases intermetálicas que possuem fórmulas como  $A_4B$  e  $AB_4$ . Quando exposto a altas temperaturas, os aços inoxidáveis austeníticos são susceptíveis a formação de segunda fase intermetálica, causando impacto nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão (KHATAK; BALDEV, 2002).

As fases intermetálicas são no geral frágeis e duras, conferindo fragilidade à liga quando formada nos contornos de grão. Quando há presença de intermetálicos, o teor de Cr e de Mo é reduzido localmente resultando numa redução da resistência a corrosão (KHATAK; BALDEV, 2002). Dentre as fases intermetálicas mais comuns está a fase sigma  $\sigma$ . Ela já foi mencionada no diagrama Fe-Cr da Figura 3, e é uma fase dura e frágil, possuindo uma estrutura tetragonal e se forma preferencialmente nos contornos de grão. As temperaturas em que é possível sua formação estão entre 600°C e 1000°C.

A tendência de um aço inoxidável austenítico formar a fase sigma foi proposta por Hull, em que se considera uma equação semelhante à de Cr equivalente já apresentada, chamada de ECC - Equivalent Chromium Content (KHATAK; BALDEV, 2002).

$$ECC = \%Cr + 0,31(\%Mn) + 1,76(\%Mo) + 0,97(\%W) + 2,02(\%V) + 1,58(\%Si) + 2,44(\%Ti) + 1,7(\%Nb) + 1,22(\%Ta) - 0,266(\%Ni) - 0,177(\%Co). \quad (3)$$

Caso ECC seja superior a 17-18%Cr, a liga é susceptível a formação da fase sigma. Aplicando a composição química da Tabela (4) na equação (3) tem-se para a série UNS S30100 16,70% e para série UNS S32100 16,80%. Desta forma, ambas as séries estudadas não são susceptíveis a formação da fase sigma  $\sigma$ .

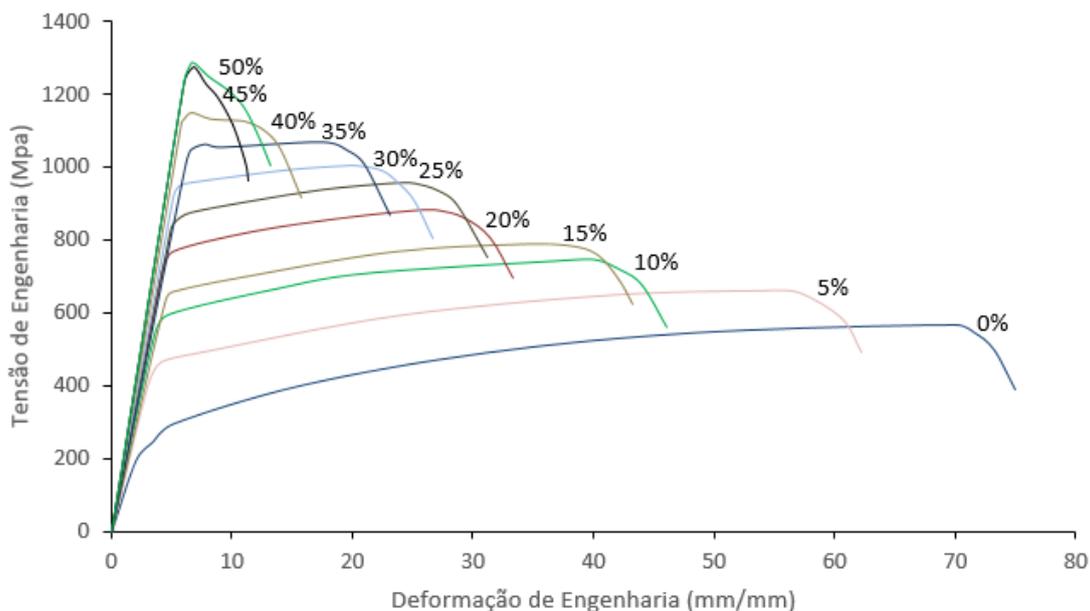
Ressalta-se, contudo, que o trabalho a frio pode reduzir o tempo necessário para a formação desta fase, por facilitar a difusão de elementos substitucionais, como o Cr e o Mo. (KHATAK; BALDEV, 2002).

### 3.4 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO

Em materiais dúcteis submetidos a deformação a frio, ou seja, abaixo da temperatura de recristalização, ocorre um aumento do limite de proporcionalidade e da resistência a tração. Em contrapartida, há uma perda na ductilidade e aumento da dureza.

A Figura 7 mostra o efeito do trabalho a frio sobre a curva tensão-deformação para um aço inoxidável austenítico AISI 304 (UNS S30400). Pode-se observar que quanto maior a deformação aplicada, maior é a resistência a tração da peça. Este aumento é resultado de um aumento da densidade de discordâncias gerada pelo trabalho a frio. Novas discordâncias são criadas e a distância entre elas é reduzida (CALLISTER, 2015).

Figura 7 – Curva tensão vs deformação de engenharia em função do trabalho a frio (%) de um aço inoxidável AISI 304.



Fonte: Milad et al, 2007.

Num gráfico tensão vs deformação uniaxial há basicamente 3 regiões distintas, que podem ser vistas na Figura 8. Na região de proporcionalidade existe uma relação direta entre a tensão aplicada e a deformação e pode ser calculada através da lei de Hooke, conforme abaixo.

$$\sigma = E\varepsilon \quad (4)$$

onde

$\sigma$  = tensão verdadeira (MPa)

$\varepsilon$  = deformação verdadeira

E = módulo de elasticidade (MPa)

Na deformação plástica encontra-se duas regiões, sendo que a primeira representa o início da deformação plástica, caracterizada pelo aumento da tensão com um incremento de deformação. Esse aumento é uniforme e não linear. A expressão que descreve este comportamento é a equação de Ludwik-Hollomon (5).

$$\sigma_v = K\varepsilon_p^n \quad (5)$$

onde:

$\sigma_v$  = tensão verdadeira (MPa)

K = constante de encruamento (MPa)

n = expoente de encruamento

$\varepsilon_p$  = deformação plástica verdadeira (mm/mm)

sendo possível converter a deformação convencional ou de engenharia (e) em deformação verdadeira usando a equação 6.

$$\varepsilon = \ln(1+e) \quad (6)$$

onde

e = deformação de engenharia (mm/mm)

Da mesma forma, a expressão que transforma a tensão de engenharia S em tensão verdadeira  $\sigma$  é dada na eq. 7. Esta expressão é válida até a formação da estricção, na máxima tensão de engenharia obtida no ensaio.

$$\sigma = S (1 + e) \quad (7)$$

onde:

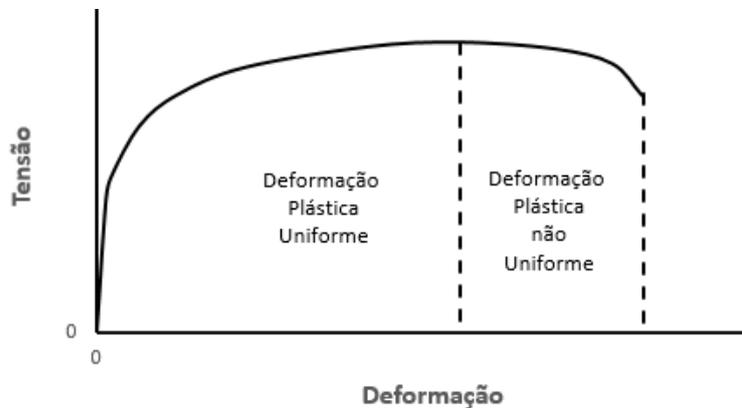
$\sigma$  = tensão verdadeira (MPa)

S = tensão de engenharia (MPa)

$e$  = deformação de engenharia (mm/mm)

Quando a tensão de engenharia máxima é atingida num ensaio uniaxial inicia-se a fase de deformação plástica não uniforme, como mostrado na Figura 8. O estado de tensão passa a ser triaxial. Nesta parte ocorre uma diminuição da resistência do material gerando instabilidade plástica, ocorrendo uma fratura semelhante à da Figura 9. Neste local ocorre o surgimento de cavidades localizadas que nucleiam heterogeneamente em inclusões, partículas de segunda fase ou até mesmo em contornos de grão e coalescem (DIETER, 1988).

Figura 8 – Gráfico tensão vs deformação característico de material dúctil.



Fonte: Hosford; Caddell, 2007.

Figura 9 – Fratura “taça-cone” de material dúctil.



Fonte: Callister, 2015.

Em alguns aços, especialmente nos inoxidáveis austeníticos metaestáveis, foi observado um aumento da ductilidade e da resistência durante o ensaio de tração. Este fenômeno foi atribuído a formação de martensita e é chamado de Transformação Martensítica Induzida por Deformação – TMID, já que durante o encruamento ocorre a formação de outra fase, a martensita, que tem características mecânicas diferentes da austenita original. Como esperado,

a curva tensão vs. deformação é diferente daquela da Figura 8. Desta forma, a equação de Ludwik-Hollomon (6) não descreve com precisão o comportamento em tração uniaxial para aços que sofrem transformação de fase durante a deformação plástica. Ludwigson (1971) constatou uma discrepância entre a equação de Ludwik-Hollomon e os dados experimentais em baixas deformações, como mostra a Figura 10. Assim, apresentou em seu trabalho uma fórmula empírica (8) adequada para aços metaestáveis.

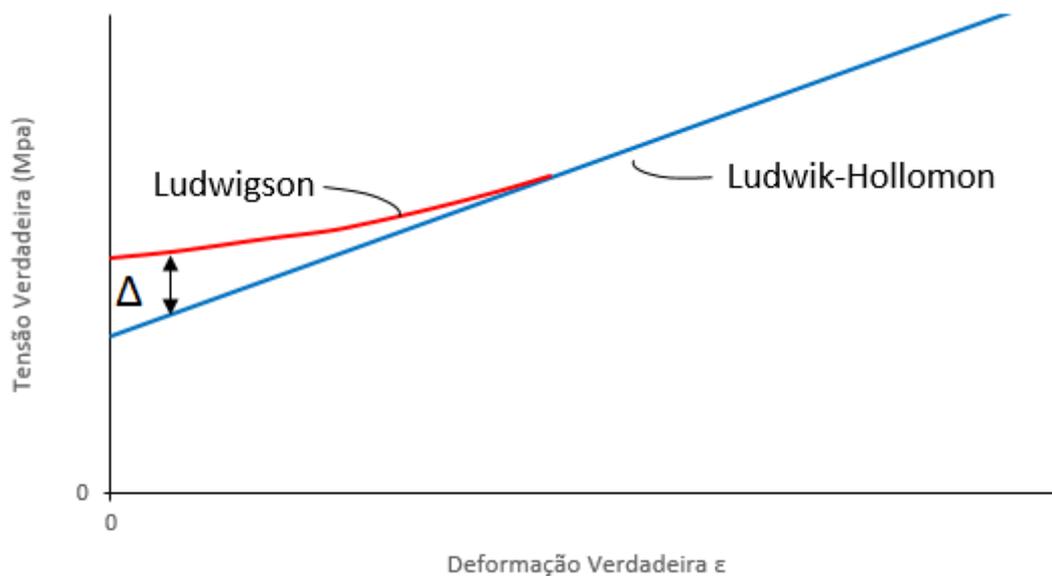
$$\sigma = k_1 \varepsilon^{n_1} + e^{k_2} \cdot e^{n_2 \varepsilon} \quad (8)$$

Onde:

$K_1$  e  $n_1$  são a constante de encruamento e expoente de encruamento da equação de Ludwik-Hollomon respectivamente.

$K_2$  e  $n_2$  são constantes semelhantes às de Ludwik-Hollomon, porém obtidas pelo  $\log \Delta$ .

Figura 10 – Exemplo de curva tensão vs. deformação para aço austenítico em coordenadas logarítmicas.

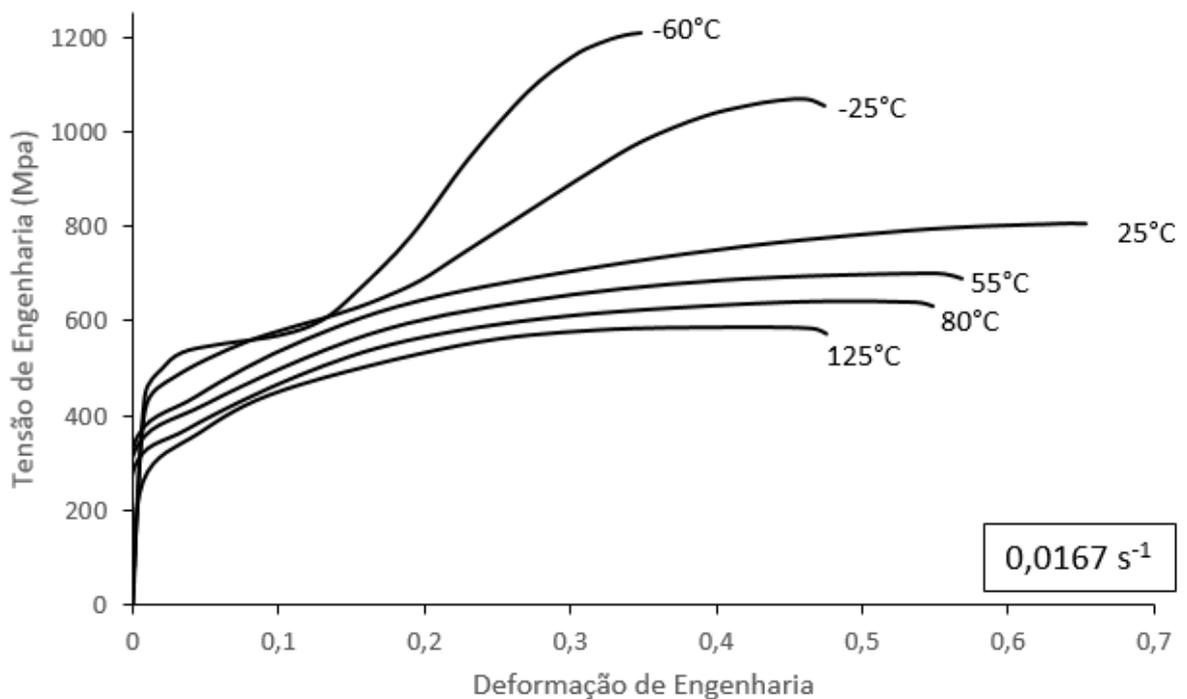


Fonte: “Adaptado de” Ludwigson, 1971

### 3.4.1 Influência da temperatura e da taxa de deformação

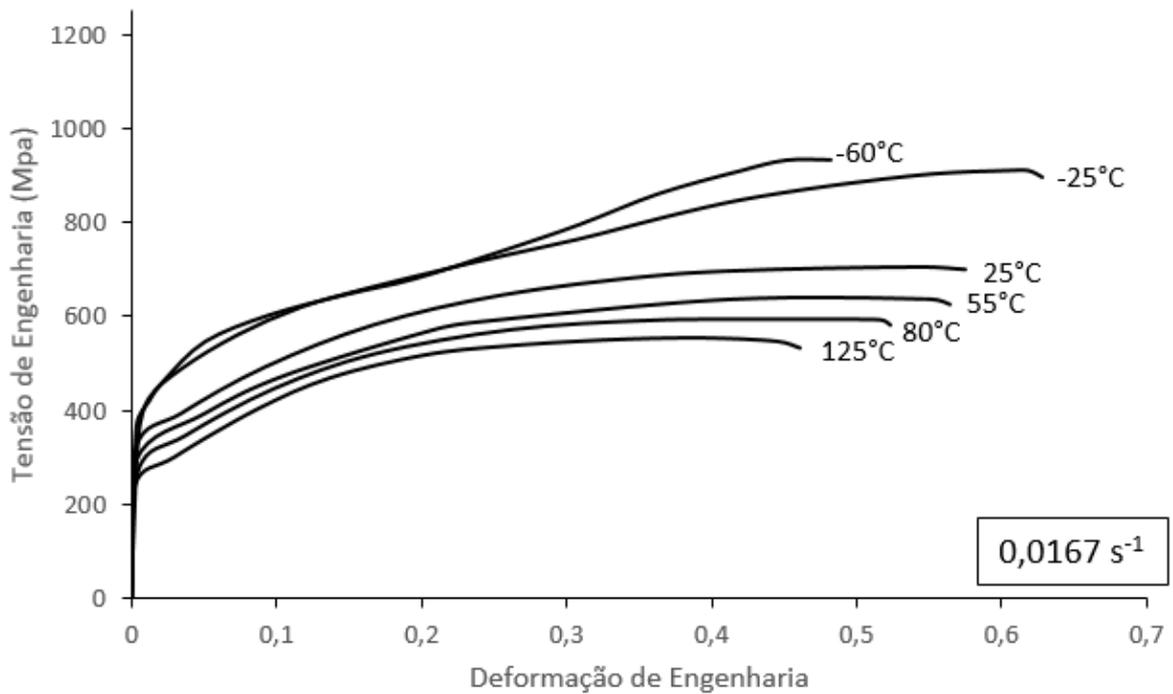
Embora a equação (5) possa descrever com bastante precisão o comportamento em tração uniaxial de materiais que não sofrem TMID, ela é bastante limitada para compreender o fenômeno da TMID, pois o comportamento de um aço inoxidável metaestável em tração é bastante sensível a variáveis como taxa de deformação, temperatura e composição química (TALONEN; HANNINEN, 2007). Peterson (1997) ensaiou chapas laminadas a frio das séries UNS S30100 e UNS S30400. Ele variou a temperatura de  $-65$  a  $125^{\circ}\text{C}$  inserindo os corpos de provas em fluido e realizou os ensaios de tração uniaxial à uma taxa de deformação constante de  $0,0167\text{s}^{-1}$  com o objetivo de verificar a fração de martensita formada e relacioná-la com as propriedades mecânicas. Os resultados dos ensaios estão nas Figuras (11) e (12).

Figura 11 – Curva tensão vs. deformação de engenharia para aço inoxidável série UNS S30100.



Fonte: Peterson 1997.

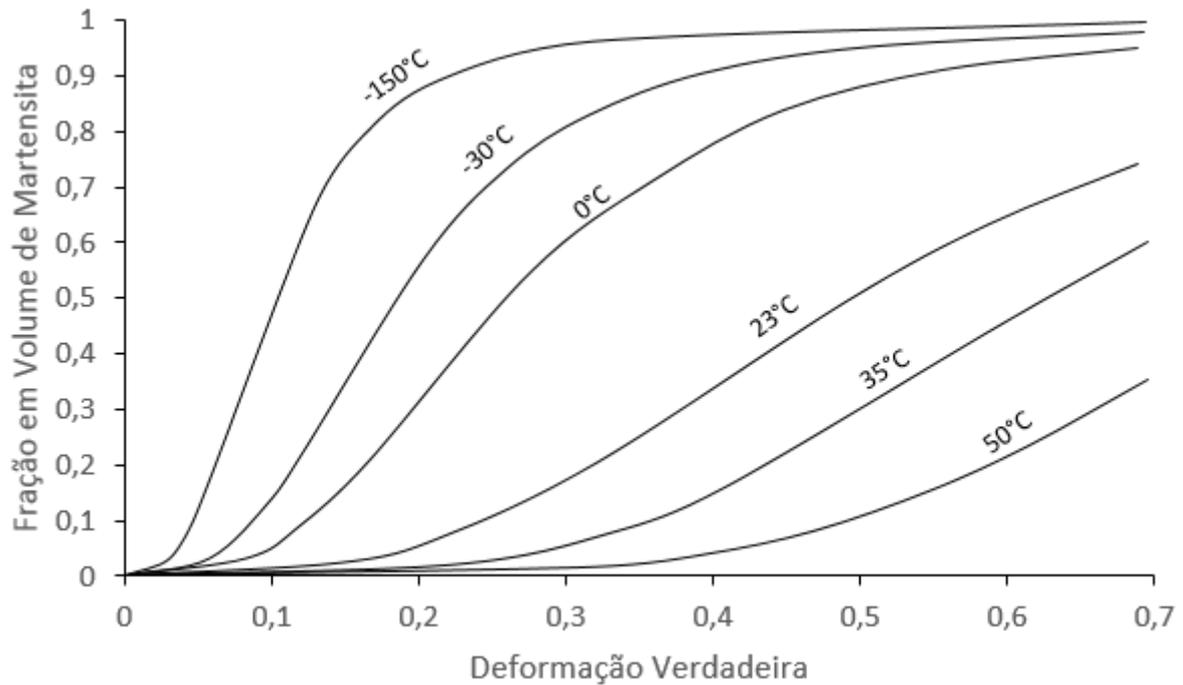
Figura 12 – Curva tensão vs. deformação de engenharia para aço inoxidável série UNS S30100.



Fonte: Peterson 1997.

Pode-se observar nas Figuras (11) e (12) que tanto a resistência a tração como a ductilidade são aumentadas quando a temperatura do ensaio é reduzida. O efeito é mais proeminente na série UNS S30100 devido ao fato deste ser mais instável que a série UNS S30400, permitindo a TMID em maior escala. Em altas temperaturas, a curva para ambas as séries de aços inoxidáveis apresenta um formato parabólico típico de aços estáveis onde a equação de Ludwig-Hollomon é válida, sugerindo que não houve transformação de fase. Por outro lado, ao abaixar a temperatura, a curva altera sua forma, indicando que uma possível transformação de fase ocorreu. Tsuchida et al (2011) ensaiou à tração uniaxial corpos de prova de aço inoxidável série UNS S30400, com taxa de  $3,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Variando a temperatura do ensaio de 50 para  $-150^\circ\text{C}$ , observou que a fração em volume de martensita formada nas amostras aumentava ao abaixar a temperatura, indicando que esta estrutura seja responsável pela melhora nas propriedades mecânicas. O resultado pode ser visto na Figura (13).

Figura 13 – Variação da quantidade de martensita em função da temperatura e da deformação imposta.

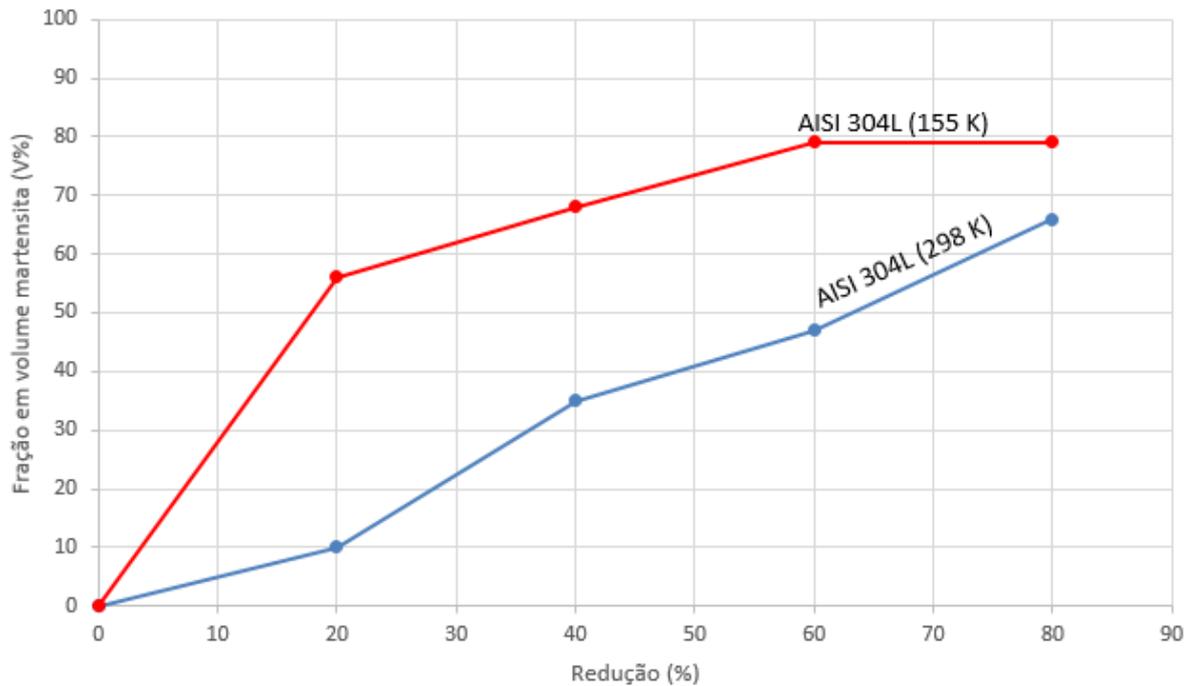


Fonte: Tsuchida et al, 2011.

Quando um aço metaestável é submetido a deformação na temperatura adequada, ocorre a formação de martensita pontualmente nos locais de maior tensão devido ao cisalhamento, levando ao aumento da resistência localizada do material onde houve formação desta fase. Esse fenômeno evita a formação de instabilidade plástica e distribui a tensão por todo o material. Como resultado, a formação de pescoço ocorre em deformações maiores, aumentando a região de deformação plástica uniforme.

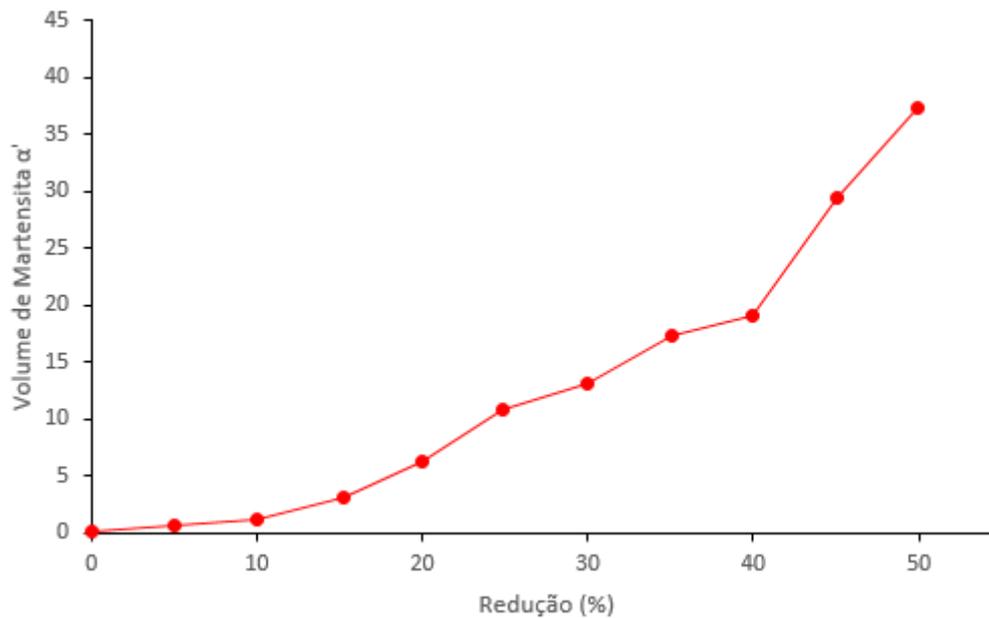
Alves et al (2019) ensaiou chapas de aço inoxidáveis AISI 304L na temperatura ambiente (298 K) e em temperatura criogênica (155 K), fazendo variar a deformação de 0 à 80%. Os resultados obtidos indicam maior fração em volume nas amostras laminadas a temperatura criogênica (155K) do que naquelas laminadas a temperatura ambiente (298 K) como pode ser visto na Figura 14. Observou também que a fração em volume obtida através do processo de laminação era superior àquela obtida no ensaio de tração uniaxial.

Figura 14 – Fração em volume de martensita laminado a (155 K) e (298 K) da série AISI 304L obtido por ferritoscopia.



Fonte: Adaptado de Alves et al, 2019.

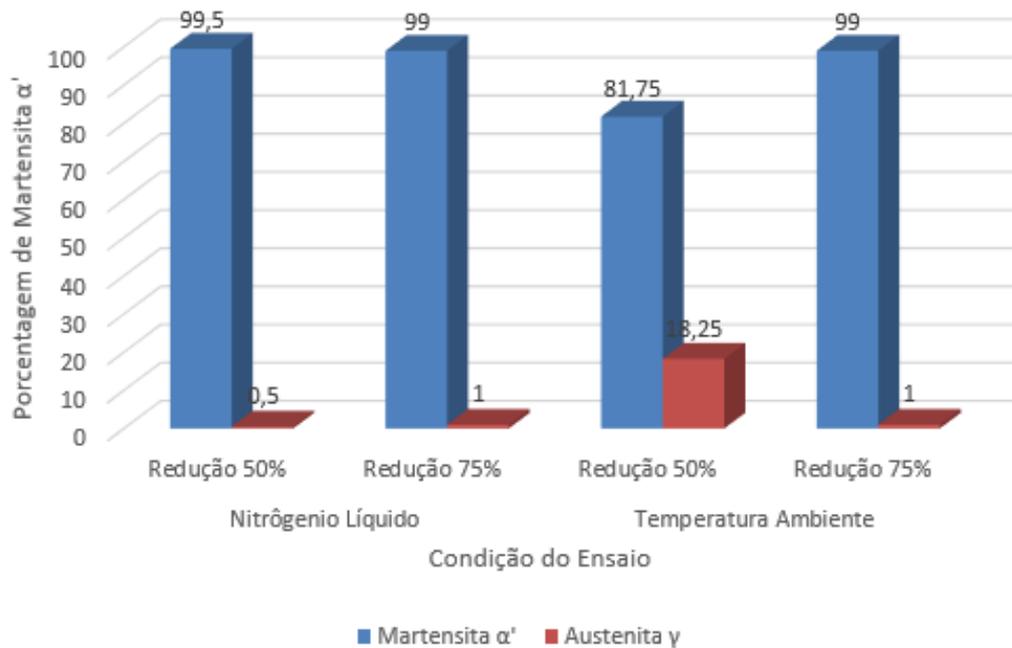
Milad et al. (2008) laminou à temperatura ambiente algumas tiras de aço austenítico AISI 304SS com espessura de 8mm, solubilizados à 1100°C por 90 minutos, variando de 0 à 50% de redução de espessura. A fração em volume da martensita  $\alpha'$  encontrada está na Figura 15. Observou-se no experimento que a fração em volume da martensita  $\alpha'$  aumentava na proporção que aumenta porcentagem de redução.

Figura 15 – Fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  da série AISI 304SS.

Fonte: Adaptado de Milad et al, 2008.

Kumar et al (2019) laminou chapas de aço inoxidável da série UNS S30400 com redução de 50 e 75% no nitrogênio líquido e a temperatura ambiente. Foi observado um aumento proporcional da dureza com o aumento da fração de martensita  $\alpha'$  formada. Os efeitos observados nas amostras expostas ao nitrogênio líquido foram a redução do cristalito e aumento da densidade de discordâncias. O aumento na resistência foi atribuído ao aumento da densidade de discordâncias e também ao refinamento das ripas de martensita  $\alpha'$ . As peças laminadas submetidas ao nitrogênio líquido apresentaram a mesma fração de martensita  $\alpha'$  formada independente da redução imposta (50% ou 75%) atingindo um total de 99% desta fase. Isto indica que acima de 50% de redução não há diferença na quantidade de martensita  $\alpha'$  formada. As amostras laminadas à temperatura ambiente apresentaram um aumento da quantidade de martensita  $\alpha'$  quando a redução passa de 50% para 75%, saltando de 81,75% para 99% respectivamente, conforme Figura 16.

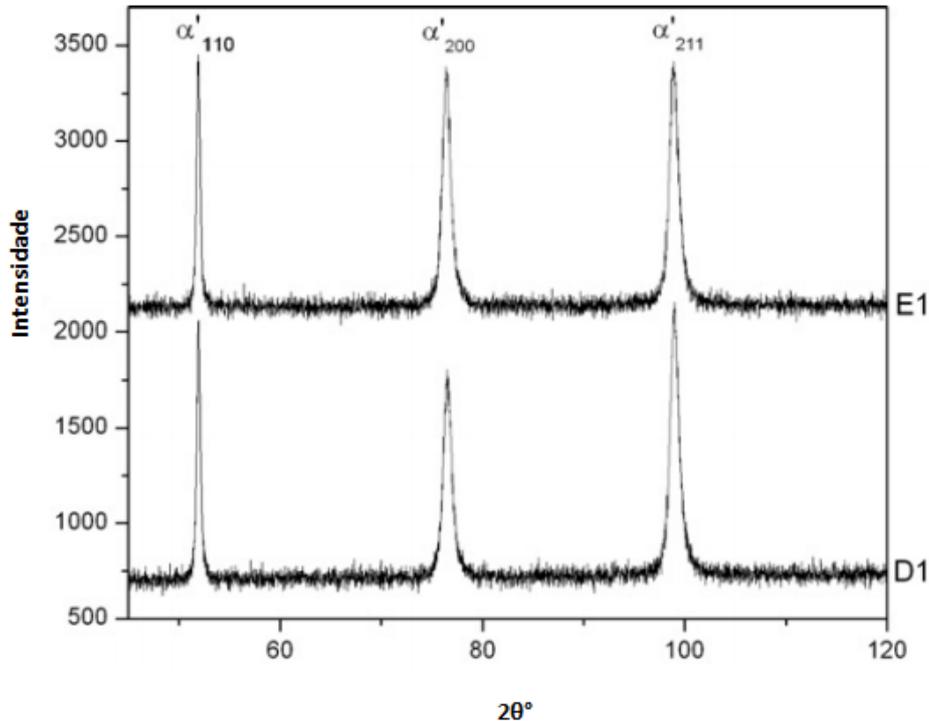
Figura 16 – Variação da fração de martensita  $\alpha'$  em função das condições de ensaio



Fonte: Adaptado de Kumar et al, 2019.

Tavares et al (2008) ensaiaram chapas da série AISI 301LN com 1,9mm de espessura tratado a 1050°C e resfriado e posteriormente laminado a frio na temperatura ambiente com reduções de 86% para a amostra D<sub>1</sub> e 92% para a amostra E<sub>1</sub> obtendo somente a fase martensita  $\alpha'$  como mostra difratograma da Figura 17. Uma outra amostra, a A<sub>1</sub>, sofreu uma redução de 26% na laminação a frio na temperatura ambiente e apresentou uma fração de martensita  $\alpha'$  de 0,783 e de 0,217 para austenita  $\gamma$ . Constatou que a susceptibilidade da austenita  $\gamma$  em se transformar em martensita está relacionada com a energia de falha de empilhamento, que é um parâmetro dependente da composição química. Desta forma, segundo os autores (TAVARES et al, 2008) a série AISI 301LN é mais propensa a sofrer a transformação  $\gamma - \alpha'$  do que a série AISI 304 pelo fato da primeira possuir uma menor energia de falha de empilhamento.

Figura 17 – Difratoograma das amostras D<sub>1</sub> e E<sub>1</sub> deformadas de aço AISI 301LN com radiação obtida com CoK $\alpha$ .



Fonte: Tavares et al, 2008.

O trabalho de Reed (1962) envolveu aços austeníticos 18%Cr 8%Ni resfriados a  $-195^{\circ}\text{C}$  e medindo a quantidade de martensita produzida. Ele observou que a temperatura em que  $\alpha'$  começa a se formar é por volta de  $-100^{\circ}\text{C}$ , sendo sensível a taxa de resfriamento que pode alterar o início da transformação para mais ou menos  $30^{\circ}\text{C}$ . À  $500^{\circ}\text{C}$  a fase  $\alpha'$  começa a se transformar em austenita  $\gamma$  novamente.

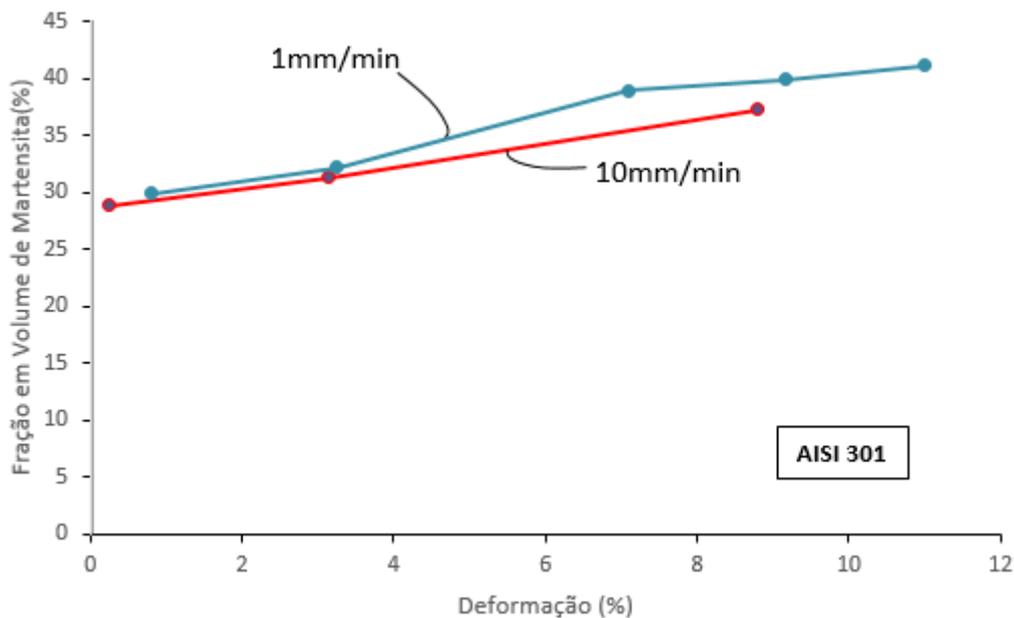
Mészáros e Prohászka (2005) observaram em seus ensaios que a temperatura de transformação da martensita  $\alpha'$  em austenita  $\gamma$  para um aço AISI 304 está entre  $400-800^{\circ}\text{C}$  e para a transformação da martensita  $\epsilon'$  para austenita está entre  $150-400^{\circ}\text{C}$ . A martensita  $\epsilon'$  será comentada mais adiante.

### 3.4.2 Influência da taxa de deformação

Quando um aço metaestável é deformado sob tração uniaxial, a fração em volume de martensita  $\alpha'$  é afetada. Vários são os estudos que correlacionam a taxa de deformação imposta com a TMID (TALONEN, HANNINEN, 2007), (GOUTIER et al, 2009), (PETERSON, 1997).

Goutier et al. (2009) ensaiou à tração uniaxial amostras de aço AISI 301 fazendo variar a taxa de deformação em  $2 \times 10^{-4}/s$  e  $2 \times 10^{-3}/s$  e obteve uma alteração na fração em volume de martensita obtida no ensaio, principalmente em grandes deformações. A conclusão é que o aumento da velocidade de deformação causa uma redução da fração da fase martensítica  $\alpha'$  como pode ser visto na Figura 18.

Figura 18 – Fração volumétrica de martensita da série AISI 301 variando a taxa de deformação.

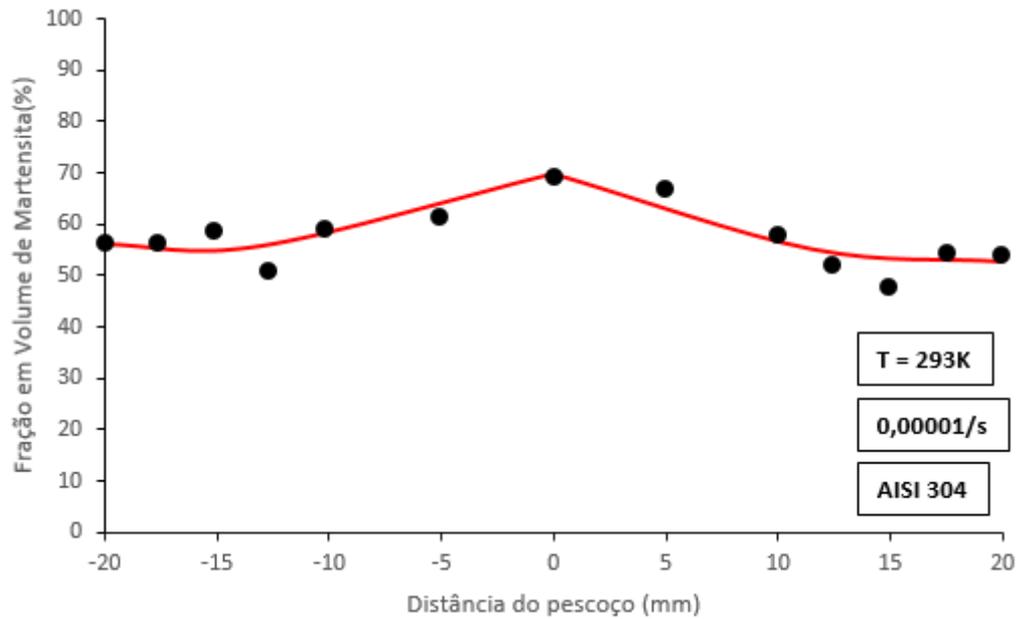


Fonte: Goutier et al, 2009.

Rodriguez-Martinez et al. (2011) ensaiou a tração alguns corpos de prova da série AISI 304 na temperatura ambiente variando a taxa de deformação de  $10^{-5}/s$  à  $10^{-3}/s$  e verificou que a fração em volume de martensita varia de 55% nas extremidades do corpo de prova até atingir 70% em volume no pescoço, sendo o local que apresentou maior deformação. Esses dados sugerem que a deformação plástica seja responsável pelo aumento do volume de martensita  $\alpha'$ . Já em ensaios com alta taxa de deformação, realizados com velocidade de  $1/s$  à  $10^2/s$ , a fração em volume de martensita varia de 20% nas extremidades do corpo de prova até atingir um valor máximo de 35% no pescoço, indicando que o aumento da taxa de deformação diminui a fração volumétrica desta fase. A Figura 19 mostra a variação da fração em volume de martensita função do posicionamento no corpo de prova. Segundo Nyongha (2008) isto poderia ocorrer pois o aumento da taxa de deformação não permitiria a dissipação de calor no curso do ensaio,

e o aumento de temperatura devido a deformação, não dissipada, conduziria à uma energia livre de ativação menor, reduzindo a formação da martensita.

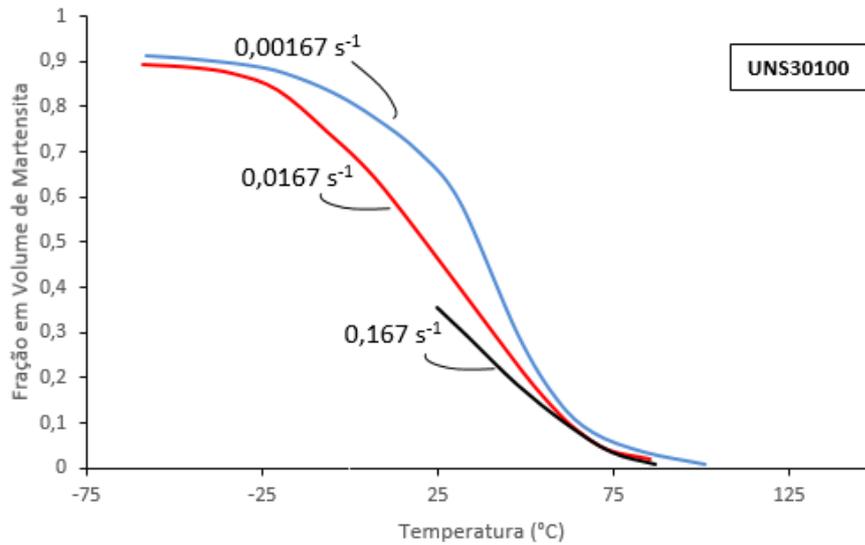
Figura 19 – Fração volumétrica de martensita em função da distância do pescoço.



Fonte: Rodriguez-Martinez et al., 2011.

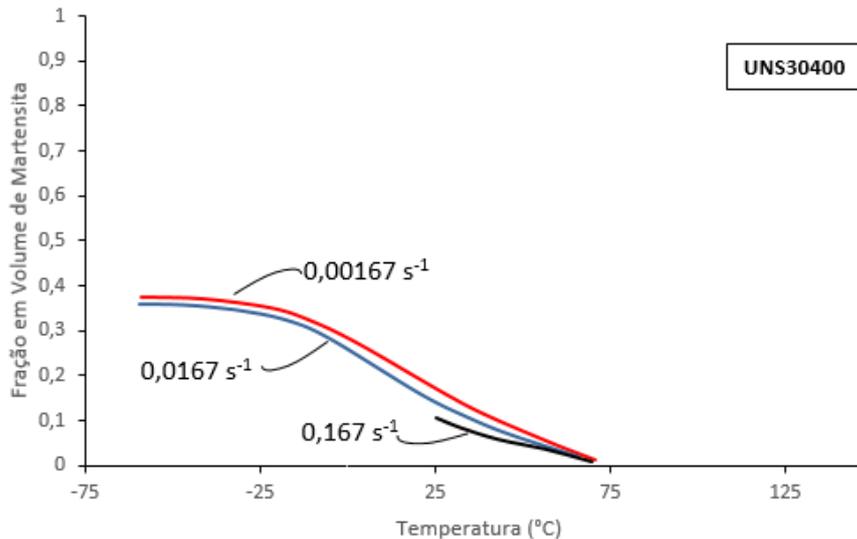
No entanto, Peterson (1997) ensaiou a tração aços das séries UNS S30100 e UNS S30400 variando a taxa de deformação entre  $0,167s^{-1}$  à  $0,00167s^{-1}$ , e concluiu que quanto mais lenta for a deformação, maior volume de martensita se forma, invalidando mais uma vez a ideia da dissipação de calor como causa para maior formação de martensita. Os ensaios estão nas Figuras (20) e (21).

Figura 20 – Fração volumétrica de martensita da série UNS S30100 em função da temperatura e da taxa de deformação.



Fonte: Peterson 1997.

Figura 21 – Fração volumétrica de martensita da série UNS S30400 em função da temperatura e da taxa de deformação.



Fonte: Peterson 1997.

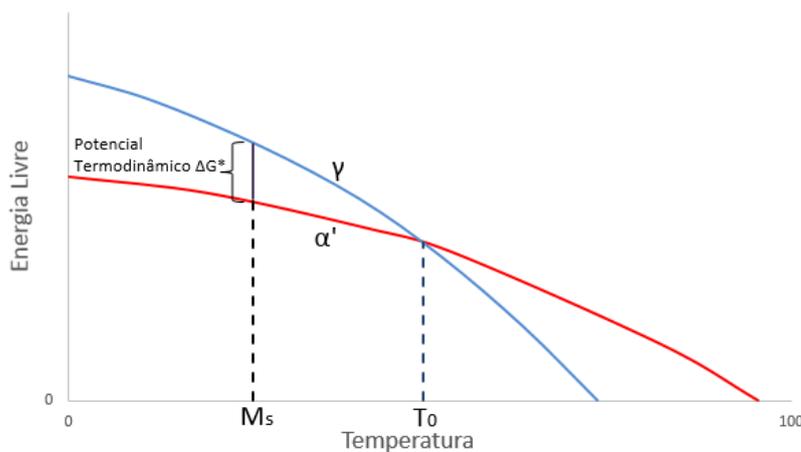
Como pode ser observado, a taxa de deformação em que o ensaio é realizado interfere na quantidade da fase martensita  $\alpha'$  formada. Peterson (1997) demonstrou que uma variação na taxa da ordem de  $10^2 \text{ s}^{-1}$  no ensaio de tração causava uma pequena alteração na quantidade de martensita  $\alpha'$  formada. Nota-se que para o estudo desta variável é necessário variação de taxa demasiadamente alta, o que não é possível obter com o laminador da FEI. Desta forma, a taxa

de deformação nos ensaios a serem realizados foi mantida constante para todas as amostras, não avaliando-se neste trabalho o efeito da taxa de deformação. Todavia, o efeito da temperatura na TMID existe, e será melhor discutido na sequência.

### 3.5 A TERMODINÂMICA DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

Toda transformação de fase objetiva uma redução na energia livre de Gibbs. A energia de Gibbs das fases  $\gamma$  e  $\alpha'$  são iguais a temperatura  $T_0$  como pode ser visto na Figura 22, porém, a energia associada a tensão interna aliada a energia gerada pela criação de uma nova interface requerem energia adicional para fornecer o potencial termodinâmico de formação de martensita  $\Delta G^*$ . Acima da temperatura  $M_s$  o aço deve apresentar a fase austenita, e nenhuma transformação irá ocorrer uma vez que ainda não foi atingido o potencial termodinâmico necessário.

Figura 22 – Energia livre das fases  $\gamma$  e  $\alpha'$ .



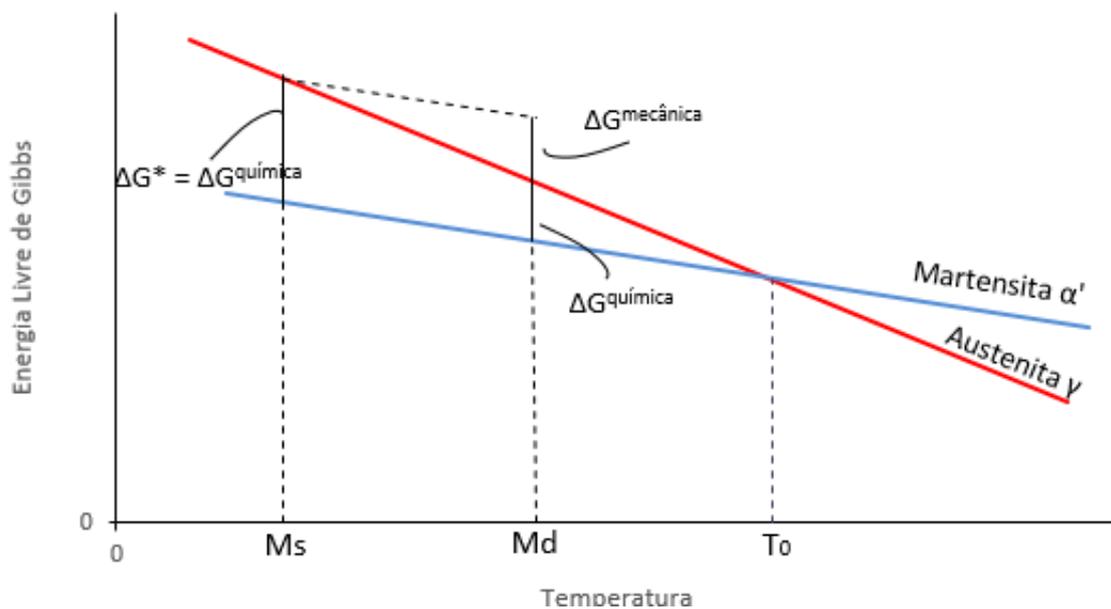
Fonte: Nishiyama, 1978.

O potencial termodinâmico  $\Delta G^*$  para a formação de martensita pode ser atingido pelo resfriamento até a temperatura  $M_s$ , ou seja, quimicamente ( $\Delta G^{\text{química}}$ ), resultando na transformação martensítica simplesmente pelo resfriamento. Pode-se ainda complementar este fornecimento de potencial termodinâmico com auxílio de esforço mecânico  $\Delta G^{\text{mecânico}}$ , que aumenta a energia livre associada a fase austenita, resultando na TMID.

$$\Delta G^* = \Delta G^{\text{química}} + \Delta G^{\text{mecânica}} \quad (9)$$

Desta forma, quando um esforço mecânico está presente o potencial termodinâmico necessário para iniciar a transformação é menor devido ao aporte de energia fornecida mecanicamente, resultando num aumento da temperatura em que a transformação se inicia, que é designada por  $M_d$ , como na Figura 23. Esta temperatura será sempre mais alta que a  $M_s$ . Entre as temperaturas  $T_0$  e  $M_s$  quem vai controlar a transformação é o estado de tensão ou a deformação imposta.

Figura 23 – Aporte de energia mecânica e química na energia livre de Gibbs da fase austenita.



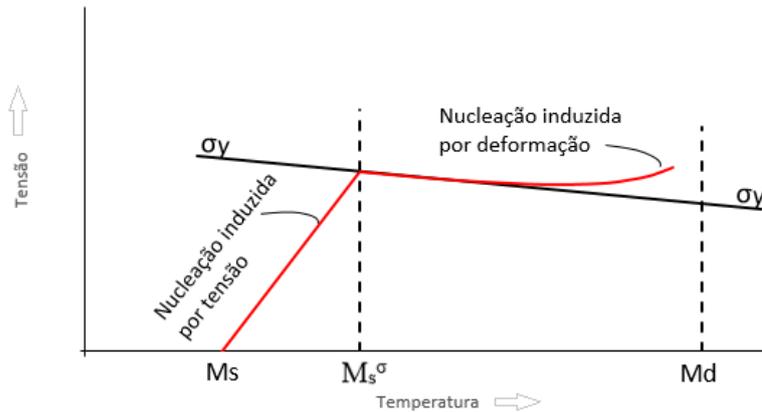
Fonte: “adaptado de” Porter; Easterling, 1992.

A transformação martensítica obtida pelo resfriamento inicia-se na temperatura  $M_s$  e termina na temperatura  $M_f$ , embora nem toda a austenita seja transformada em martensita quando atingida a  $M_f$ . Para aços inoxidáveis austeníticos nenhuma martensita é formada em se resfriando rapidamente desde o campo austenítico até a temperatura ambiente, uma vez que a temperatura  $M_s$  se encontra abaixo desta. Nesta situação, a austenita estará presente (PRAMANIK; BASAK, 2015).

Olson e Cohen (1972) propuseram duas formas de nucleação da martensita induzida por deformação. Na temperatura  $M_s$  a energia química é suficiente para realizar a transformação através dos núcleos existentes. Em temperaturas entre  $M_s$  e  $M_s^\sigma$  a transformação pode ocorrer, porém, com ajuda de uma tensão imposta mesmo que no regime elástico, como pode ser visto

na Figura 24, num processo chamado de nucleação induzida por tensão. Entre a temperatura  $M_s^\sigma$  e  $M_d$  a redução da energia química disponível exige uma deformação plástica adicional para formação da fase martensítica. A esta última se dá o nome de nucleação induzida por deformação.

Figura 24 – Representação esquemática da nucleação induzida por tensão e por deformação.



Fonte: Olson; Cohen, 1972.

A estabilidade da austenita, ou seja, a facilidade com que ela se transforma em martensita é influenciada por diversos parâmetros como: tamanho do grão, limite de proporcionalidade entre outros. O fator preponderante é a composição química da liga. O aumento do teor de elemento de liga resulta numa diminuição da temperatura  $M_s$  (BERRAHMOUNE, 2006). Diversos estudos foram realizados para determinar uma equação prevendo a  $M_s$  em função da composição química da liga. Payson (1944) e Rowland (1946) desenvolveram fórmulas de modo a determinar em qual temperatura se inicia a transformação martensítica. (GORN, 2019).

$$M_s \text{ (}^\circ\text{C)} = 498,9 - 316,7C - 33,3Mn - 27,8Cr - 16,7Ni - 11,1(Si + Mo + W)$$

Payson & Savage (10)

$$M_s \text{ (}^\circ\text{C)} = 498,9 - 333,3C - 33,3 Mn - 27,8Cr - 16,7Ni - 11,1(Si + Mo + W)$$

Rowland & Lyle (11)

Observando a Tabela (2), nota-se que a temperatura de transformação martensítica  $M_s$  para o aço série UNS S30100 é a mais alta, seguido pelo UNS S32100 e por último o UNS

S30400. Isto acontece pois quanto menor a quantidade de elemento de liga adicionada, mais fácil de se obter a transformação, conseqüentemente, menos estável é o aço. Nas equações empíricas (10) e (11) todos os elementos de liga fazem baixar a  $M_s$ , em especial o carbono.

Tabela 2 – Temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$  (°C).

	UNS S30100	UNS S32100	UNS S30400
Payson & Savage	-142	-195	-229
Rawland & Lyle	-143	-195	-230

Fonte: Gorni, 2019.

Utilizando outras equações empíricas, Nyongha (2008) calculou a  $M_s$  do aço UNS S30100 obtendo a temperatura média de  $-140^{\circ}\text{C}$ . Rodriguez-Martinez et al. (2011) realizaram experimentos para a série UNS S30400 obtendo  $M_s$  experimentalmente  $-208,15^{\circ}\text{C}$ . Embora as equações empíricas forneçam o valor da  $M_s$  em função dos elementos de liga, elas devem ser vistas com cautela pois oferecem valores aproximados.

As equações empíricas para o cálculo da temperatura de início da transformação  $M_s$  fornece a temperatura necessária quando somente o potencial termodinâmico está presente. Por outro lado, a temperatura  $M_{d30}$  é utilizada quando a transformação ocorre a uma temperatura acima da  $M_s$ , ou seja, quando estão presentes simultaneamente o potencial termodinâmico e a deformação plástica. Este parâmetro indica a temperatura em que 50% de austenita se transformou em martensita sob a aplicação de 30% de deformação plástica. A equação (12) foi desenvolvida por Angel (1954) e fornece  $M_{d30}$  em função dos elementos de liga.

$$M_{d30} (\text{°C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad (12)$$

Aplicando a equação (12) com as composições da Tabela (1), para a série UNS S30100 a  $M_{d30}$  é aproximadamente  $30,6^{\circ}\text{C}$ , enquanto que as séries UNS S32100 e UNS S30400 foram, respectivamente,  $55,77^{\circ}\text{C}$  e  $14,87^{\circ}\text{C}$ . Esses resultados variam para cada composição da liga e também para diferentes fórmulas empíricas, sendo seu valor apenas referencial. Newell et al. (2014) ensaiou corpos de prova do aço AISI 304 à tração com taxa de deformação de  $10^{-3}/\text{s}$  e variando a temperatura de  $0^{\circ}\text{C}$  à  $100^{\circ}\text{C}$  e encontrou a temperatura de início de transformação

martensítica induzida por deformação  $M_d$  de  $79,7^\circ\text{C}$ , o que está coerente com os resultados obtidos com as equações (10) e (11).

A Tabela (3) mostra as temperaturas de início de transformação martensítica e  $M_{d30}$  para três séries de aços inoxidáveis austeníticos.

Tabela 3 – Temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$  e  $M_{d30}$  ( $^\circ\text{C}$ ).

Série	$M_s$ ( $^\circ\text{C}$ )	$M_{d30}$ ( $^\circ\text{C}$ )
UNS S30100	-142	30,6
UNS S32100	-195	55,77
UNS S30400	-230	79,7

Fonte: Autor

Podemos observar na Tabela (3) que a temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$  para a série UNS S32100 é de  $-195^\circ\text{C}$  que é praticamente a mesma da temperatura de imersão no nitrogênio líquido ( $-196^\circ\text{C}$ ). Assim, a imersão a esta temperatura não causará nenhuma transformação de fase  $\gamma-\alpha'$ . Para a série UNS S30100, a transformação será muito pequena uma vez que o aporte de energia química é muito pequeno.

Uma outra observação está no fato da  $M_{d30}$  da série UNS S32100 ser maior que a UNS S30100. Isto implica que a série UNS S30100 responde mais prontamente a transformação  $\gamma-\alpha'$  do que a série UNS S32100 quando somente o aporte de energia mecânica está presente.

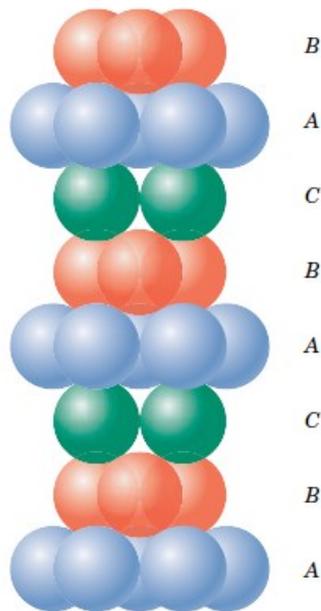
### 3.5.1 Fases Obtidas na TMID

Dois tipos de martensita são obtidos tanto pela deformação a frio como pelo resfriamento rápido em aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis: a  $\epsilon$ , que é caracterizada por possuir uma estrutura hexagonal compacta - HC, e a  $\alpha'$ , que possui estrutura cúbica de corpo centrado – CCC.

A martensita  $\epsilon'$  é formada por falhas de empilhamento causando mudança da estrutura cúbica de faces centradas - CFC em HC. Observando sequência de empilhamento atômico no plano (111) da estrutura CFC tem-se: ABCABC.... enquanto numa estrutura HC a disposição dos átomos em cada plano é semelhante ao do CFC do plano (111), diferenciando apenas pela sequência (ABABAB). Imaginando que todos os átomos do plano C da estrutura CFC indicada na Figura 25 sejam movimentados um átomo para a esquerda devido a um cisalhamento externo aplicado, tem-se uma sequência de ABABCABC que é a sequência da estrutura HC (Figura

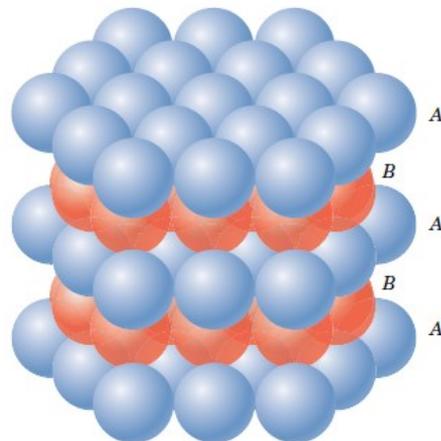
26). Em suma, se em uma estrutura CFC ocorrerem falhas de empilhamento sucessivos, tem-se uma macla, se os erros seguirem a cada duas linhas de empilhamento tem-se uma transformação total da estrutura CFC em HC; caso seja aleatória, ocorrerão bandas de escorregamento, impedindo a formação da estrutura HC.

Figura 25 – Sequência de empilhamento do plano (111) da célula unitária cúbica de face centrada.



Fonte: CALLISTER, 2015.

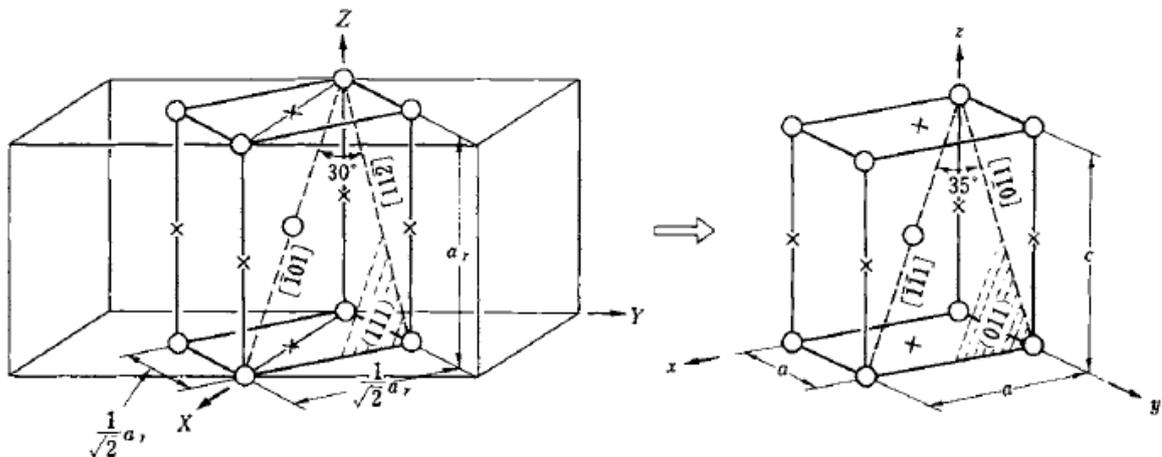
Figura 26 – Sequência de empilhamento da estrutura hexagonal compacta - HC.



Fonte: CALLISTER, 2015.

A formação da martensita  $\alpha'$  é melhor entendida pela deformação de Bain. Toda estrutura CFC possui uma estrutura semelhante a uma CCC, como mostra a Figura 27. Esta teoria postula que a transformação de uma célula CFC em uma CCC ocorre devido a um cisalhamento, causando uma contração na direção z ao mesmo tempo que ocorre uma expansão de ambos os eixos x e y.

Figura 27 – Deformação de Bain de uma estrutura cúbica de face centrada.



Fonte: NISHIYAMA, 1978.

Como regra geral, a quantidade de  $\alpha'$  formada após a deformação a frio é superior à de  $\epsilon$ , que se forma nos estágios iniciais da deformação enquanto a primeira em estágios mais avançados. O aumento da deformação cria mais discordâncias, o que dificulta a maclação, que é o movimento fundamental para permitir a transformação CFC-HC. Assim, o aumento da quantidade de discordâncias favorece a formação da martensita  $\alpha'$ , ao passo que dificulta a formação da martensita  $\epsilon'$ , que por sua vez é vista apenas com pequenas deformações aplicadas.

Mészáros e Prohászka (2005) ensaiaram corpos da série AISI 304, sendo que algumas amostras foram submetidas a laminação e outras à tração uniaxial. Observou-se que a maneira como a fase  $\alpha'$  se forma na tração é diferente da laminação. Quando submetida a tração uniaxial, a amostra apresentou um crescimento da fração de martensita  $\alpha'$  formada exponencial com a deformação imposta, sendo significativo após 20% de deformação. Em contrapartida, na laminação pode ser observado aumento da fração de  $\alpha'$  já com 10% de deformação, sendo neste caso a relação entre fração de  $\alpha'$  e deformação aplicada linear. Esta diferença tem origem no estado de tensões a qual cada amostra foi submetida, uma vez que na laminação tem-se um estado triplo de tensão.

Talonen e Hänninen (2007) ensaiaram aços inoxidáveis austeníticos das séries AISI 304 e AISI301LN. Encontraram frações pequenas de martensita  $\varepsilon'$  e concluíram que esta fase é impulsionada pela baixa temperatura e baixo nível de elemento de liga, resultando em uma baixa energia de falha de empilhamento, o que também foi observado por Olson e Cohen (1972). Por outro lado, notaram que a fração de fase  $\alpha'$  é reduzida quando aumenta a quantidade de elementos de liga, a taxa de deformação e a temperatura.

A martensita  $\alpha'$  é de grande importância pois é responsável pelo aumento do endurecimento nos aços metaestáveis. Sua nucleação ocorre nas intersecções das bandas de escorregamento e assim crescem. Olson e Cohen (1972) observaram que o cruzamento de duas bandas da fase  $\varepsilon$  também eram sítios importantes para nucleação da martensita  $\alpha'$ , mas que não eram os únicos. A energia gerada pelas falhas de empilhamento é muito importante para determinar a estabilidade do aço, uma vez que esta controla a formação das bandas de escorregamento e, conseqüentemente, a nucleação e formação da fase  $\alpha'$ . A tensão externa aplicada tem um papel relevante na formação das bandas de escorregamento. Há uma relação que foi estudada por Byun entre a tensão aplicada e a espessura das falhas de empilhamentos gerados. A seguinte fórmula (13) foi proposta, onde  $w$  é a espessura da banda de escorregamento e  $\tau$  a tensão de cisalhamento aplicada (TALONEN, HANNINEN, 2007).

$$w = \frac{Gb^2}{\pi(2\gamma - \tau b |\text{Sen}\theta_2 - \text{Sen}\theta_1|)} \left( \cos\theta_1 \cos\theta_2 + \frac{\text{Sen}\theta_2 \text{Sen}\theta_1}{1-\nu} \right) \quad (13)$$

Onde:

$b$  – Valor absoluto do vetor de Burgers do deslocamento de Shockley;

$G$  – Módulo de cisalhamento;

$\gamma_L$  – Energia de falha de empilhamento;

$\theta_1$  e  $\theta_2$  – Ângulos dos deslocamentos parciais de Shockley;

$\nu$  – Coeficiente de Poisson;

O cálculo da energia de falha de empilhamento  $\gamma_L$  é realizado através de Difração de raios X da amostra. Primeiramente, o cálculo da probabilidade de falha de empilhamento  $\zeta$  deve ser realizado. Este parâmetro indica a probabilidade de haver falha no empilhamento dos planos  $\{111\}$  da austenita e é obtido através do distanciamento entre picos de difração adjacentes. Por fim, é feita a comparação destas distâncias em amostras deformadas e não deformadas.

$$\Delta(2\theta)^\circ = \frac{90\sqrt{3} \zeta \tan\theta}{\pi^2 h^2 (u+b)} \sum_{(+)} L_o \quad (14)$$

Onde:

$\zeta$  – Probabilidade de falha de empilhamento;

$L_o$  - É uma constante específica para cada plano  $hkl$  (para austenita os planos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{311\}$  e  $\{222\}$  resultam em  $1/4$ ,  $-1/2$ ,  $1/4$ ,  $-1/11$  e  $-1/8$  .

A energia de falha de empilhamento  $\gamma_L$  é calculada através da equação (15).

$$\gamma_L = 17800 \frac{\{\varepsilon^2\}}{\zeta} \quad (15)$$

Onde:

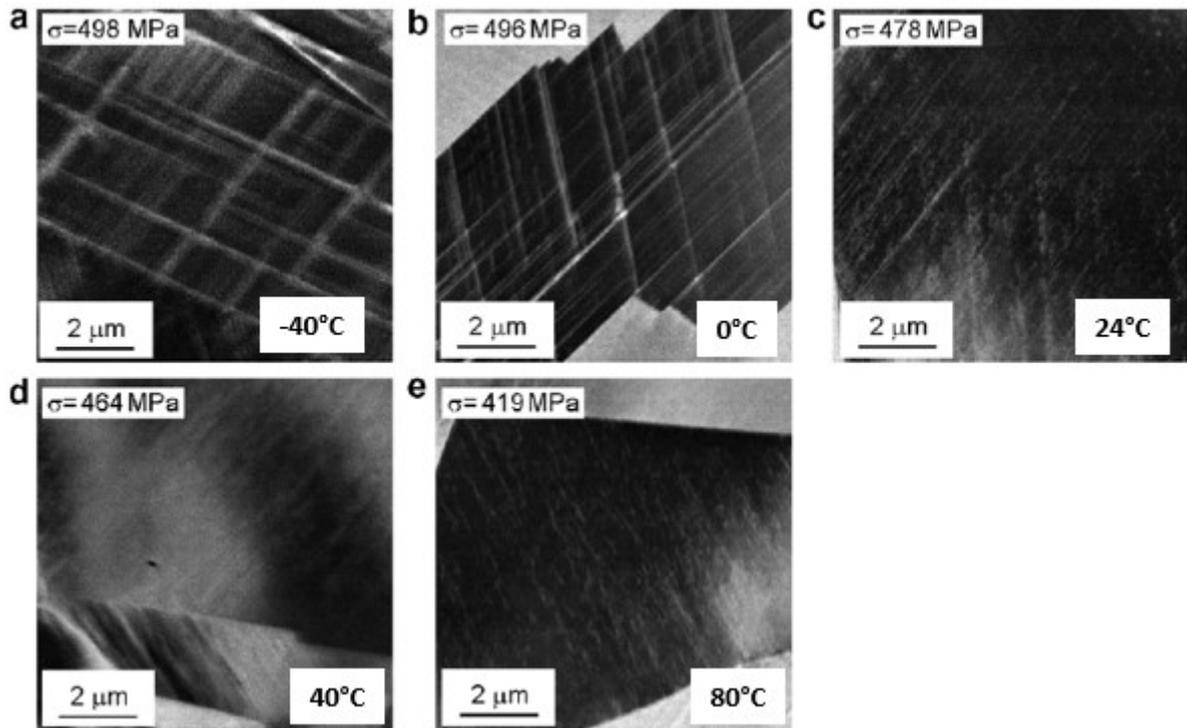
$\varepsilon^2$  – Média da microdeformação;

$\zeta$  – Probabilidade de falha de empilhamento;

$\gamma_L$  – Energia de falha de empilhamento;

Utilizando esta metodologia (TALONEN; HANINNEN, 2007), observou-se nos ensaios de tração, a temperatura ambiente e a taxa de deformação de  $3 \times 10^{-4}$ /s, que as bandas de escorregamentos começam a se formar após um certo nível de tensão ser atingido, que por sua vez é dependente da composição química e da temperatura. Assim, comparando as duas séries de aços estudados, o AISI 304 não apresentou formação de bandas de escorregamentos a baixas tensões e deformações. Quando é aumentada a tensão e a deformação, observa-se a formação de bandas de escorregamentos paralelas, e, com elevadas tensões e deformações são vistas intersecções de bandas de escorregamento. Em contrapartida, o aço inoxidável série AISI 301LN apresenta inúmeras intersecções de bandas de escorregamento já no início da deformação plástica, em número muito superior ao visto na série AISI 304. Este fenômeno pode ser atribuído à baixa energia de falha de empilhamentos apresentado na série AISI 301LN, explicando a menor ocorrência de martensita  $\varepsilon$  neste aço. Foi possível observar o efeito da temperatura na formação das bandas de escorregamento mantendo constante a deformação de 0,05 e a tensão aplicada conforme a Figura 28. O ensaio de tração foi realizado a taxa constante de  $3 \times 10^{-4}$ /s (TALONEN; HANINNEN, 2007).

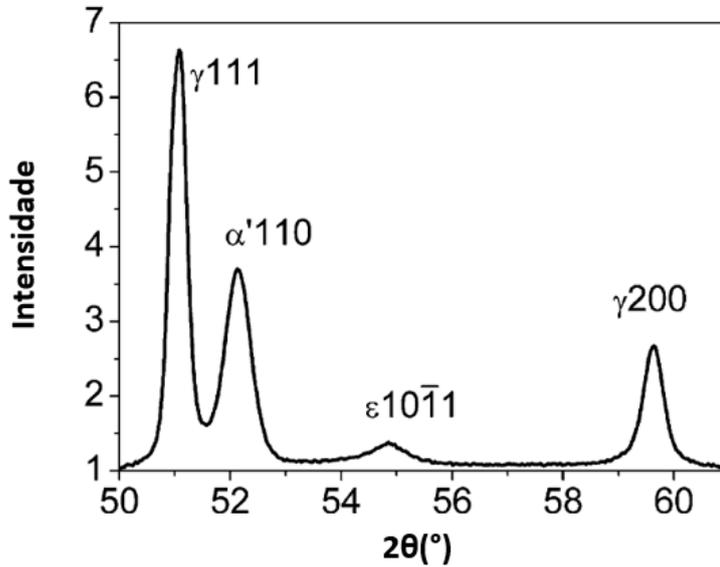
Figura 28 – Bandas de escorregamento em função da temperatura em um aço AISI 301LN.



Fonte: Talonen; Hanninen, 2007.

A Figura 28 sugere que a baixas temperaturas é mais fácil formar bandas de escorregamentos, conseqüentemente, mais fácil a nucleação da martensita  $\alpha'$ . Foi observado que a quantidade de martensita  $\epsilon'$  formada foi muito inferior a fase  $\alpha'$  como mostra os picos de difrações obtidos num aço AISI 301LN após deformação de 0,09 a  $-40^\circ\text{C}$  da Figura 29.

Figura 29 – Difratoograma do aço AISI 301LN após deformação de 0,09 à -40°C ( $3 \times 10^{-4}$ /s) obtida com radiação de Co-K $\alpha$



Fonte: Talonen; Hanninen, 2007.

As intersecções de bandas de escorregamento em aços austeníticos metaestáveis são regiões de alto potencial para nucleação da martensita. Elas podem aparecer na forma de martensita  $\epsilon'$ , maclas ou em linhas de falha de empilhamento. Assumindo que essas regiões sejam o principal mecanismo pelo qual ocorre a nucleação da martensita, é possível desenvolver uma expressão matemática que relaciona a fração em volume de martensita formada em função da deformação plástica. Considerando que o número de bandas de escorregamento que se formam em função da deformação plástica possa ser representado pela expressão abaixo (OLSON; COHEN, 1972).

$$\frac{df^e}{(1-f^e)} = \mu d\epsilon$$

A equação pode ser integrada

$$f^e = 1 - \exp(-\mu\epsilon)$$

Desenvolvendo esta equação, pode-se obter a expressão (14).

$$f^{\alpha'} = 1 - \exp\{-\rho[1 - \exp(-\mu\epsilon)]^n\} \quad (16)$$

Assim, a fração de martensita  $f^{\alpha'}$  é função de  $\mu$ , constante que representa a taxa de formação de bandas de escorregamento, e que é dependente da energia de falha de

empilhamento, aumentando a constante  $\mu$  quando este diminui. O parâmetro  $\rho$  é proporcional à probabilidade de que uma intersecção de banda de escorregamento venha a formar um núcleo. Este parâmetro é dependente da temperatura. O expoente “n” aproxima-se de 4,5 para um aço AISI 304 (OLSON; COHEN, 1972).

## 4 METODOLOGIA

Os materiais em estudo foram doados pela empresa Aperam do Brasil em forma de chapas com 297 x 210mm e espessura de 1mm das séries UNS S30100 e UNS S32100, além de chapas da série UNS S44100 que foram utilizadas na criação de padrões para calibragem do ferritoscópio. As chapas das séries UNS S30100 e UNS S32100 foram deformadas plasticamente a fim de verificar a fração volumétrica de martensita obtida após a conformação mecânica por laminação na temperatura ambiente. Um outro grupo de amostras de ambas as séries foram deformadas a temperatura criogênica de modo a verificar como cada série se comporta com a variação da temperatura. Após a caracterização microestrutural e quantitativa, iniciou-se a análise, discussão e comparação das duas séries austeníticas quanto a formação da fase martensita.

### 4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A Tabela (4) apresenta a composição química das amostras a serem ensaiadas.

Tabela 4 – Composição química das amostras UNS S30100 e UNS S32100.

Série	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Ti
UNS S30100	0,08	0,04	17,4	7,4	0,02	1,7	0,45	*.*.*
UNS S32100	0,043	*.*.*	17,39	9,01	*.*.*	1,26	0,36	0,35

Fonte: Autor.

Nota-se que o teor de carbono é baixo, principalmente para a série UNS S32100. Para a composição química apresentada na Tabela (4) o valor calculado anteriormente da temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$  em função da composição química de acordo com as equações (10) e (11) é de  $-142^\circ\text{C}$  para a série UNS S30100 e de  $-195^\circ\text{C}$  para a UNS S32100. Para o cálculo da  $M_{d30}$  conforme equação (12) utilizando as composições da Tabela (4) para a série UNS S30100 a  $M_{d30}$  é aproximadamente  $30,6^\circ\text{C}$ , enquanto a série UNS S32100 é de  $55,77^\circ\text{C}$ . Esses dados foram apresentados na Tabela (3).

### 4.2 EXPERIMENTOS

Os experimentos foram realizados em 3 processos distintos, compreendendo a preparação e solubilização das amostras, conformação mecânica por laminação e a caracterização microestrutural e quantitativa das fases obtidas.

#### 4.2.1 Preparo e solubilização das amostras

Antes das amostras entrarem no forno, foi realizado corte das chapas em guilhotina em tiras de 20 x 210mm. As amostras foram marcadas com os números 1, 2 e 4 no canto superior direito de forma a identificar a qual série pertence a amostra. O número 1 foi utilizado para identificar as amostras da série UNS S30100, o número 2 para UNS S32100 e o número 4 para a UNS S44100.

Figura 30 – Amostras cortadas e marcadas.



Fonte: Autor.

Como visto anteriormente, os aços inoxidáveis austeníticos possuem C e N em sua composição. Estes elementos possuem afinidade com Cr para formação de carbonetos e carbonitretos, sendo o mais comum o  $M_{23}C_6$ . Para aços inoxidáveis austeníticos com C inferior a 0,1%, limite no qual se incluem ambas as séries UNS S30100 e UNS S32100, a precipitação de carbonetos na fase austenítica ocorre abaixo de 900°C (McGUIRE, 2008).

A fim de evitar a formação de fases indesejáveis, o que pode acarretar alteração das medidas de fração volumétrica das fases presentes após os ensaios, as amostras foram solubilizadas à 1050°C por 15 minutos e posteriormente resfriadas em água, evitando a formação de fases intermetálicas e carbonetos, além de evitar durante o tratamento térmico o

empenamento e a oxidação excessiva. No processo de resfriamento não há transformação de fase uma vez a temperatura de início da transformação martensítica ( $M_s$ ) se encontra abaixo da temperatura ambiente para as ligas de aços inoxidáveis selecionadas para o estudo.

Após o tratamento térmico em forno mufla, sob atmosfera padrão, as amostras apresentaram uma coloração escura, típica da formação de óxido de ferro ou de cromo na superfície, o que pode ser visto na Figura 31. Sabe-se que esses compostos são ferromagnéticos e evidentemente apresentariam resposta quando submetidos à análise magnética por ferritoscópio. Desta forma, foi necessário remover os produtos formados na superfície através de lixamento.

Figura 31 – Amostras após o tratamento térmico.



Fonte: Autor.

Após o lixamento e a verificação visual, foi constatado que havia glóbulos de óxido bastante pequenos, apenas residuais. O empenamento observado na Figura 32 é devido ao tratamento térmico. As amostras foram então analisadas por ferritoscopia a fim de aferir a resposta magnética, o que indicaria a presença de fase ferromagnética (martensita  $\alpha'$ ) com o objetivo de comparar a resposta antes e após o tratamento mecânico de laminação e resfriamento criogênico.

Figura 32 – Amostras após o lixamento para remoção de óxidos da superfície.



Fonte: Autor.

#### 4.2.2 Conformação mecânica por laminação

Após a solubilização e preparação das amostras, elas foram submetidas à deformação plástica pelo processo de laminação. Na temperatura ambiente, as três séries de aços UNS S30100, UNS S32100 e a UNS S44100 sofreram redução da espessura variando de 0 à aproximadamente 50%, como mostra a Tabela (5). O processo de laminação também se deu nas séries UNS S30100 e UNS S32100 com mais corpos de prova sendo deformados plasticamente, porém à temperatura de  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ , com reduções de espessura também variando de 0 à 50%. Antes de serem laminados, estes permaneceram em nitrogênio líquido por pelo menos 30 minutos. Após a imersão, foram deformados plasticamente na laminadora e em seguida mergulhados novamente em nitrogênio líquido a  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  até que fossem retirados novamente para um novo passe, completando o ciclo de fornecimento de energia química e mecânica. O processo continuou até que a espessura final desejada tivesse sido atingida.

O objetivo é estudar a fração em volume da fase martensita formada em ambos os processos, verificando a influência do aporte de energia fornecida mecanicamente naquelas amostras deformadas na temperatura ambiente, e comparando com as amostras que receberam um aporte de energia química e mecânica, oriundo da variação da temperatura e da conformação

por laminação respectivamente. Além disso, os resultados permitiram observar a influência da deformação imposta, correlacionando-a com o volume de martensita formada.

Tabela 5 – Deformação plástica total prevista.

Quantidade de deformação plástica (%)	Espessura inicial (mm)	Espessura final (mm)
0	1,00	1,00
10	1,00	0,90
20	1,00	0,80
30	1,00	0,70
40	1,00	0,60
50	1,00	0,50

Fonte: Autor.

### 4.2.3 Caracterização microestrutural e quantitativa

A seguir estão descritos os processos utilizados na caracterização microestrutural e quantitativa das amostras submetidas a conformação por laminação e as submetidas a resfriamento.

#### 4.2.3.1 Difractometria de raio-X

A difração de raios-X (DRX) é o meio mais usado para identificação e quantificação de fases cristalinas. A difração dos planos cristalográficos obedece a lei de Bragg. Cada uma das fases presentes está orientada de formas distintas e apresentarão ângulos de difração inerentes à sua natureza. Assim, a posição e a intensidade de picos de difração indicam quais fases estão presentes e suas respectivas proporções. O resultado é obtido comparando a assinatura de difração padrão contido num banco de dados com a obtida no ensaio (NYONGHA, 2008).

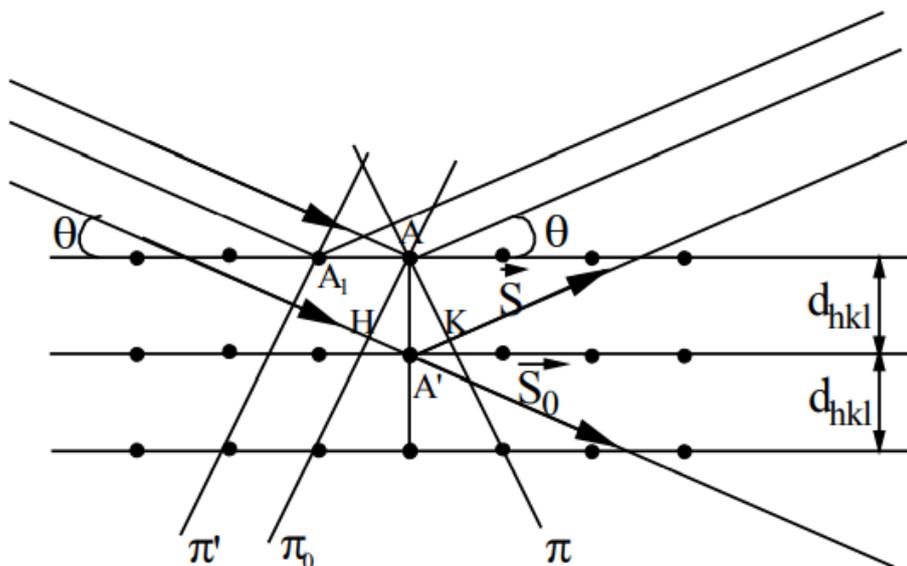
A radiação ao atingir um objeto pode ser espalhada ou absorvida. Quando o espalhamento é inteiramente elástico, nenhuma energia é perdida e o comprimento de onda permanece o mesmo. A distribuição regular de átomos num cristal interage elasticamente gerando um espectro característico no qual sua intensidade é plotada em função do ângulo de espalhamento. Tanto o ângulo de difração como as intensidades captadas dependem da estrutura do cristal. O ângulo de difração depende das redes de Bravais e das dimensões do cristal,

enquanto a intensidade do pico de difração depende do número atômico dos átomos que constituem a amostra e seu posicionamento em relação a rede cristalina. Os padrões de difração podem ser analisados de duas formas. Pode ser feita a comparação com padrões pré estabelecidos, comparando os ângulos de difração que correspondem a um determinado pico e sua intensidade relativa com uma difração padrão. Uma outra forma é a comparação do espectro com um outro calculado, derivado de um modelo matemático hipotético (BRANDON; KAPLAN, 2008).

Os raios-X são gerados acelerando um feixe de elétrons contra um metal puro dentro de um tubo a vácuo. Ao atingir o metal, o feixe de elétron faz saltar o elétron do átomo metálico para níveis superiores de energia criando vazios. O raio-X é formado pelo movimento para preencher esse vazio deixado, pelo decaimento do elétron para seu estado de equilíbrio (BRANDON; KAPLAN, 2008).

Considere uma família de planos quaisquer (hkl) que possui uma distância  $d_{hkl}$  e um feixe de elétrons irradiado num ângulo  $\theta$  conforme a Figura 33. Assuma que os raios-X incidentes são paralelos e coerentes, ou seja, estão em fase. A diferença percorrida pelas ondas irradiadas pelos átomos  $A'$  e  $A$  pode ser escrita da forma  $\delta = HA' + A'K$ . Sendo  $d$  a distância interplanar que caracteriza uma dada família de planos, então  $\delta = 2d \sin \theta$ , porém, essa distância deve ser um múltiplo do comprimento de onda, resultando na equação (17), conhecida como Lei de Bragg (GUINEBRETIERE, 2006).

Figura 33 – Difração de raios-x pelos átomos A e A'.



Fonte: Guinebretière, 2006.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (17)$$

Registrando graficamente os picos de difração obtidos em função do ângulo de Bragg obtém-se o difratograma do material conforme exemplificado na Figura 34.

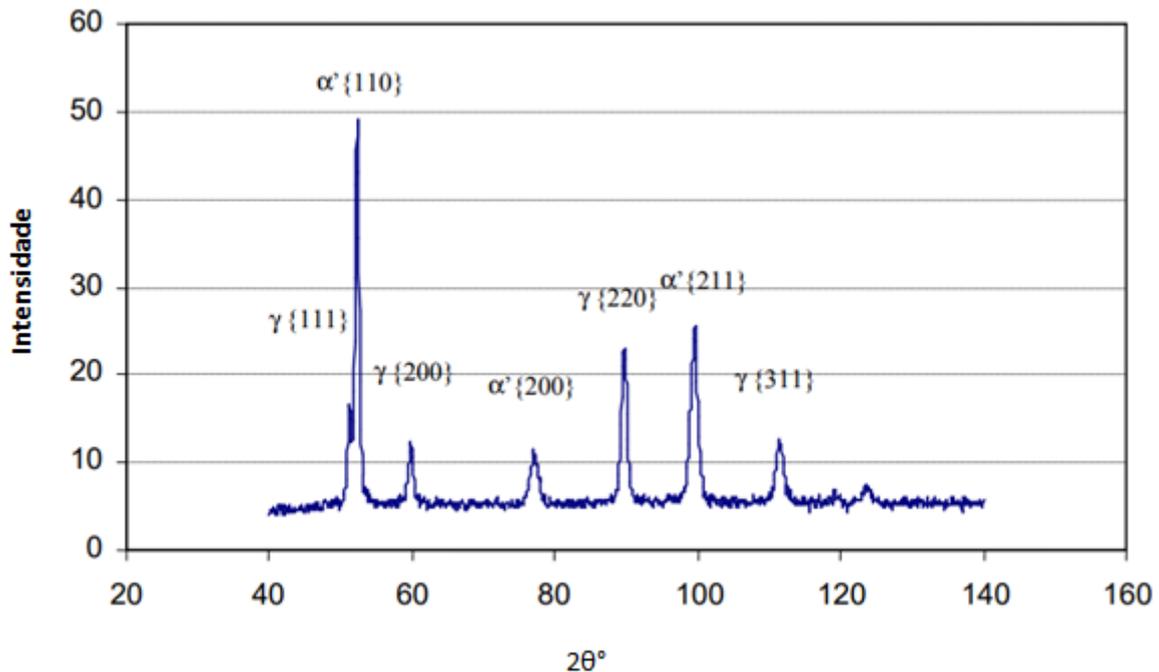
A intensidade dos picos de difração depende principalmente do volume difratante, assim, existe uma relação entre a intensidade do pico e as frações volumétricas das fases presentes. Considerando um material bifásico contendo martensita  $\alpha'$  e austenita  $\gamma$  a intensidade  $I_\gamma$  do pico da austenita é dado pela equação (18).

$$I_\gamma = KR_\gamma V_\gamma \quad (18)$$

Onde  $K$  é uma constante que depende do aparelho,  $R_\gamma$  é um fator relacionado à estrutura da fase e a família de planos difratantes  $\{hkl\}$  e  $V_\gamma$  a fração em volume da fase austenita. Como o difratograma apresenta duas fases diferentes, a relação  $V_{\alpha'} + V_\gamma = 1$ . Assim, através da equação (19) pode-se obter o volume em fração da fase ((BERRAHMOUNE, 2006)

$$V_\gamma = \frac{1}{1 + \left\{ \frac{I_{\alpha'} R_\gamma}{I_\gamma R_{\alpha'}} \right\}} \quad (19)$$

Figura 34 – Difratograma do aço AISI 301LN deformado 20%, utilizando radiação Cu-K $\alpha$ .



Fonte: Berrahmoune, 2006.

No presente estudo foi realizada a difração de raios-X (DRX) em todas as amostras das séries UNS S30100 e UNS S32100, além da série UNS S44100, objetivando nesta provar a existência apenas de ferrita, já que estas amostras foram utilizadas para calibrar a curva do ferritoscópio. Para as séries UNS S30100 e UNS S32100 foi feita a identificação da fase martensita  $\alpha'$ , e se possível  $\epsilon$ .

Para o presente estudo, as medidas de difratometria de raios-X (DRX) foram realizadas no equipamento Shimadzu XRD-7000, utilizando-se radiação obtida com fonte de  $\text{Cu-K}\alpha$  e cristal monocromador, varrendo-se ângulos de difração de  $40^\circ < 2\theta < 90^\circ$ , com velocidade de varredura de  $1^\circ/\text{min}$ , amostragem a cada  $0,02^\circ$  e com fonte de raios-X excitada a 40 kV e 30 mA.

#### **4.2.3.2 Ferritoscópio**

A ferritoscopia é uma técnica onde é possível medir a fração de fase ferromagnética, como a ferrita ou a martensita  $\alpha'$ , por indução magnética. Inicialmente a técnica era utilizada para avaliar cordões de solda, porém, ela aqui é utilizada para medir a fração de martensita  $\alpha'$ , uma vez que esta também é ferromagnética.

Com o intuito de calibrar o equipamento, o aço da série UNS S44100 será utilizado com parâmetro para a calibração do ferritoscópio, sendo a intensidade medida com este material adotada como padrão de medida em cada espessura a estudar, já que pequenos volumes analisados podem levar a erros de quantificação. Sendo o UNS S44100 um material totalmente ferrítico, o que foi comprovado pelos experimentos de DRX, como será apresentado nos resultados desta dissertação, a curva de calibração em função da espessura pode ser criada, equivalente a já apresentada no trabalho de Ferezin (2017).

As medidas foram realizadas no laboratório do CDMatM-FEI utilizando um ferritoscópio Fischer modelo MP30, tendo como limite de detecção de 0,1% de ferrita. As amostras submetidas à laminação e as amostras resfriadas a temperatura criogênica foram avaliadas com esta técnica para posteriormente comparar com os resultados obtidos com o difratômetro de raios-X (DRX).

Para cada amostra foram colhidas 5 medições em locais diferentes e os resultados foram anotados, e o valor adotado foi a média e o desvio padrão destes valores.

## **5 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Antes da discussão dos resultados obtidos em laboratório, serão apresentados os difratogramas e as medições de ferritoscopia das amostras, além da elaboração da curva de calibração do ferritoscópio. A discussão seguirá com a apresentação de equações empíricas e discussões em torno do fenômeno da transformação de fase observada.

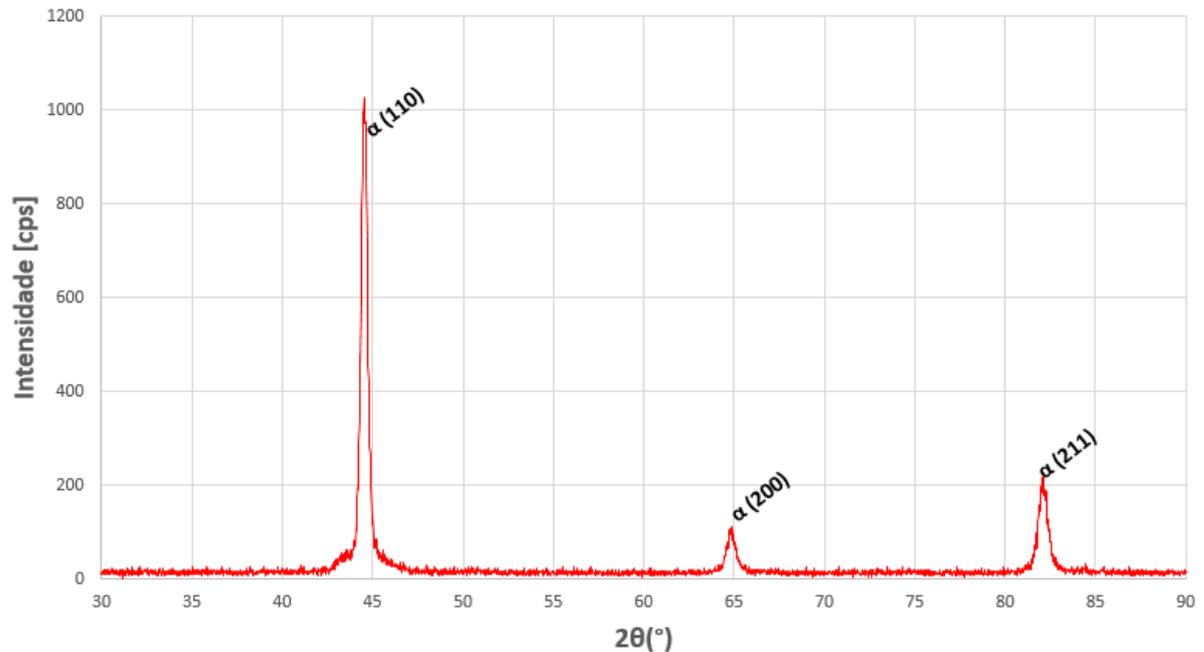
### **5.1 ANÁLISE DAS AMOSTRAS RECEBIDAS**

Antes de iniciar os experimentos, as amostras foram verificadas quanto as dimensões e fases presentes, além de suas respostas magnéticas.

#### **5.1.1 Verificação das amostras do aço inoxidável série UNS S44100**

Uma vez que a série UNS S44100 foi utilizada como referência para as medições magnéticas das séries UNS S30100 e UNS S32100, é indispensável verificar as características microestruturais das chapas como recebida. Após ser cortada em tamanhos adequados para os experimentos, uma amostra foi selecionada aleatoriamente e submetida à Difração de raios-X. Sendo esta série um aço ferrítico, na temperatura ambiente a amostra deveria apresentar somente a fase ferrita. O resultado da análise está indicado na Figura 35 mostrando que somente a fase ferrita está presente.

Figura 35 – Difratoograma do aço inoxidável série UNS S44100 como recebido



Fonte: Autor.

### 5.1.2 Verificação das amostras de aços inoxidáveis austeníticos séries UNS S30100 e UNS S32100

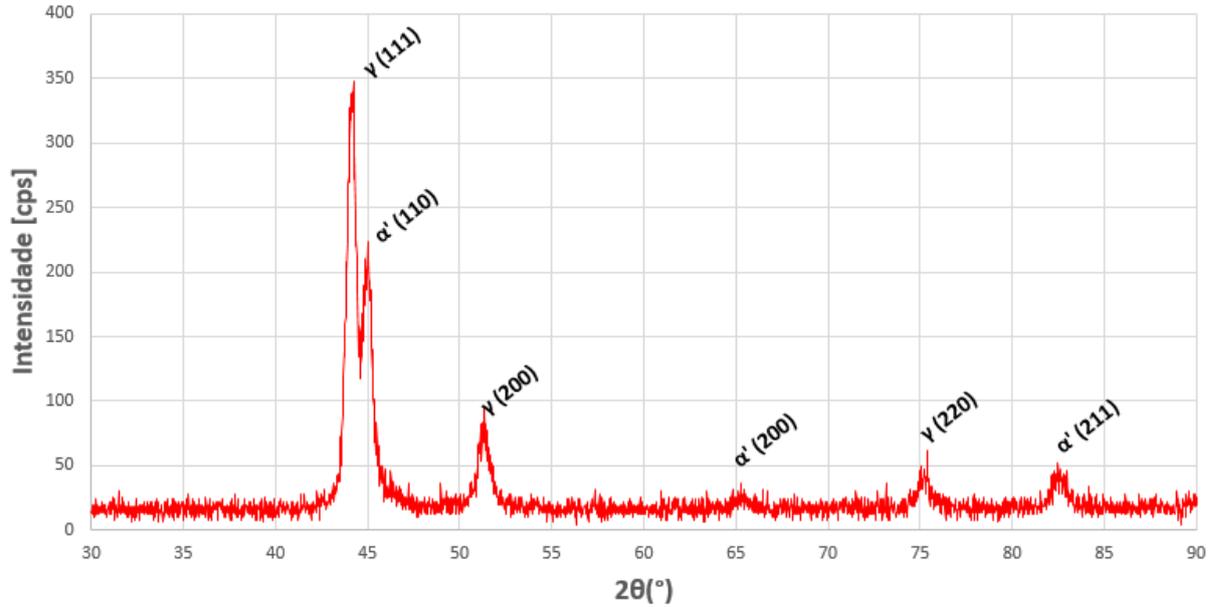
As séries de aços inoxidáveis austeníticos UNS S30100 e UNS S32100 foram submetidas a deformação plástica por laminação na temperatura criogênica e ambiente com o intuito de estudar a formação da fase martensita  $\alpha'$  em ambos os materiais.

Como foi observado na equação (12) ambas as séries são susceptíveis a transformação de fase induzida por deformação na temperatura ambiente. Esta característica torna possível a formação de martensita durante o processo de produção das chapas, assim, deve ser feita a verificação das condições das amostras após o tratamento térmico. As chapas foram cortadas em dimensões predeterminadas e uma amostra de cada série foi escolhida aleatoriamente e submetida a difração de raios-X.

As Figuras 36 e 37 mostram os difratogramas dos aços inoxidáveis séries UNS S30100 e UNS S32100 sem deformação. Como pode ser observado, o difratograma identificou picos de ferrita  $\alpha'$  nas duas amostras. No diagrama pseudo-binário do Fe-Cr-Ni da Figura 4, devido a composição química destes aços, a fase ferrita não é prevista. Desta forma, sabendo que as ligas são instáveis e susceptíveis à transformação de fase por deformação, pode-se concluir que o pico identificado como ferrita é na verdade a martensita  $\alpha'$ . Como o material foi solubilizado,

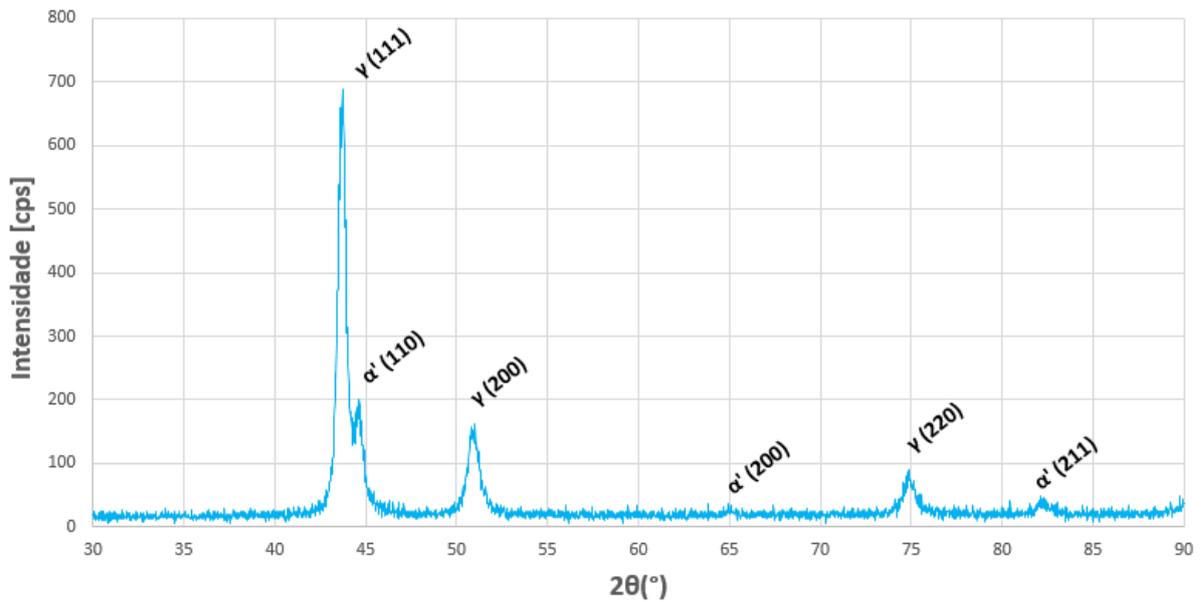
não é esperado obter martensita em quantidade relevante como mostrado nos difratogramas. Dessa forma, é possível que o este pico seja referente à fase ferrita  $\delta$  residual de micro segregação do processo de aciaria que aparecem no centro da chapa.

Figura 36 – Difratoograma do aço inoxidável série UNS S30100 tratada termicamente



Fonte: Autor.

Figura 37 – Difratoograma do aço inoxidável série UNS S32100 tratada termicamente



Fonte: Autor.

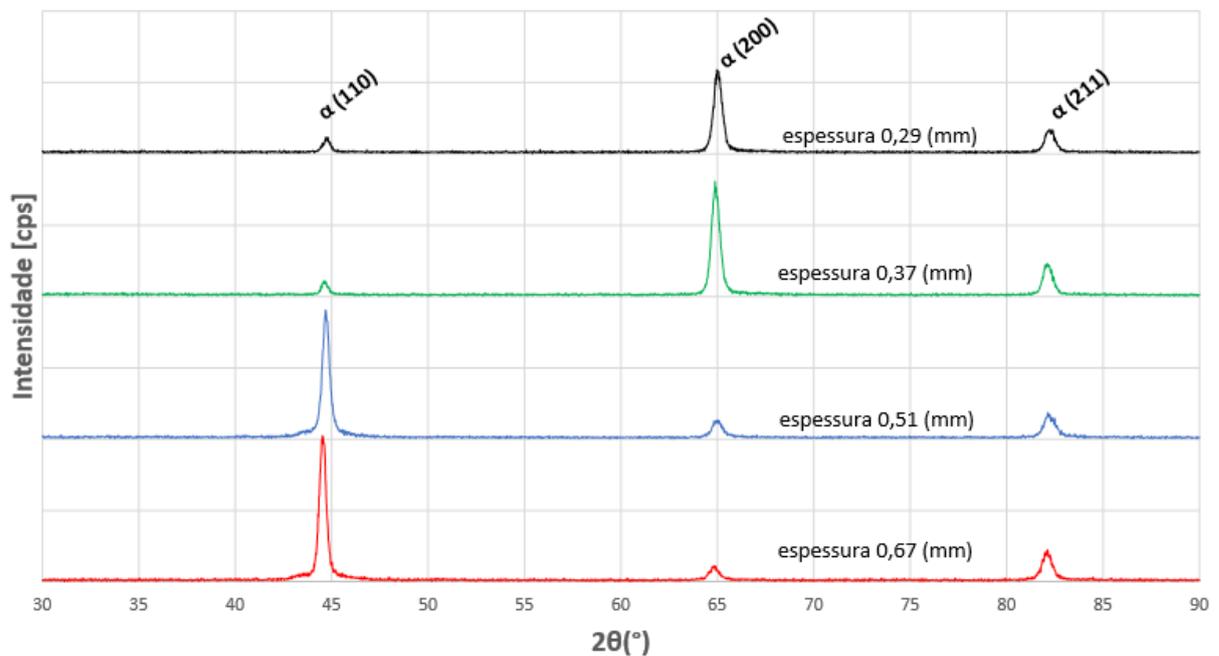
## 5.2 CURVA DE CALIBRAÇÃO DO FERRITOSCÓPIO

A seguir serão descritas as etapas de verificação das amostras do aço UNS S44100 por difração de raios-X e medições com o ferritoscópio.

### 5.2.1 Difração de raios-X das amostras laminadas da série UNS S44100

As amostras utilizadas na calibração do ferritoscópio foram verificadas quanto as fases presentes após sofrerem deformação plástica por laminação. Os resultados da difração de raios-X estão na Figura 38.

Figura 38 – Análise por difração de raios-X das amostras da série UNS S44100 laminadas



Fonte: Autor.

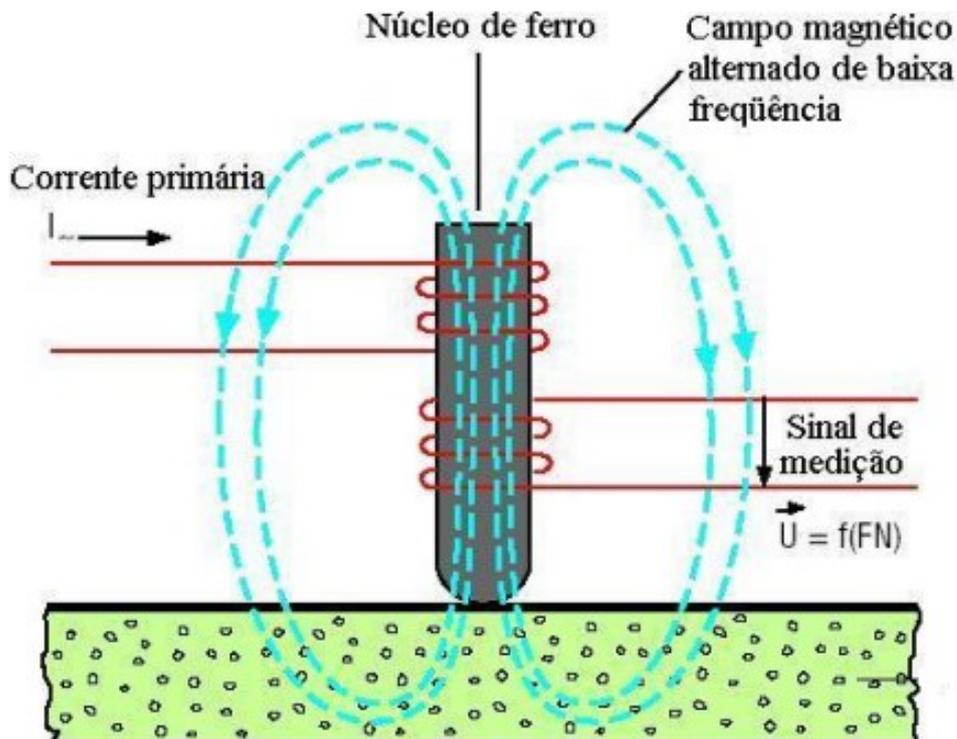
Conforme a espessura das amostras foi reduzida no processo de conformação por laminação, a intensidade dos picos de ferrita dos planos (110) foi diminuindo. Isso ocorre devido as tensões internas impostas e a textura formada pelo processo.

Como pode ser visto na Figura 38, o difratograma apresentou picos com ângulos de difração de 44,67°, 65,02° e 82,33° que são típicos da fase ferrita. Como nenhum outro pico foi identificado, há somente a fase ferrita. Desta forma, os corpos de prova foram considerados aptos a medição com o ferritoscópio para elaboração da curva de calibração.

### 5.2.2 Elaboração da curva de calibração

O ferritoscópio é um aparelho de medição magnética que visa determinar a fração em volume de fases ferromagnéticas. Basicamente é um equipamento que dispõe de uma caneta onde se encontra duas bobinas enroladas a um núcleo de ferro, conforme Figura 39. Uma das bobinas é ligada a uma fonte de energia externa. Ela é submetida a corrente elétrica gerando assim um campo magnético que interage com o metal da amostra, que por sua vez responde gerando um campo magnético induzido. A diferença de potencial elétrico gerada pelo campo magnético induzido na segunda bobina é então mensurada e o aparelho compara essa intensidade com a porcentagem em volume de material ferromagnético, resultando na quantidade em volume da fase.

Figura 39 – Medição com ferritoscópio



Fonte: Fischer, 2009.

Por outro lado, num material que apresente uma espessura inferior a profundidade do campo magnético, ou seja, quando o campo magnético gerado é capaz de ultrapassar a espessura da amostra, a diferença de potencial medida será inferior mesmo em um material 100%

ferromagnético. Para corrigir esta diferença de medida, é necessário elaborar uma curva de calibração.

Para elaborar a curva de calibração foram utilizadas lâminas de um aço inoxidável ferrítico UNS S44100 que foram deformadas plasticamente por laminação à temperatura ambiente reduzindo a espessura dos corpos de prova, e que como mostrado na Figura 38 apresentam apenas a fase ferrita. Ao submeter esses aços ao ferritoscópio, a intensidade deveria ser 100% de fase ferromagnética, porém, a porcentagem em volume lida no equipamento foi inferior, e proporcional à espessura da chapa, ou ao volume de material ferromagnético sujeito ao campo magnético gerado pelo ferritoscópio.

A Tabela (6) mostra as medidas da intensidade de ferrita obtida em função das espessuras das amostras, e o fator de correção para que a medida do ferritoscópio seja elevada a 100%.

Tabela 6 – Medições com ferritoscópio do aço inoxidável ferrítico UNS S44100.

<b>Espessura (mm)</b>	<b>Medição Ferritoscópio (%)</b>	<b>Fator de Correção</b>
0,67	89,3	1,119
0,51	63,1	1,584
0,37	52,8	1,893
0,29	48,9	2,044

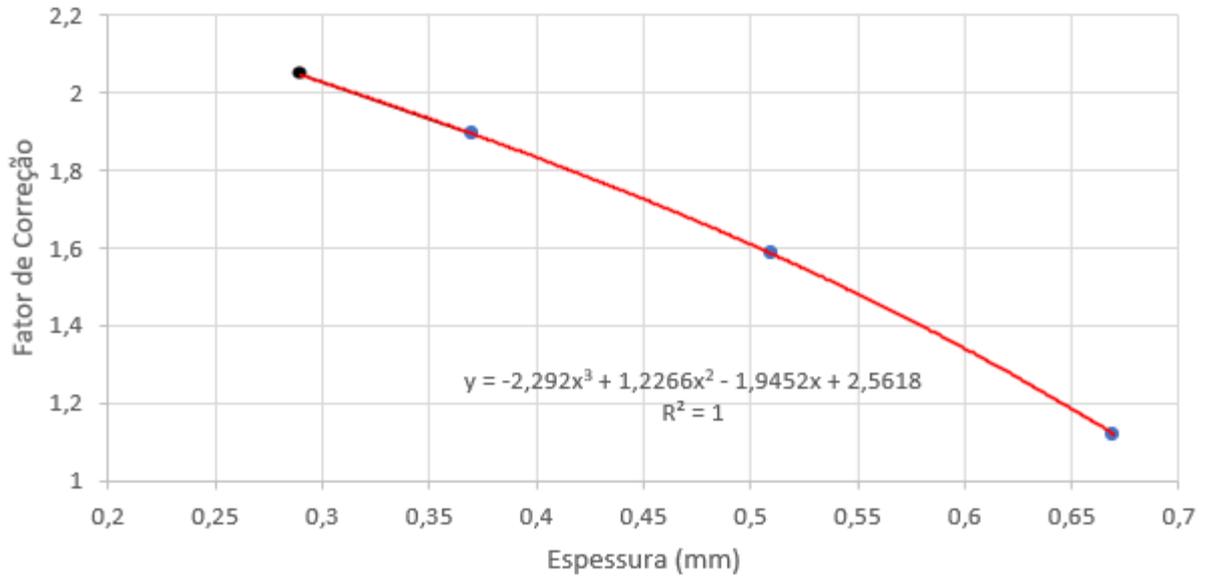
Fonte: Autor.

Diante dos resultados das medições, foi elaborado um gráfico com fator de correção *em função da* espessura da amostra. A curva obtida apresenta uma equação característica que foi utilizada para fornecer o fator de correção para amostras obtidas na laminação das ligas austeníticas.

Como pode se observar nos resultados da Tabela (6), para a amostra com espessura de 0,67 mm a fração de fase ferromagnética é de 89,3%, porém, sabe-se que a fração em volume desta fase é de 100% devido ao tipo do aço ensaiado. Assim, o fator de correção para essa espessura é de  $100/89,3$  resultando em 1,119. Da mesma forma foram obtidos os fatores de correção para as espessuras seguintes. Como pode ser observado na Tabela (6), ao reduzir a espessura a medida também é reduzida. Isso pode ser explicado pelo fato de que uma menor quantidade de material está sendo exposta ao campo magnético da bobina induzida, resultando

numa leitura menor do que esperado. A curva de calibração foi então obtida e a equação característica indicada na Figura 40.

Figura 40 – Curva de calibração do ferritoscópio



Fonte: Autor.

A equação mais adequada e que apresenta o melhor ajuste para o intervalo de valores medidos é um polinômio de terceiro grau.

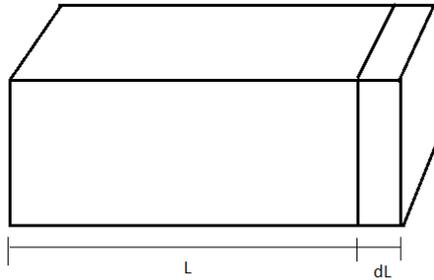
### 5.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA POR LAMINAÇÃO DOS AÇOS AUSTENÍTICOS

Antes de iniciar o processo de deformação por laminação, efetuou-se a medição da espessura inicial. Para cada série de aço, uma amostra foi escolhida aleatoriamente de forma a não sofrer nenhuma deformação. As amostras restantes sofreram deformações consecutivas, denominadas passes, de modo a sofrer reduções de espessura progressiva. A Figura 41 mostra uma peça de comprimento inicial  $L$ . É imposta uma deformação  $dL$  ao corpo.

A deformação verdadeira em uma barra é dada pela divisão do incremento de deformação  $dL$  pelo comprimento  $L$

$$d\varepsilon = \frac{dL}{L}$$

Figura 41 – Deformação verdadeira



Fonte: Autor.

integrando

$$\varepsilon = \int d\varepsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln\left(\frac{t_0}{t}\right) \quad (20)$$

Assim, através da equação (20) é possível obter a deformação verdadeiras nas chapas ensaiadas.

### 5.3.1 Deformação plástica à temperatura ambiente

As duas séries de aços austeníticos foram laminadas à temperatura ambiente e os resultados são apresentados na Tabela (7). Neste processo o objetivo é verificar a formação de martensita  $\alpha'$  nas duas séries de aços inoxidáveis austeníticos, fornecendo apenas o aporte de energia mecânica, uma vez que o processo foi realizado a uma temperatura acima da de início da transformação  $M_s$ .

Tabela 7 – Deformação plástica por laminação à temperatura ambiente em função da espessura da chapa.

Passes	Temperatura Ambiente			
	UNS S30100 (mm)	Deformação Verdadeira	UNS S32100 (mm)	Deformação Verdadeira
Inicial	0,73	0,000	0,7	0,000
1 Passe	0,62	0,163	0,59	0,171
2 Passes	0,57	0,247	0,53	0,278
3 Passes	0,55	0,283	0,5	0,336
4 Passes	0,46	0,462	0,36	0,665
5 Passes	0,39	0,627	0,32	0,783

Fonte: Autor.

### 5.3.2 Deformação plástica à temperatura criogênica

As duas séries de aços inoxidáveis austeníticos foram submetidas a deformação plástica na temperatura criogênica (-196°C). Ao submeter a amostra a deformação plástica, ela recebe o aporte de energia mecânica. Após esta etapa elas são mergulhadas em nitrogênio líquido novamente e assim recebem o aporte de energia química. Este último processo é o que diferencia do processo de laminação a temperatura ambiente, adicionando mais energia para a transformação ocorrer. Note que ao retornar a temperatura ambiente a fração de martensita formada ficará retida, uma vez que sua reversão ocorre à temperatura acima 500°C (REED, 1962).

Tabela 8 – Deformação plástica por laminação à temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$  em função da espessura da chapa.

Passes	Temperatura Criogênica ( $-196^{\circ}\text{C}$ )			
	UNS S30100 (mm)	Deformação Verdadeira	UNS S32100 (mm)	Deformação Verdadeira
Inicial	0,73	0,000	0,7	0,000
1 Passe	0,70	0,042	0,65	0,074
2 Passes	0,69	0,056	0,61	0,138
3 Passes	0,65	0,116	0,61	0,138
4 Passes	0,65	0,116	0,57	0,205

Fonte: Autor.

Nota-se que a redução de espessura obtida à temperatura criogênica ( $-196^{\circ}\text{C}$ , Tabela 8) é menor que aquela obtida na temperatura ambiente (Tabela 7) para um mesmo número de passes. Uma possível explicação é que a formação da martensita causada pela deformação imposta tornou o material mais resistente, aumentando o afastamento dos cilindros de laminação e o retorno elástico após a passagem pelos cilindros.

#### 5.4 MEDIÇÕES MAGNÉTICAS - FERRITOSCÓPIO

Após o processo de laminação e resfriamento, foi efetuada a medida da fração em volume da martensita nas amostras.

##### 5.4.1 Ferritoscopia de amostras deformadas à temperatura ambiente

Os resultados apresentados nas Tabelas (9) e (10) já estão corrigidos com o fator de correção do ferritoscópio conforme discutido no item 5.2. Com os dados obtidos foi possível obter a curva da formação da martensita  $\alpha'$  em função da espessura, como mostram as Figuras 42 e 43.

Tabela 9 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S30100 na temperatura ambiente.

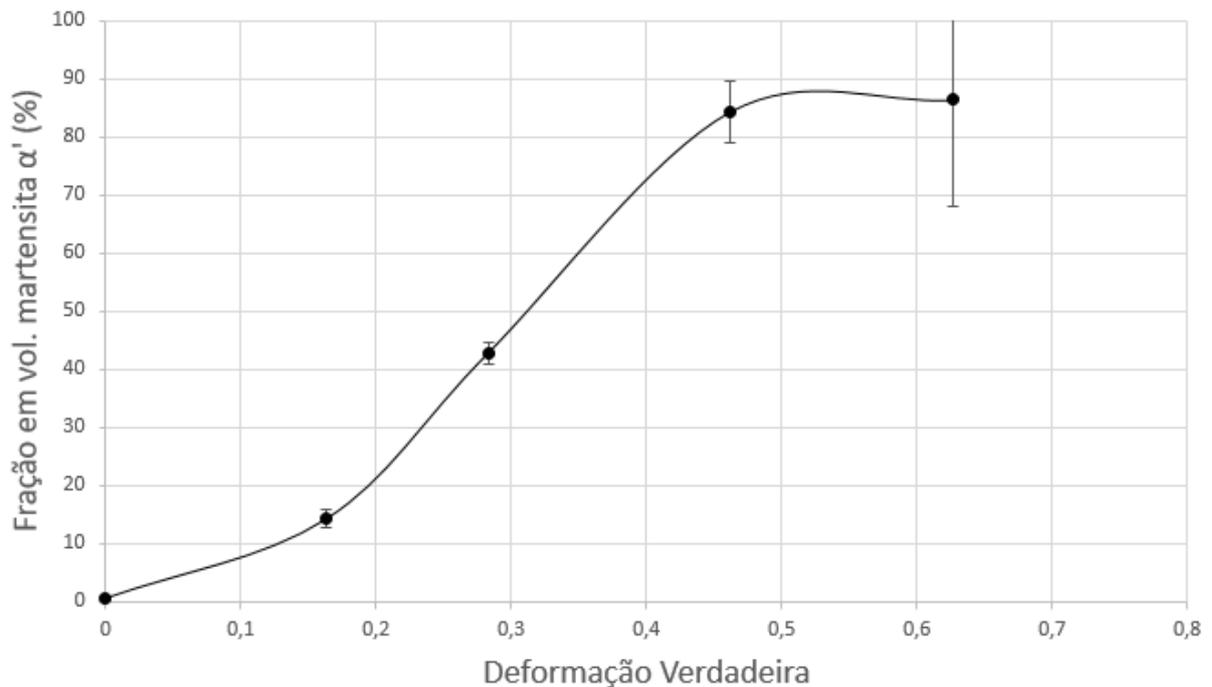
Passes	Espessura (mm)	Deformação Verdadeira	Fator de Correção	Medição (Ferritoscópio)	Martensita %	Desvio Padrão
0p	0,73	0,000	0,90	0,63	0,57	0,27
1p	0,62	0,163	1,28	11,1	14,22	1,53
3p	0,55	0,283	1,48	28,9	42,82	1,77
4p	0,46	0,462	1,70	49,5	84,32	5,28
5p	0,39	0,627	1,85	46,6	86,39	18,16

Fonte: Autor.

Tabela 10 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S32100 na temperatura ambiente.

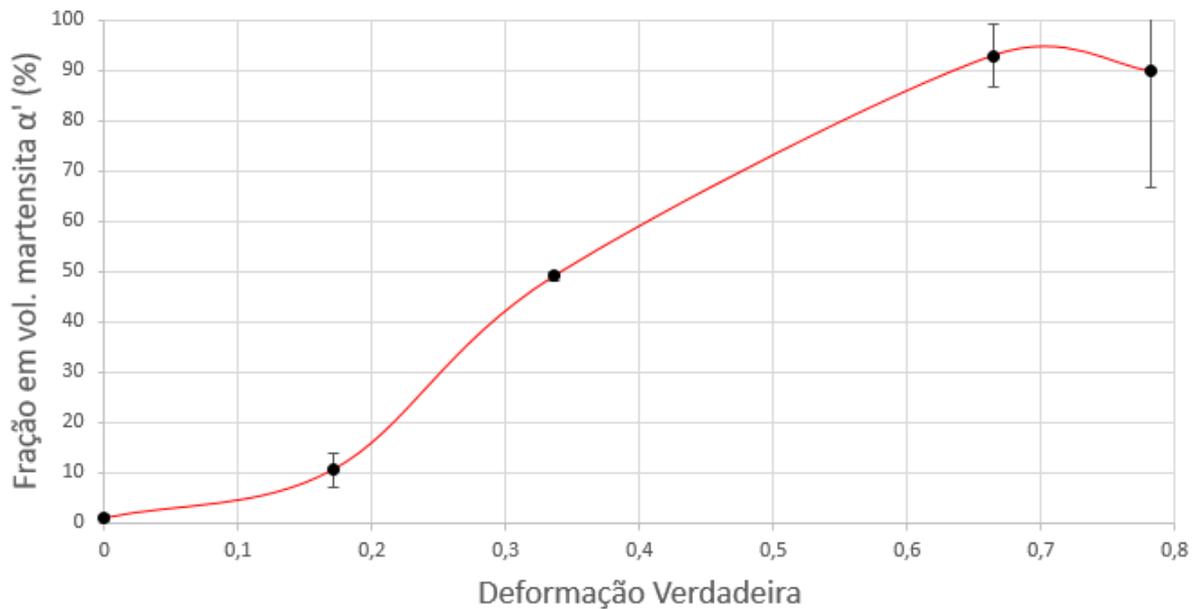
Passes	Espessura (mm)	Deformação Verdadeira	Fator de Correção	Medição (Ferritoscópio)	Martensita %	Desvio Padrão
0p	0,7	0,000	1,02	0,96	0,97	0,65
1p	0,59	0,171	1,37	7,7	10,55	3,42
3p	0,5	0,336	1,61	30,5	49,09	0,90
4p	0,36	0,665	1,91	48,6	93,00	6,31
5p	0,32	0,783	1,99	45,2	89,94	23,08

Fonte: Autor.

Figura 42 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S30100 laminada à temperatura ambiente

Fonte: Autor.

Figura 43 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S32100 laminada à temperatura ambiente



Fonte: Autor.

Para a série UNS S30100 deformação verdadeira de 0,5 marca o limite máximo de deformação em que se pode obter aumento da fase martensita  $\alpha'$ . A partir desta deformação não houve acréscimo. Por outro lado, no aço da série UNS S32100 foi uma deformação verdadeira da ordem de 0,7 é necessária para obter a porcentagem máxima de martensita produzida pelo processo de deformação plástica. Com uma deformação verdadeira de 0,50 a série UNS S30100 obteve a fração de 86% em volume de martensita  $\alpha'$ , ao passo que a série UNS S32100 formou apenas 73%.

Tsuchida et al (2011) ensaiaram a tração uniaxial aços da série AISI 304 obtendo 75% da fração de martensita na temperatura ambiente. Alves et al (2019) ensaiaram a tração uniaxial e por laminação na mesma temperatura amostras da série AISI 304L e concluiu que a fração em volume de martensita era superior nas amostras laminadas do que nas ensaiadas a tração, para uma mesma deformação. Os ensaios realizados neste trabalho com a série UNS S30100, laminado a temperatura ambiente, forneceram uma fração em volume de 86% de martensita  $\alpha'$ , que é superior à porcentagem obtida por Peterson (2007) que ensaiou amostras da mesma série de aço inoxidável à tração uniaxial na temperatura ambiente obtendo 75% de fração em volume. Uma possível explicação para essa diferença obtida estaria no estado de tensões imposta às amostras. O ensaio de tração é uniaxial, exceto na estrição que é triaxial, enquanto na laminação as peças são submetidas a estado biaxial de deformação.

Comparando as duas séries de aços austeníticos, a série UNS S30100 possui a característica de formar martensita  $\alpha'$  em maior volume e com menor deformação do que a série UNS S32100, o que lhe confere a característica de ser mais instável. A instabilidade das ligas podem ser melhor entendida em termos de energia de falha de empilhamento e temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$  e  $M_{d30}$ .

Tavares et al (2008) constataram que a susceptibilidade da austenita  $\gamma$  em se transformar em martensita está relacionada com a energia de falha de empilhamento, que é um parâmetro dependente da composição química. Observou que a série AISI 301LN é mais susceptível a transformação  $\gamma - \alpha'$  do que a série AISI 304.

Dai Qi-Xun et al. (2002) desenvolveu uma fórmula empírica para determinar a energia de falha de empilhamento em função da composição química das ligas de aços inoxidáveis austeníticos que é representada na equação (21). O valor de  $\gamma_{sf}^0$  adotado na equação (21) é de  $40\text{mJ.m}^{-2}$  e representa a energia de falha de empilhamento do Fe- $\gamma$  à temperatura ambiente.

$$\gamma_{sf}^{300} = \gamma_{sf}^0 + 1,59\text{Ni} - 1,34\text{Mn} + 0,06\text{Mn}^2 - 1,75\text{Cr} + 0,01\text{Cr}^2 + 15,21\text{Mo} - 5,59\text{Si} - 60,69(\text{C} + 1,2\text{N})^{1/2} + 26,27(\text{C} + 1,2\text{N})(\text{Cr} + \text{Mn} + \text{Mo})^{1/2} + 0,61[\text{Ni}(\text{Cr} + \text{Mn})]^{1/2} \quad (21)$$

Aplicando a composição química da Tabela (4) na equação (21), foram obtidos os valores para energia de falha de empilhamento que são mostrados na Tabela (11) para os dois aços em estudo além do aço UNS S30400.

Tabela 11 – Energia de falha de empilhamento das séries UNS S30100, UNS S32100 e UNS S30400.

Série	$\gamma_{sf}^{300}$ [mJ.m <sup>-2</sup> ]
UNS S30100	20,27
UNS S32100	23,51
UNS S30400	21,89

Fonte: Autor.

Observando a Tabela (11), nota-se que os resultados estão de acordo com o observado neste trabalho. A série UNS S30100 possui uma energia de falha de empilhamento inferior à série UNS S32100, conseqüentemente, mais susceptível a transformação  $\gamma - \alpha'$ . Este fenômeno pode ser verificado pois em baixas deformações a série UNS S30100 apresentou maior quantidade de martensita que a UNS S32100. Em outras palavras, a série UNS S32100 é mais

difícil de formar defeitos como discordâncias, conseqüentemente, mais difícil de se obter a fase  $\alpha'$  que por sua vez se forma tardiamente nesta liga após uma certa deformação. A baixa energia de falha de empilhamento indica que é fácil movimentar discordâncias e formar defeitos, logo, mais fácil obter a martensita  $\alpha'$ . Da mesma maneira, Tavares et al (2008) concluíram que a série AISI 301LN é mais susceptível a transformação  $\gamma - \alpha'$  do que a série AISI 304, o que está de acordo com a Tabela (11) com respeito a energia de falha de empilhamento. Comparando os resultados obtidos por Alves et al. (2019) na laminação de chapas da série AISI 304L, que obtiveram 10% em volume de martensita para uma deformação verdadeira de 0,20, pode-se concluir que a série UNS S30100 é mais metaestável que esta, pois com a mesma deformação obteve-se uma fração em volume superior, da ordem de 20%. Estes dados também estão em conformidade com a Tabela (11). Os resultados aqui apresentados confirmam que a energia de falha de empilhamento apresenta um papel bastante relevante na TMID para o aço inoxidável austenítico. Em contrapartida, ao comparar os aços inoxidáveis das séries UNS S30400 e UNS S32100 laminados a temperatura ambiente, constata-se uma discrepância nos resultados experimentais e o apresentado na Tabela (11).

Na Tabela (2) foi possível verificar que a temperatura de início da transformação martensítica da série UNS S30100 que é de aproximadamente  $-142^{\circ}\text{C}$  enquanto a série UNS S32100 é de  $-195^{\circ}\text{C}$ . Isto indica que o primeiro é mais instável que o último. Este fato também é corroborado quando comparados os valores da energia de falha de empilhamento, que é inferior na série UNS S30100, além da  $M_{d30}$  ser superior nesta série. Uma temperatura  $M_{d30}$  mais baixa indica maior potencial para transformação  $\gamma - \alpha'$  ocorrer.

Para aplicação em componentes estruturais, o aço UNS S30100 é mais interessante do que o UNS S32100, uma vez que no primeiro é possível obter maior fração de martensita, conseqüentemente maior resistência, com baixas taxas de deformação. Além disso, esta série é também melhor quanto ao aspecto financeiro, uma vez que possui quantidades de Cr e Ni inferiores à série UNS S32100, que são elementos de alto valor de mercado.

#### **5.4.2 Equação empírica para transformação $\gamma - \alpha'$**

Arhmedabadi et al. (2016) desenvolveu um modelo empírico que representasse a evolução da transformação martensítica em aços inoxidáveis austeníticos submetidos à conformação por laminação a frio. A curva obtida possui característica sigmoideal e a equação característica é mostrada na equação (22).

$$f_{\alpha'} = \frac{f_s}{1 + \exp(-\beta(\varepsilon - \varepsilon_m))} \quad (22)$$

Onde  $f_{\alpha'}$  é a fração em volume de martensita  $\alpha'$  calculada,  $f_s$  é o valor máximo da sigmoide da transformação martensítica obtida experimentalmente,  $\varepsilon_m$  é a deformação verdadeira média,  $\varepsilon$  é a deformação verdadeira e  $\beta$  uma constante característica da transformação.

#### 5.4.2.1 Equação empírica para evolução da TMID para laminação a temperatura ambiente

É possível desenvolver uma equação característica para a evolução da TMID de cada série de aço inoxidável. Para a série UNS S30100, alguns dados devem ser retirados da Figura 42. O valor máximo da fração de martensita  $\alpha'$  em volume observada nesta transformação foi de aproximadamente 86% que corresponde à  $f_s$  da Equação (22). O valor  $\varepsilon_m$  corresponde a deformação verdadeira média que é obtida através do ponto  $(f_s/2, \varepsilon_m)$  também obtida graficamente.

Para determinação da taxa de transformação  $\beta$  é necessário adotar alguns valores da Figura 42. Será considerado o ponto de fração de martensita em volume correspondente à 20% ( $f_{301}, \varepsilon$ ) sendo (20, 0,20) e a deformação verdadeira média é de  $\varepsilon_m$  é de 0,283. Com os dados em mãos é possível substituir na Equação (22).

$$20 = \frac{86}{1 + \exp(-\beta(0,20 - 0,283))}$$

$$20 = \frac{86}{1 + \exp(0,083\beta)}$$

$$20 + 20e^{0,083\beta} = 86$$

$$e^{0,083\beta} = 3,3$$

Aplicando ln em ambos os lados tem-se

$$0,083\beta = 1,193$$

$$\beta = 14,38$$

Assim, a equação característica da evolução da TMID para série UNS S30100 na temperatura ambiente é dada pela Equação (23)

$$f_{301} = \frac{86}{1+54,6.(e^{-14,38\varepsilon})} \quad (23)$$

Da mesma forma é possível obter uma equação característica para evolução da TMID da série UNS S32100. Observando a Figura 43 obtém-se  $f_s = 94\%$  e, conseqüentemente,  $\varepsilon_m = 0,31$ . Para o cálculo será considerado  $f_{321} = 10\%$  de fração em volume de martensita  $\alpha'$  que corresponde a uma deformação verdadeira de  $\varepsilon = 0,18$ . Substituindo na Equação (22) tem-se:

$$10 = \frac{94}{1+\exp(-\beta(0,18-0,31))}$$

$$10 + 10e^{0,13\beta} = 94$$

$$e^{0,13\beta} = 8,4$$

Aplicando ln em ambos os lados obtém-se:

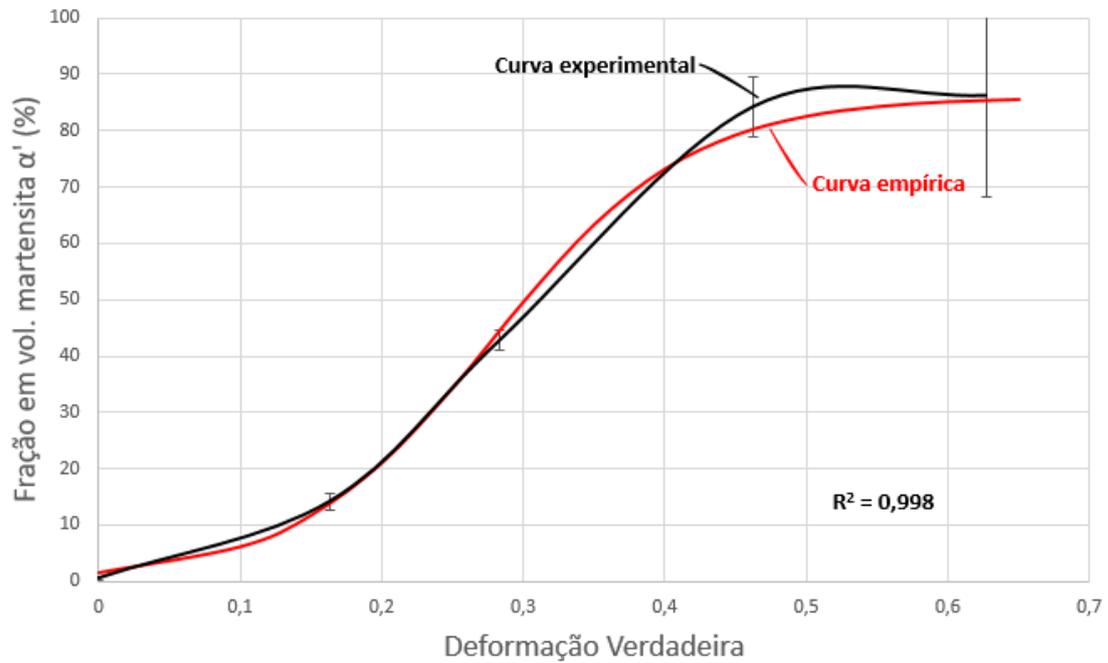
$$\beta = 16,37$$

Assim, a equação característica da evolução da TMID para série UNS S32100 na temperatura ambiente é dado pela Equação (24)

$$f_{321} = \frac{94}{1+148.(e^{-16,37\varepsilon})} \quad (24)$$

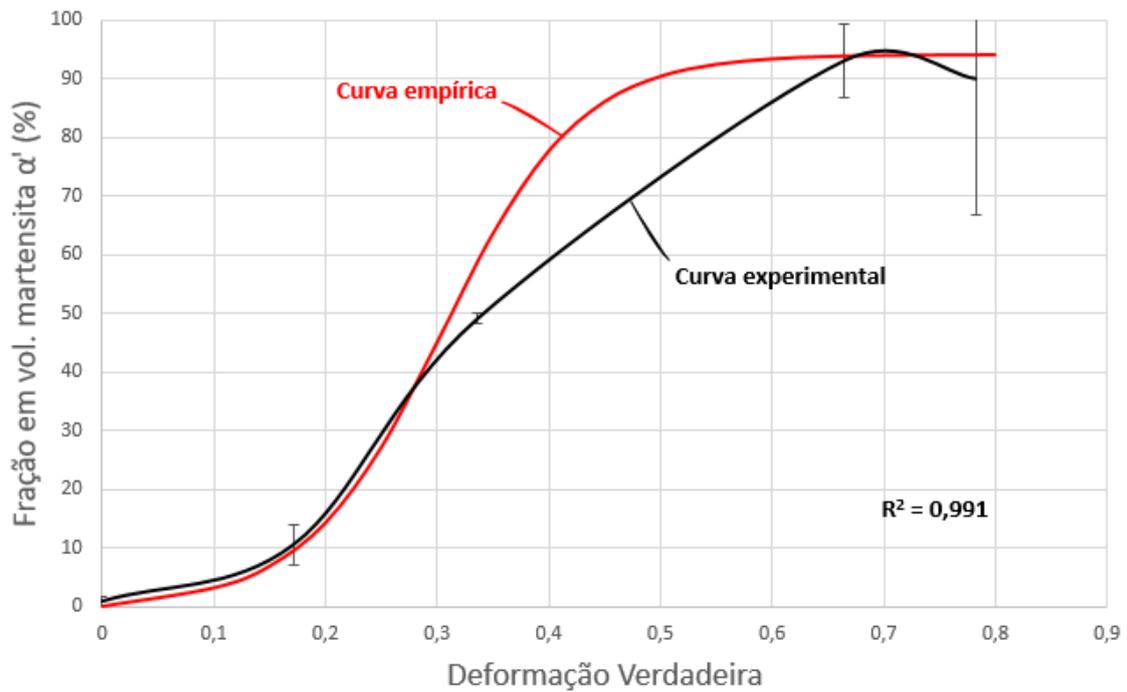
As Figuras 44 e 45 mostram os valores experimentais e empíricos para a transformação martensítica das séries UNS S32100 e UNS S30100.

Figura 44 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID para série UNS S30100 na temperatura ambiente.



Fonte: Autor.

Figura 45 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID empírica para série UNS S32100 na temperatura ambiente.



Fonte: Autor.

Os resultados mostram que as curvas empíricas apresentam alta precisão. Para a transformação martensítica da série UNS S30100 o coeficiente de correlação linear entre as curvas foi de  $R^2 = 0,998$  e para a série UNS S32100 foi de  $R^2 = 0,991$ . A grande vantagem na utilização destas equações empíricas está no fato de possibilitar melhor visualização da evolução da transformação do que nas curvas obtidas experimentalmente, facilitando a comparação com os resultados obtidos em temperatura criogênica, que serão posteriormente apresentados nesta dissertação.

Uma característica importante desta equação em relação a outras proposições é que não é sempre possível obter 100% de transformação. Neste caso  $f_s$  é o valor de saturação e  $f_s \leq 1$ , fornecendo um valor mais preciso. A equação (16) desenvolvida por Olson e Cohen (1972) descreve a evolução de transformação martensítica, porém, é bastante limitada quanto a previsão da saturação de volume de  $\alpha'$  obtida, além dos parâmetros  $\beta_0$  e  $n$  não serem bem definidos, causando certa variação nos resultados (ARHMEDABADI et al. 2016).

#### 5.4.3 Ferritoscopia de amostras deformadas a temperatura criogênica

Nas Tabelas (12) e (13) são apresentados os resultados das medições magnéticas realizadas nas séries UNS S30100 e UNS S32100 deformadas plasticamente a temperatura criogênica (-196°C).

Tabela 12 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S30100 na temperatura criogênica (-196°C)

<b>Passes</b>	<b>Espessura (mm)</b>	<b>Deformação Verdadeira</b>	<b>Fator de Correção</b>	<b>Medição (Ferritoscópio)</b>	<b>Martensita (%)</b>	<b>Desvio Padrão</b>
0p	0,73	0,000	0,90	0,63	0,57	0
1p	0,7	0,042	1,02	35,1	35,63	1,2
2p	0,69	0,056	1,05	42,7	44,86	2,1
3p	0,65	0,116	1,19	44,5	52,79	2,96
4p	0,65	0,116	1,19	50,4	59,79	4,38

Fonte: Autor.

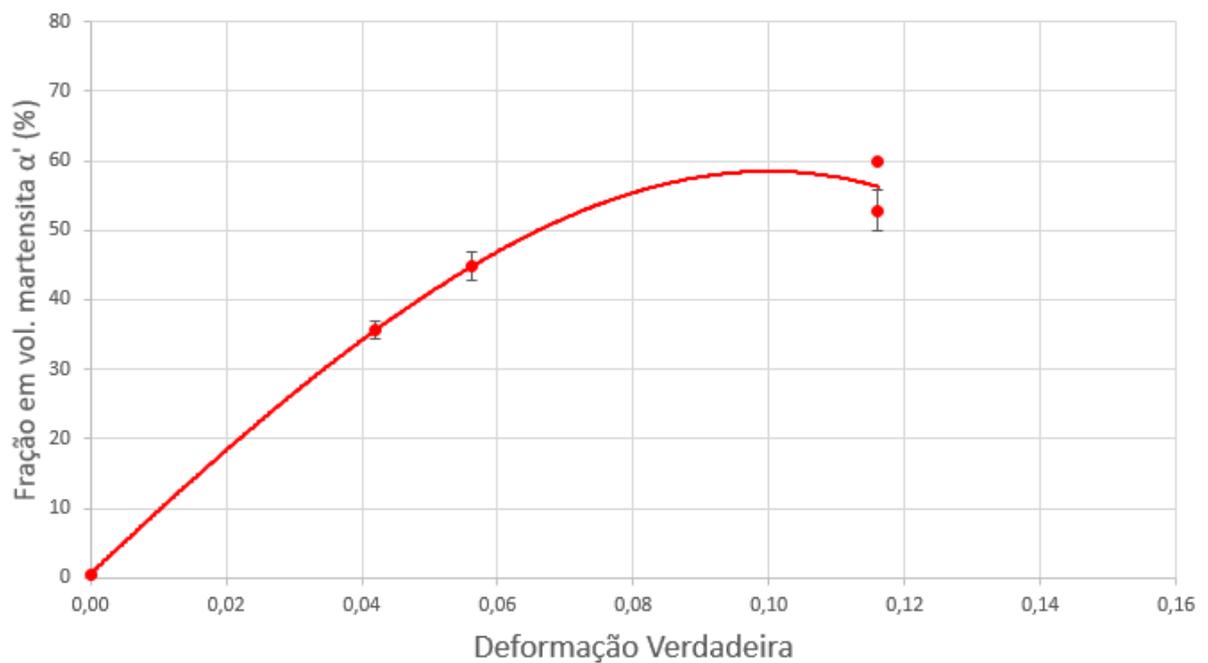
Tabela 13 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S32100 na temperatura criogênica (-196°C)

Passes	Espessura (mm)	Deformação Verdadeira	Fator de Correção	Medição (Ferritoscópio)	Martensita (%)	Desvio Padrão
0p	0,7	0,000	1,02	0,97	0,98	0
1p	0,65	0,074	1,19	33,3	39,50	2,37
2p	0,61	0,138	1,31	46,3	60,72	2,09
3p	0,61	0,138	1,31	50,4	66,09	2,23
4p	0,57	0,205	1,43	54,3	77,49	6,28

Fonte: Autor.

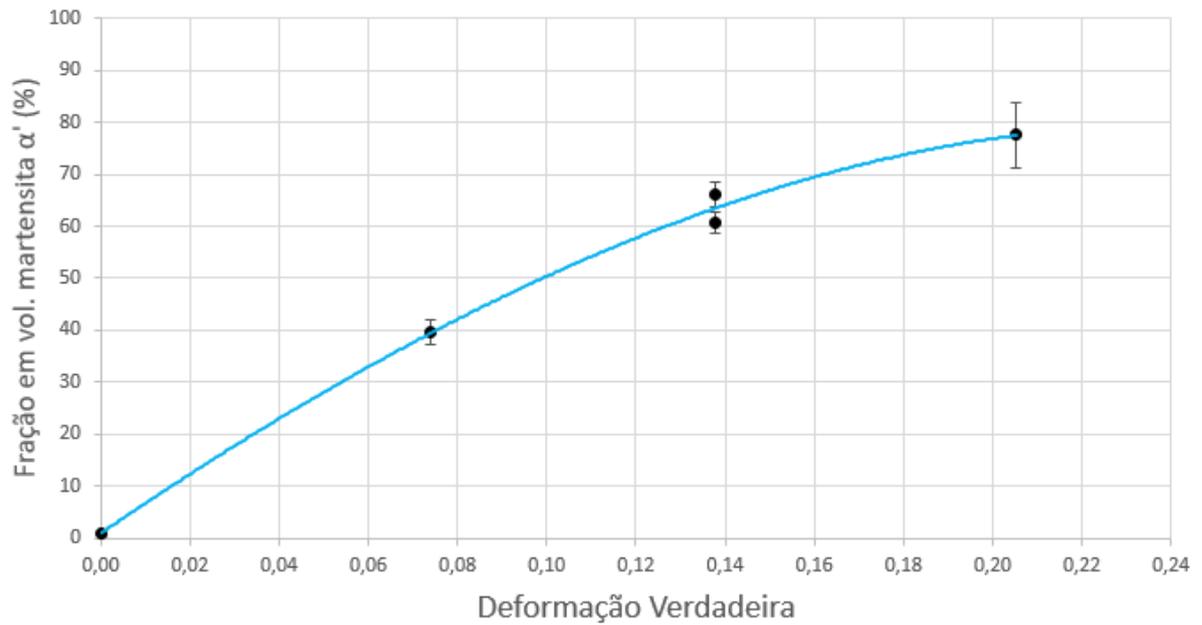
Com os dados obtidos nas tabelas (12) e (13) foram elaboradas as curvas de ambas as séries que são mostradas nas Figuras 46 e 47.

Figura 46 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S30100 laminada à temperatura de -196°C



Fonte: Autor.

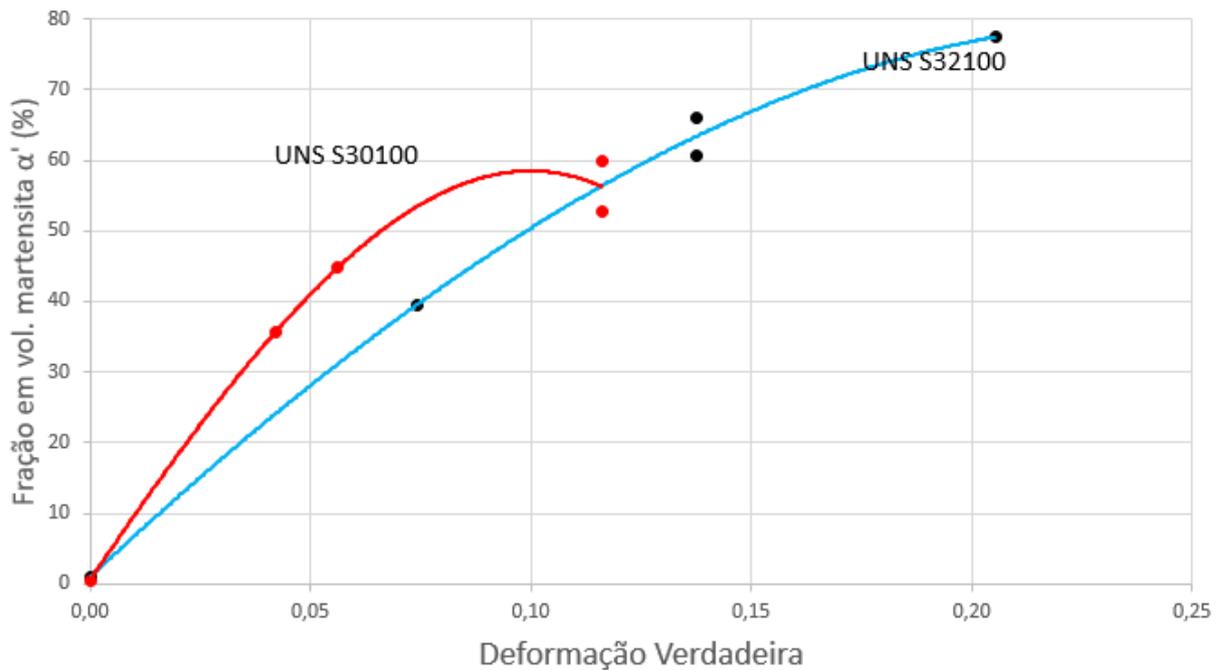
Figura 47 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para série UNS S32100 laminada à temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$



Fonte: Autor.

Comparando as duas séries austeníticas, ambas deformadas à temperatura criogênica, observa-se o mesmo comportamento da deformação em temperatura ambiente, onde a série UNS S30100 é capaz de formar martensita  $\alpha'$  com deformações menores que a série UNS S32100. Isto pode ser visto na Figura 48. Por outro lado, com a série UNS S32100 é possível obter maior fração em volume de martensita  $\alpha'$  do que na série UNS S30100.

Figura 48 – Fração em volume de martensita  $\alpha'$  para as séries UNS S30100 e UNS S32100 laminada à temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$ .



Fonte: Autor.

#### 5.4.3.1 Equação empírica para evolução da TMID na laminação a temperatura criogênica - $196^{\circ}\text{C}$

Utilizando a mesma metodologia para dedução da fórmula empírica da evolução da TMID do item 5.4.2, é possível extrapolar a equação para ensaios realizados a temperatura criogênica.

Primeiramente será feita a dedução para série UNS S30100. Para determinação da taxa de transformação  $\beta$  é necessário adotar alguns valores da Figura 46. Será considerado o ponto de fração de martensita em volume correspondente à 41% ( $f_{301}$ ,  $\epsilon$ ) sendo (41, 0,05) e a deformação verdadeira média é de  $\epsilon_m$  é de 0,035. O valor da fração máxima  $f_s$ , é adotado 59 como mostra a Figura 48. Com os dados em mãos é possível substituir na Equação (22).

$$41 = \frac{59}{1 + \exp(-\beta(0,05 - 0,035))}$$

$$41 = \frac{59}{1 + \exp(-0,015\beta)}$$

$$41 + 41e^{-0,015\beta} = 59$$

$$e^{-0,015\beta} = 0,439$$

Aplicando ln em ambos os lados tem-se

$$-0,015\beta = -0,823$$

$$\beta = 54,56$$

Assim, a equação característica evolução da TMID para série UNS S30100 na temperatura criogênica é dado pela Equação (25)

$$f_{301} = \frac{59}{1+6,82(e^{-54,86\varepsilon})} \quad (25)$$

Da mesma forma, será feita a dedução para série UNS S32100. Para determinação da taxa de transformação  $\beta$  é necessário adotar alguns valores da Figura 46. Será considerado o ponto de fração de martensita em volume correspondente à 70% ( $f_{321}$ ,  $\varepsilon$ ) sendo (70, 0,16) e a deformação verdadeira média é de  $\varepsilon_m$  é de 0,075. O valor da fração máxima  $f_s$  é adotado 77,5 como mostra a Figura 48. Com os dados em mãos é possível substituir na Equação (22).

$$70 = \frac{77,5}{1+\exp(-\beta(0,16-0,075))}$$

$$70 = \frac{77,5}{1+\exp(-0,085\beta)}$$

$$70 + 70e^{-0,085\beta} = 77,5$$

$$e^{-0,085\beta} = 0,107$$

Aplicando ln em ambos os lados tem-se

$$-0,085\beta = -0,223$$

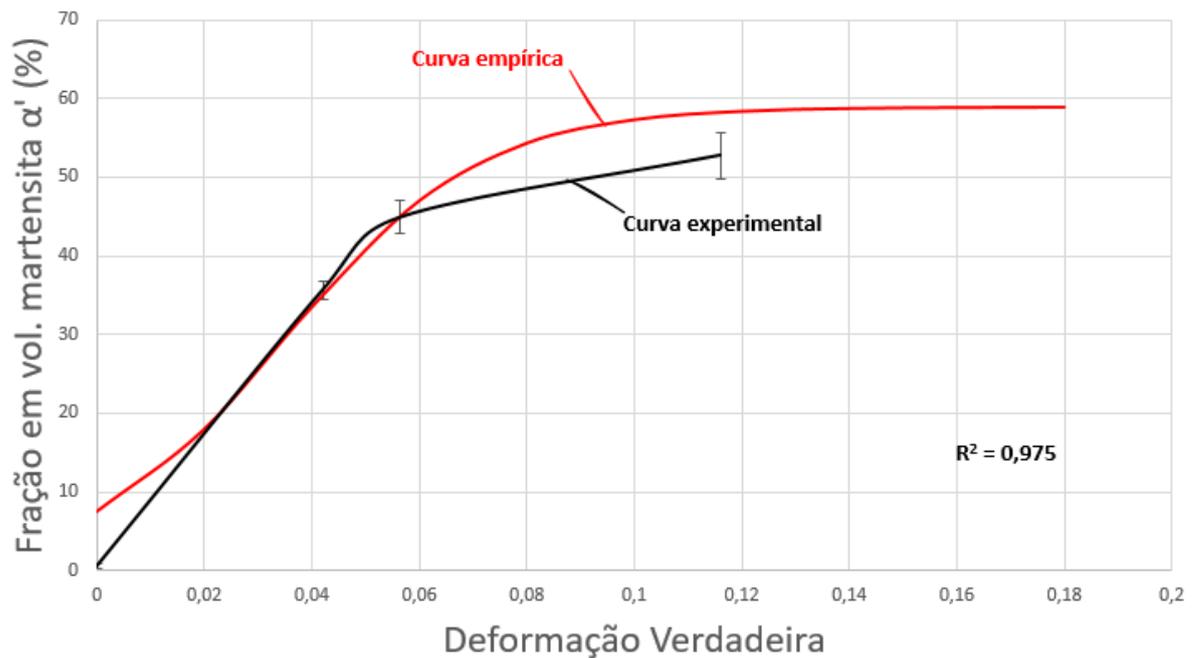
$$\beta = 26,27$$

Assim, a equação característica da evolução da TMID para série UNS S30100 na temperatura criogênica é dado pela Equação (26)

$$f_{321} = \frac{77,5}{1+7,1(e^{-26,27\varepsilon})} \quad (26)$$

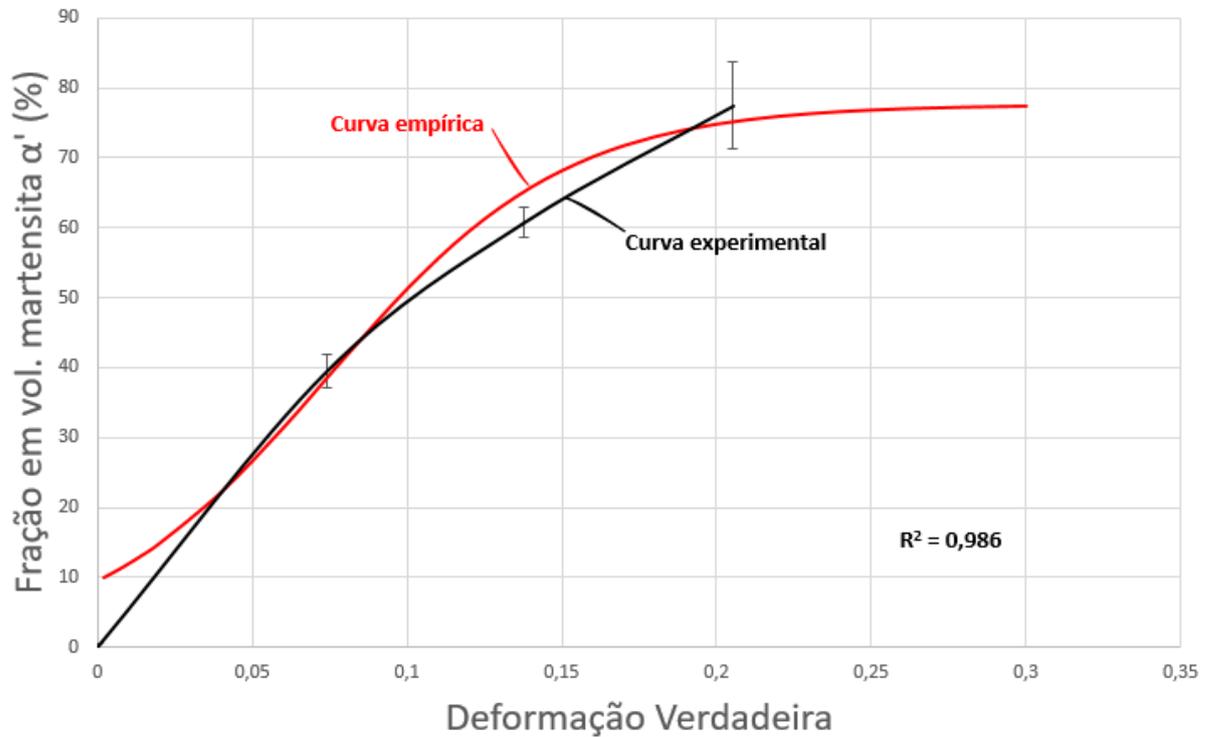
Através das equações empíricas e dos resultados experimentais é possível criar um gráfico e comparar as análises, como mostra as Figuras 49 e 50.

Figura 49 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID empírica para série UNS S30100 na temperatura criogênica.



Fonte: Autor.

Figura 50 – Determinação da curva empírica de evolução da TMID empírica para série UNS S32100 na temperatura criogênica



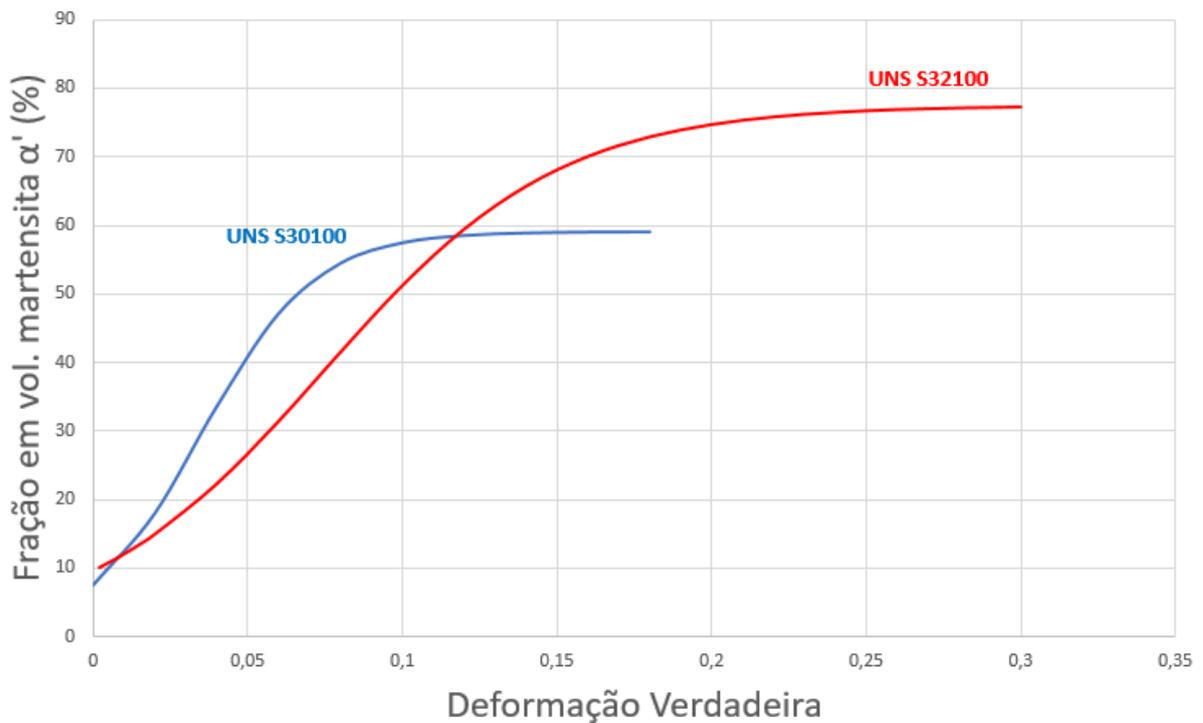
Fonte: Autor.

As curvas de transformação martensítica na temperatura criogênica apresentaram boa aderência aos resultados experimentais quando as deformações verdadeiras são superiores a 0,03. O coeficiente de correlação linear entre as duas curvas foi calculado para as séries UNS S30100 e UNS S32100 e apresentou valores de  $R^2 = 0,991$  e  $R^2 = 0,992$  respectivamente. Porém, cabe ressaltar que em deformações muito baixas há um afastamento da curva experimental, provavelmente advindo da ausência de patamar superior de fração de martensita transformada ( $f_s$ ), o que dificulta a definição dos demais parâmetros descritores das curvas empíricas.

Observando a Figura 51, é possível comparar ambas as séries e verificar que a UNS S30100 forma martensita mais prontamente. Este fenômeno está relacionado à energia de falha de empilhamento. Um valor baixo desta energia indica que é mais fácil formar bandas de escorregamento. Esta, por sua vez, age como sítios para nucleação da fase martensita  $\alpha'$ , facilitando sua nucleação e crescimento. De fato, observando os resultados da Tabela (11), obtida através de fórmulas empíricas, nota-se que a energia de falha de empilhamento é menor para série UNS 30100 indicando que esta seja mais instável que a UNS S32100. O mesmo fenômeno pode ser observado a temperatura ambiente como mostra a Figura 52, mas menos

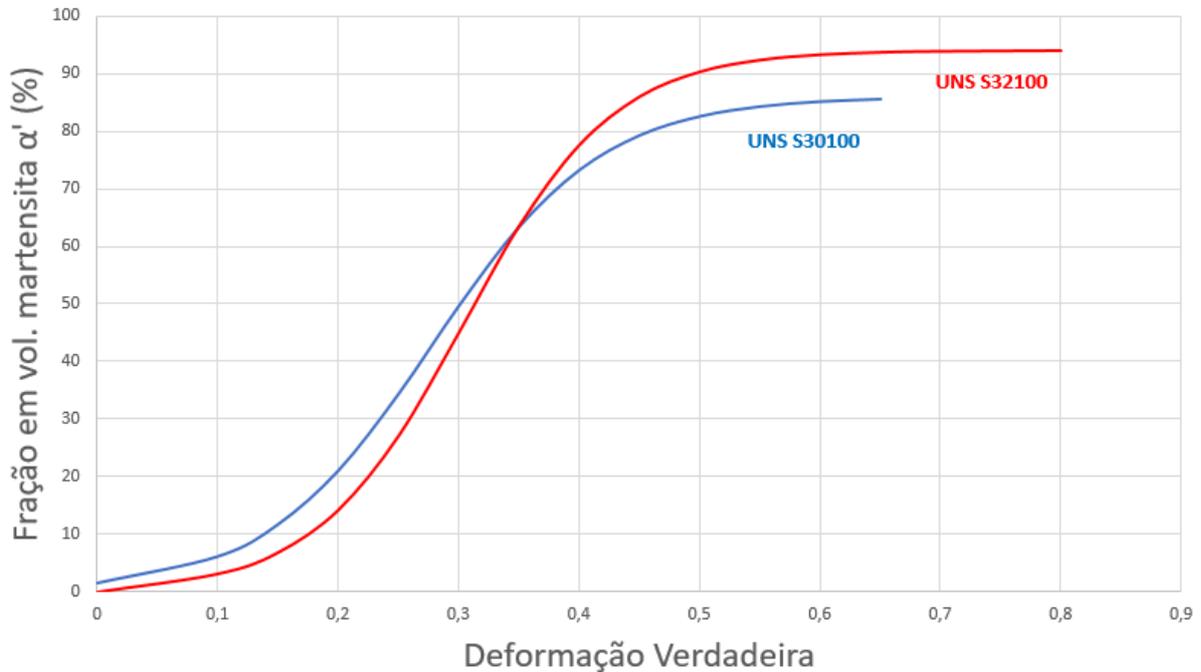
pronunciado. Porém, na série UNS S32100 foi possível obter uma maior fração de martensita  $\alpha'$  em ambas as temperaturas. Esta diferença pode ser explicada pois nesta série foi possível realizar uma deformação verdadeira superior àquela da série UNS S30100. Esta, por sua vez, forma mais prontamente as bandas de escorregamento que são defeitos que dificultam o escorregamento das discordâncias, endurecendo o material mais rápido, tornando mais difícil sua deformação à altas taxas.

Figura 51 – Curva empírica de evolução da TMID para as séries UNS S30100 e UNS S32100 na temperatura criogênica



Fonte: Autor.

Figura 52 – Curva empírica de evolução da TMID para as séries UNS S30100 e UNS S32100 na temperatura ambiente



Fonte: Autor.

## 5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DOS AÇOS AUSTENÍTICOS UNS S30100 E UNS S32100

Após sofrer deformação plástica no laminador, as mostras foram submetidas a difração de raios-X com o intuito de verificar as fases presentes. Foram realizados ensaios de difração nas amostras deformadas na temperatura ambiente e criogênica (-196°C).

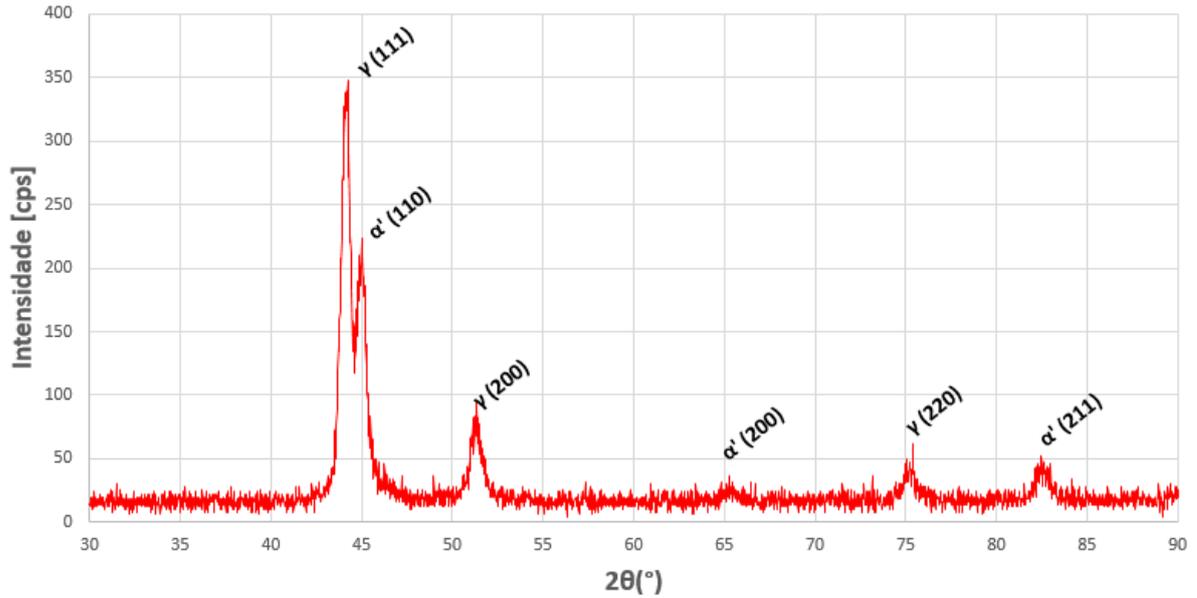
Os resultados são mostrados nas Figuras 53 à 58 para a série UNS S30100 na temperatura ambiente e as Figuras 59 à 64 são referentes à série UNS S32100 também na temperatura ambiente.

### 5.5.1 Difractogramas na temperatura ambiente

Os difratogramas foram obtidos com fonte de radiação de Cu-K $\alpha$  com varredura de 1°/min e mostram a evolução da formação da fase martensita  $\alpha'$  com consumo da fase austenita  $\gamma$ . Os picos observados são característicos da austenita  $\gamma$  referente aos planos (111), (200) e (220) e os picos característicos da ferrita/martensita são (110), (200) e (211). Inicialmente, ambas as séries de aços apresentam certa quantidade de martensita  $\alpha'$ , bastante reduzidas como

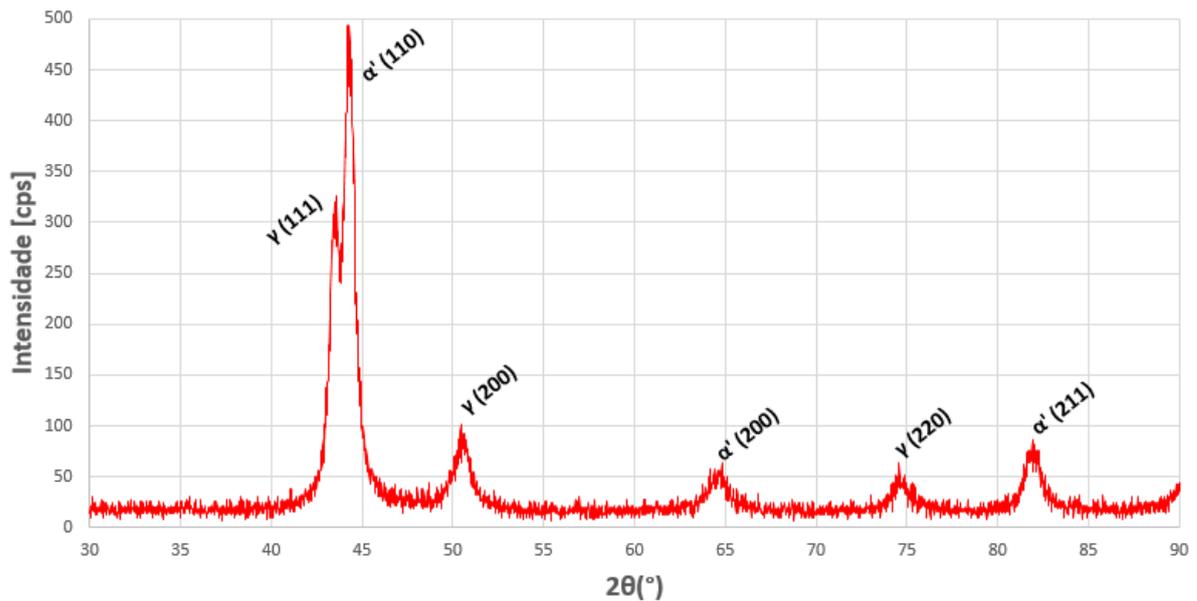
mostrado nos itens anteriores, que possivelmente foi introduzida devido a deformações durante o processo de lixamento para retirada do óxido da superfície.

Figura 53 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 tratada termicamente sem deformação.



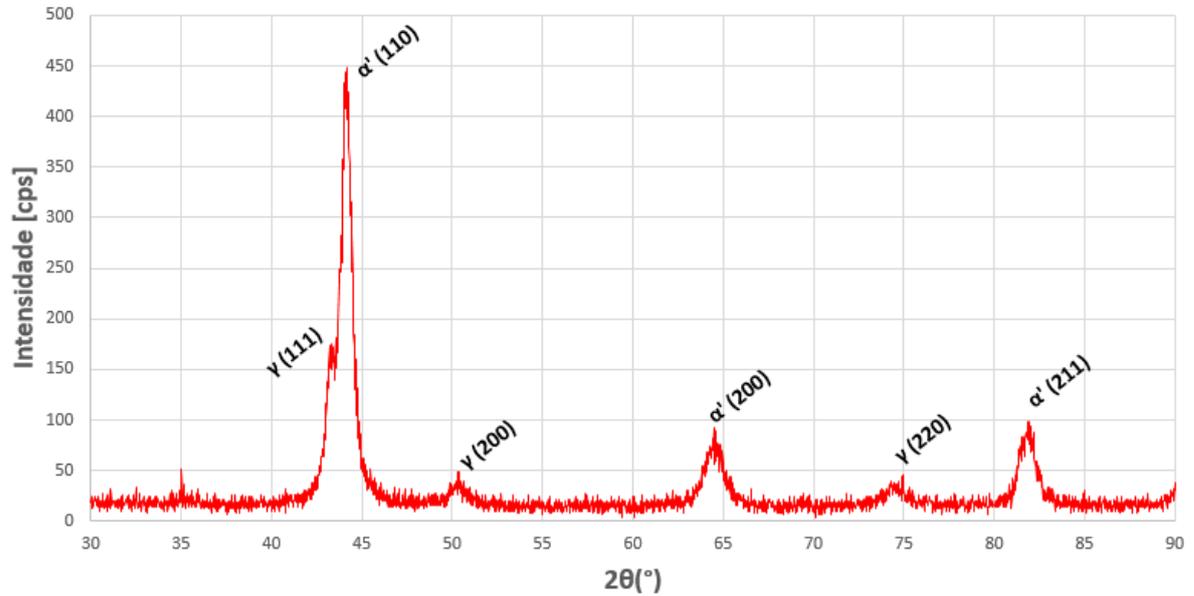
Fonte: Autor.

Figura 54 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,163mm na laminadora na temperatura ambiente



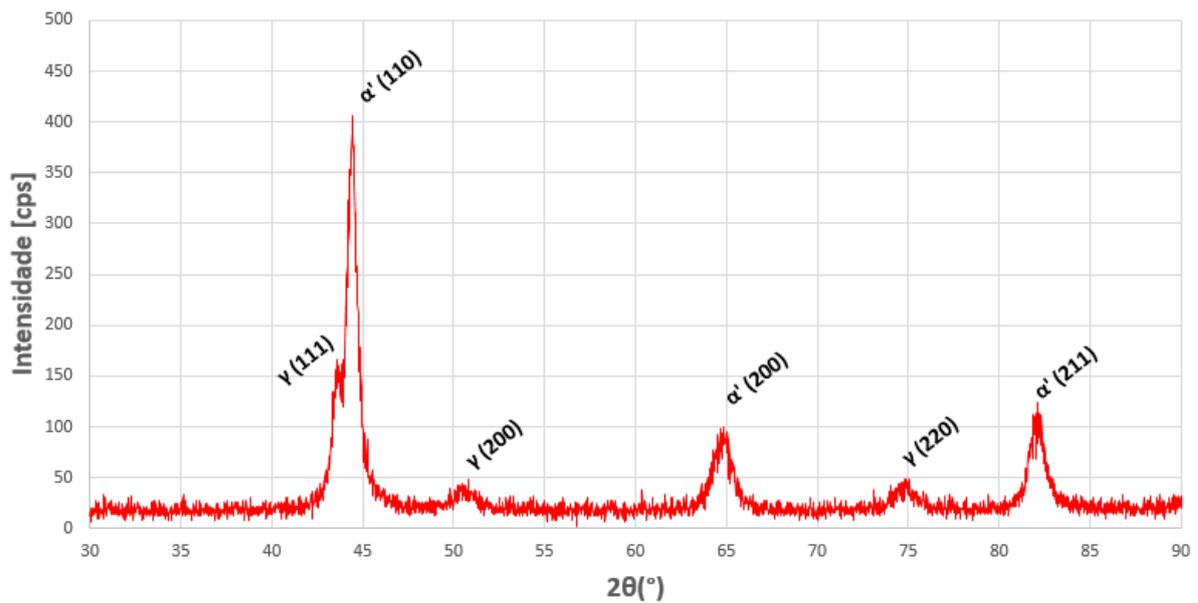
Fonte: Autor.

Figura 55 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,247 na laminadora na temperatura ambiente



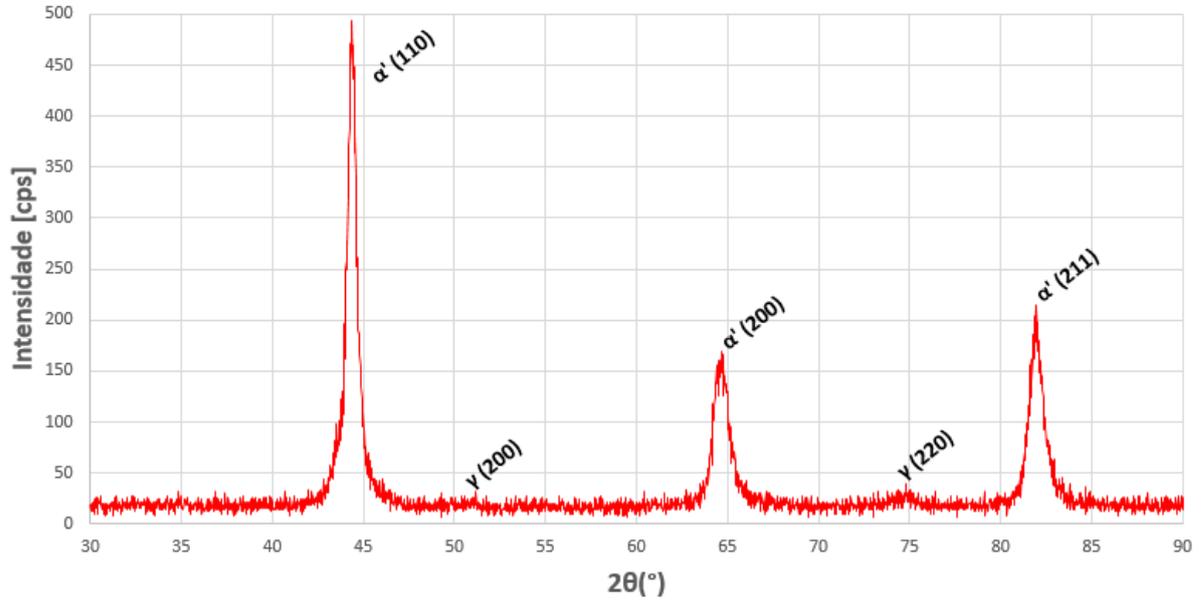
Fonte: Autor.

Figura 56 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,283 na laminadora na temperatura ambiente



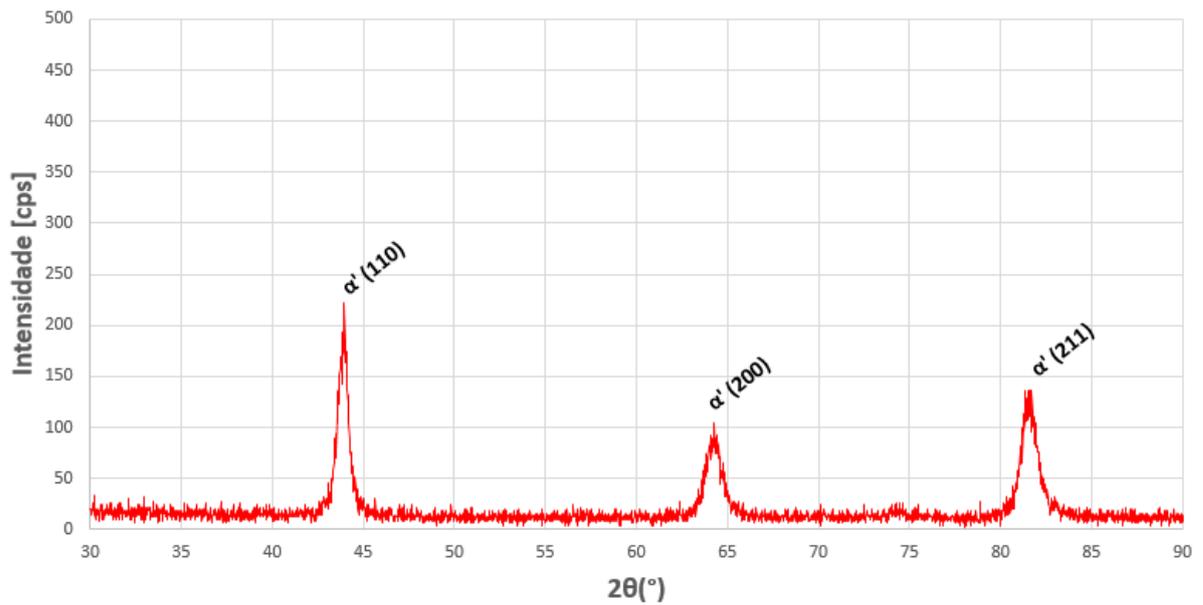
Fonte: Autor.

Figura 57 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,462 na laminadora na temperatura ambiente



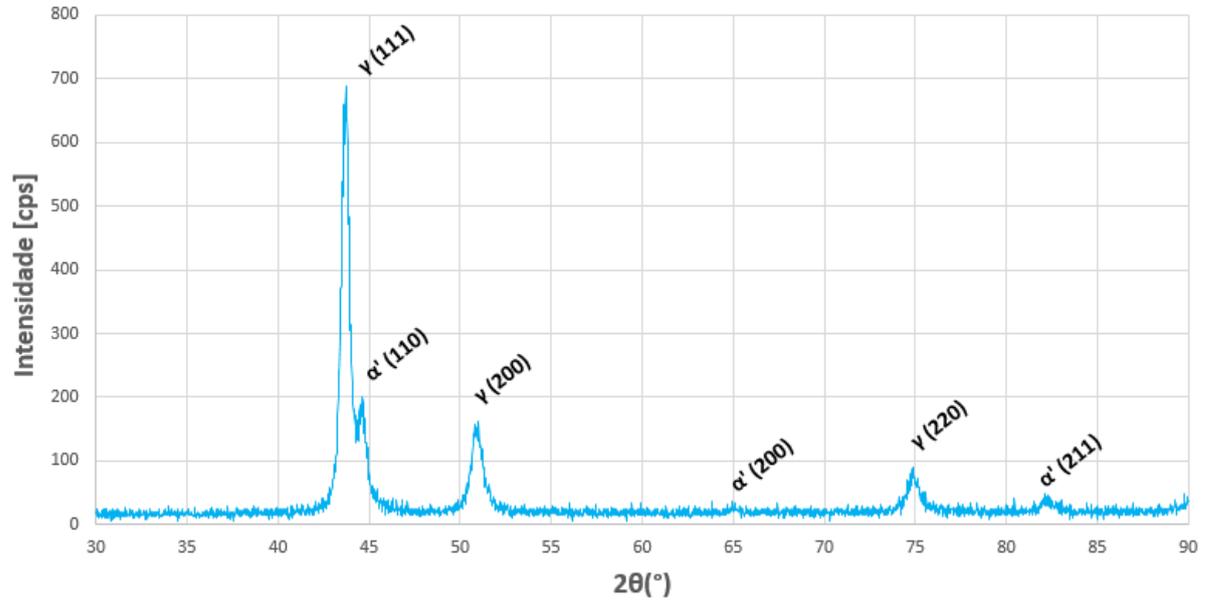
Fonte: Autor.

Figura 58 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,627 na laminadora na temperatura ambiente



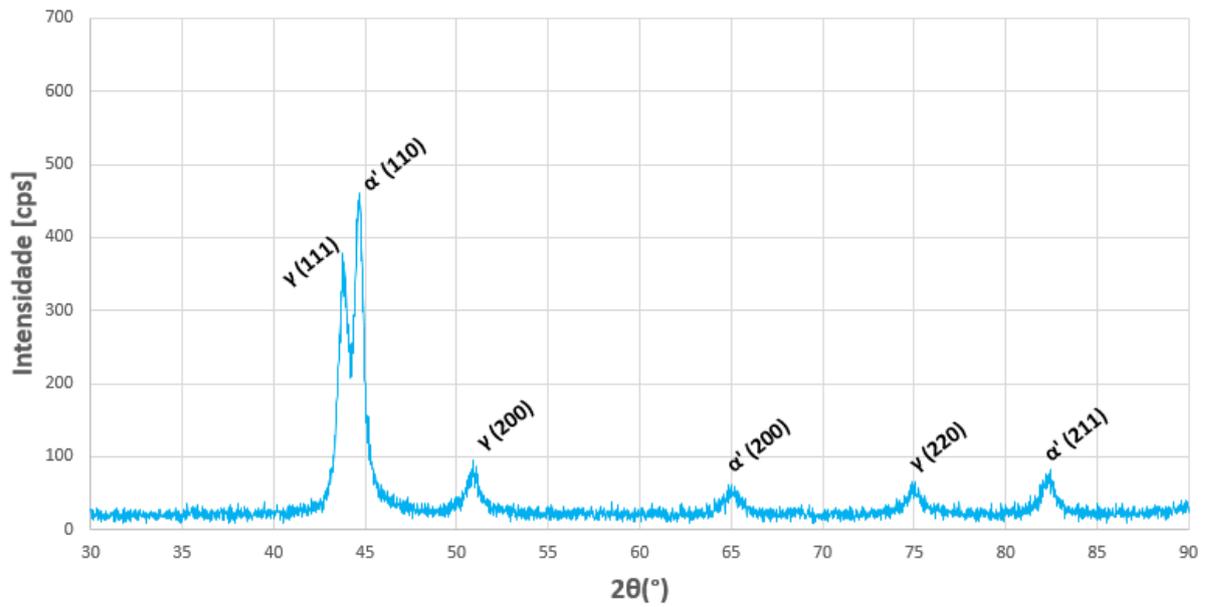
Fonte: Autor.

Figura 59 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 tratada termicamente sem deformação



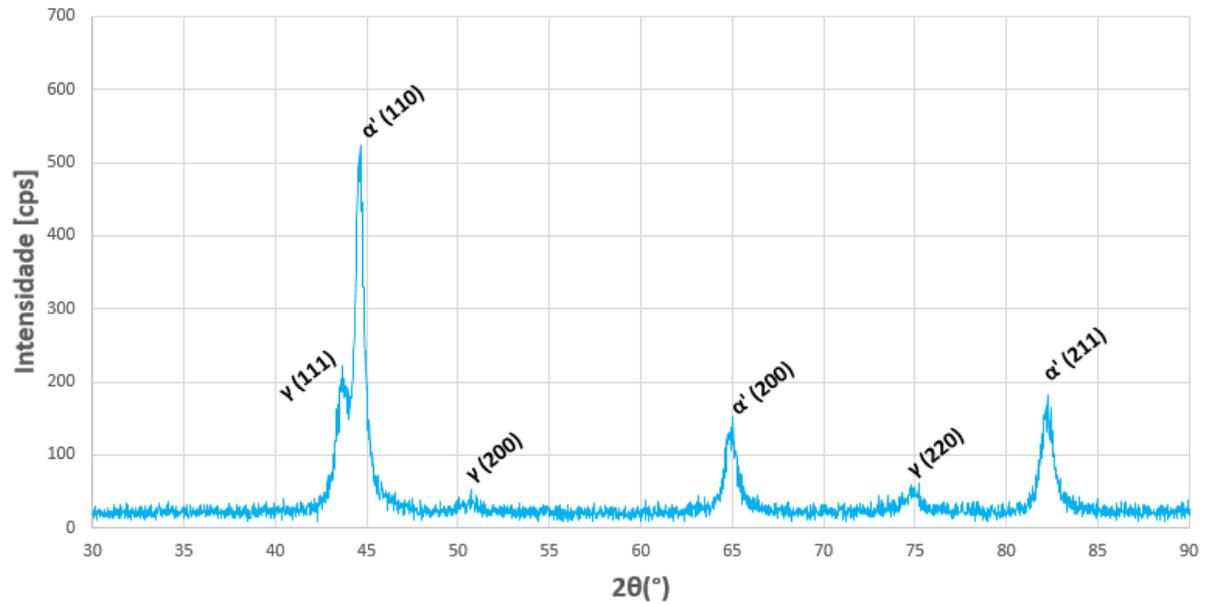
Fonte: Autor.

Figura 60 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,171 na laminadora na temperatura ambiente



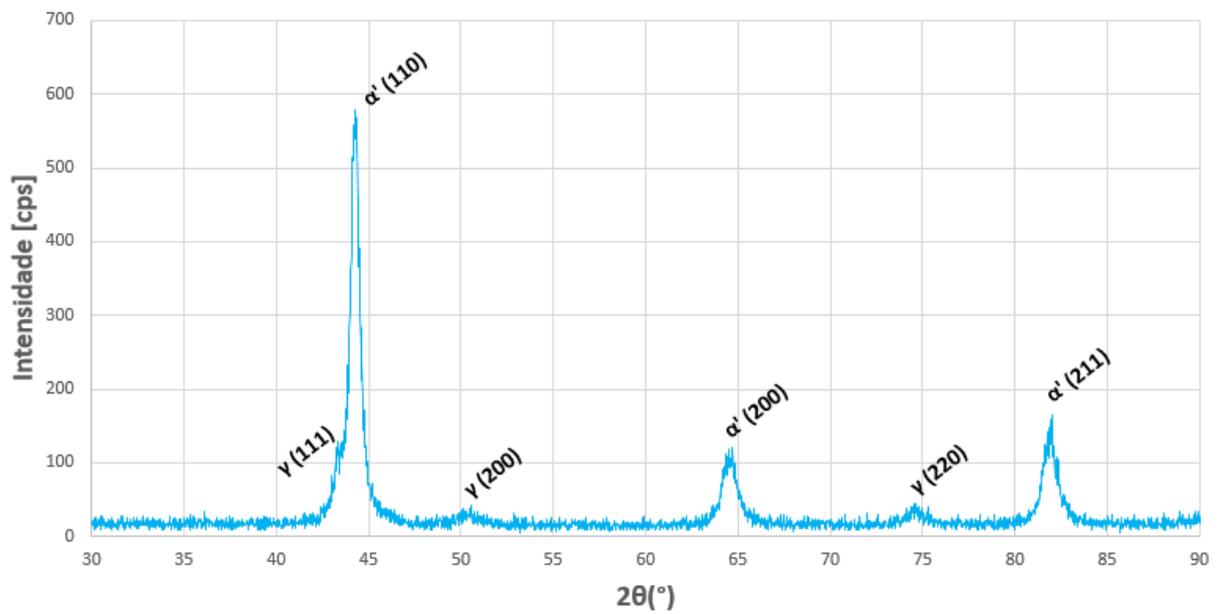
Fonte: Autor.

Figura 61 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,278 na laminadora na temperatura ambiente



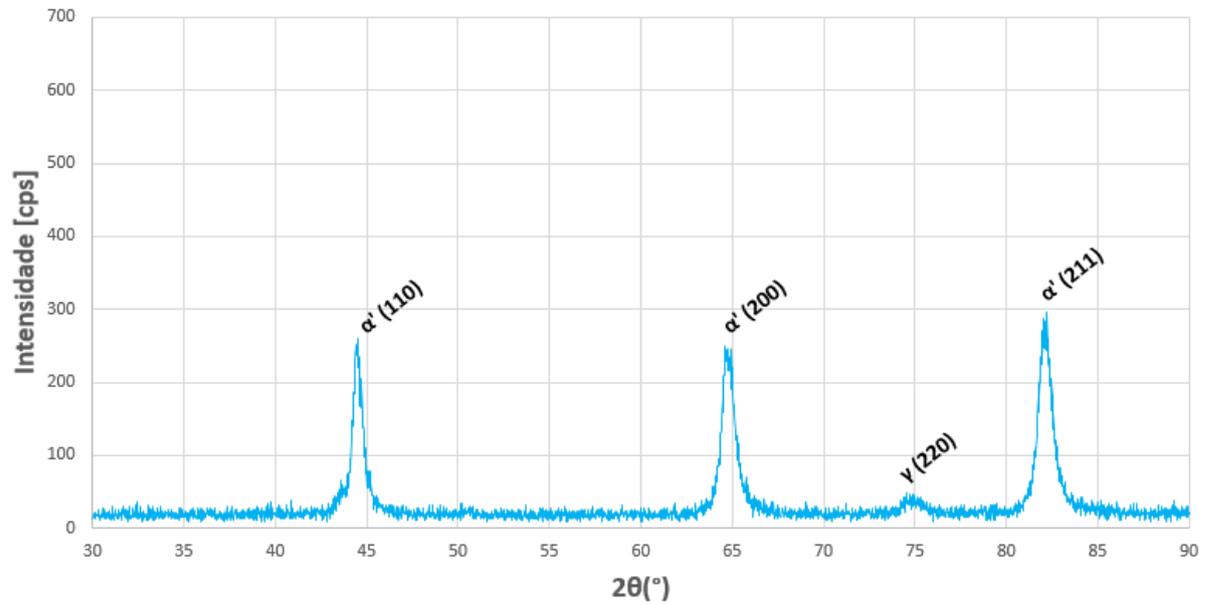
Fonte: Autor.

Figura 62 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,336 na laminadora na temperatura ambiente



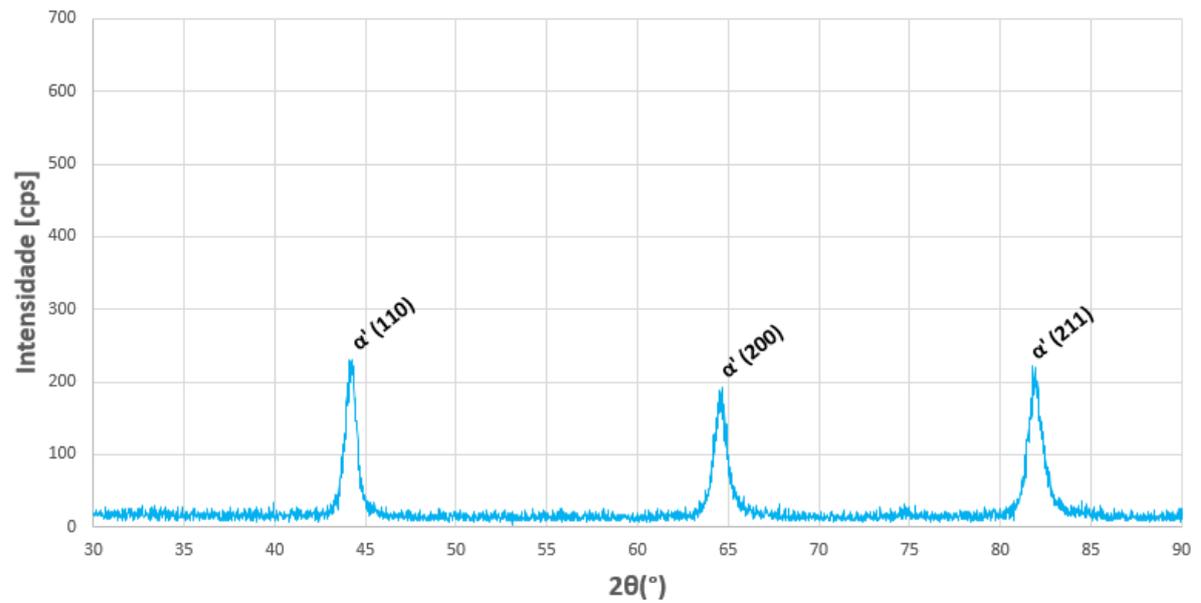
Fonte: Autor.

Figura 63 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,665 na laminadora na temperatura ambiente



Fonte: Autor.

Figura 64 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,783 na laminadora na temperatura ambiente



Fonte: Autor.

Observando as Figuras 53 à 64, nota-se claramente que a transformação de fase  $\gamma - \alpha'$  acontece com o aumento de número de passes. Os picos referentes à austenita  $\gamma$  vão diminuindo, dando lugar aos picos de martensita  $\alpha'$ . Ao ser submetida a mais passes na laminadora, os picos referentes à austenita  $\gamma$  vão desaparecendo, restando somente picos de martensita  $\alpha'$ . Observando os gráficos pode-se concluir que a transformação de fase  $\gamma - \alpha'$  ocorreu com 100% da formação desta última. Porém, cabe ressaltar que à medida que as chapas sofrem deformação plástica através de passes sucessivos, há formação de textura o que dificulta sua quantificação. Por exemplo, ao ser submetidas à 5 passes, ambas as séries de aços inoxidáveis apresentam somente picos de martensita  $\alpha'$ , todavia, as intensidades captadas são muito inferiores àquelas observadas nas amostras recebidas. Além disso, conforme a deformação prossegue, há um alargamento dos picos de difração. Assim, a quantificação das fases pela difração de raios-X é bastante difícil. Essa dificuldade na quantificação das fases após sofrerem deformação também foram descritas por Aguiar et al (2019) e Aguiar et al (2020).

Os ensaios magnéticos indicam a máxima presença de 89,94% vol. martensita para a série UNS S32100 e 86,39% vol. martensita para série UNS S30100 após deformação na temperatura ambiente. Embora não seja possível a quantificação exata da fase  $\alpha'$  através da integração dos picos de difração, é certo concluir que houve a transformação majoritária de austenita  $\gamma$  em martensita  $\alpha'$ , indicado pela diminuição dos picos da primeira e pelo aumento dos picos da última.

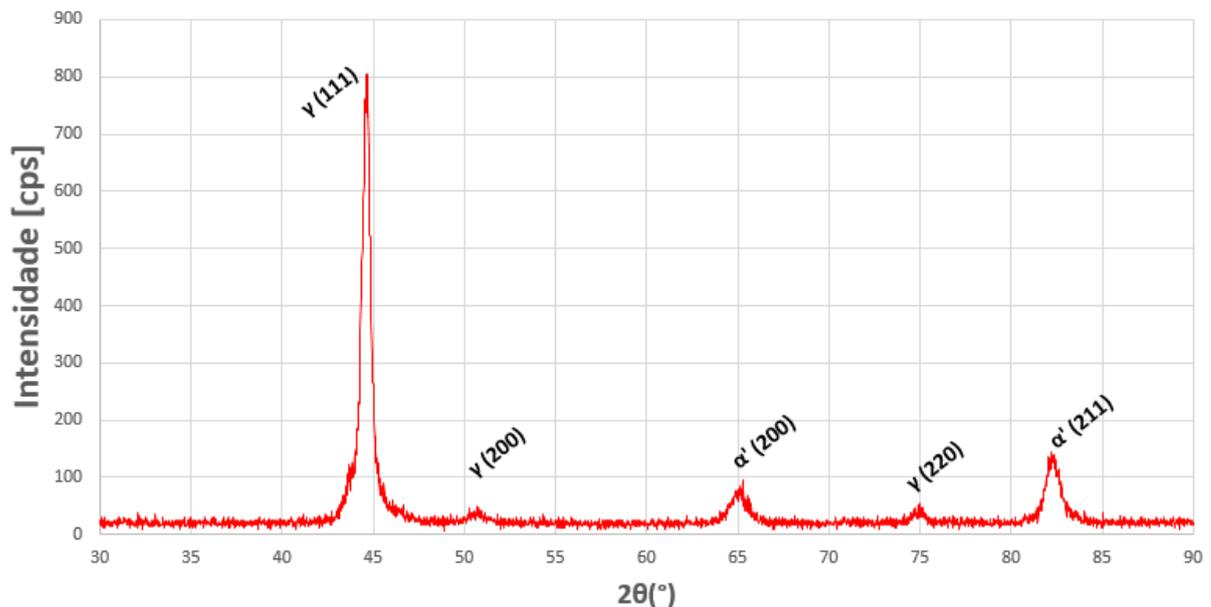
Observando as Figuras 53 à 64 nota-se a ausência de picos de martensita  $\epsilon'$ , como exemplificado no difratograma da Figura 29 de uma aço AISI 301LN; a detecção desta fase naquela referência (Talonen; Hanninen, 2007) foi obtida utilizando irradiação de alta energia com fonte de  $\text{Co-K}\alpha$ . Hedström (2005) ensaiou amostras de aço austenítico AISI 301LN e verificou que ambas martensitas  $\epsilon'$  e  $\alpha'$  são formadas ao impor deformação às amostras, porém, a fração em volume de primeira é bastante inferior a última. Nestes ensaios, a fração em volume da martensita  $\epsilon'$  não ultrapassou 5%. Acredita-se que a alta densidade de discordâncias imposta na laminação leva a dificuldade nos processos de maclação necessários à formação de martensita  $\epsilon$ , ocorrendo assim a formação preponderante da fase  $\alpha'$ . Isto confirma apenas a identificação de picos de  $\gamma$  e/ou  $\alpha'$  nos difratogramas apresentados.

### 5.5.2 Difratogramas na temperatura criogênica (-196°C)

Os difratogramas foram obtidos com fonte de radiação de Cu-K $\alpha$  com varredura de 1°/min e mostram a evolução da formação da fase martensita  $\alpha'$  em detrimento da fase austenita  $\gamma$ . Os picos observados são característicos da austenita  $\gamma$  referente aos planos (111), (200) e (220) e os picos característicos da ferrita/martensita são (110), (200) e (211). Inicialmente, ambas as séries de aços apresentam certa quantidade de martensita  $\alpha'$ , que como já mencionado possivelmente foi introduzida devido a deformações durante o processo de fabricação das peças ou mesmo durante o lixamento para retirada do óxido da superfície.

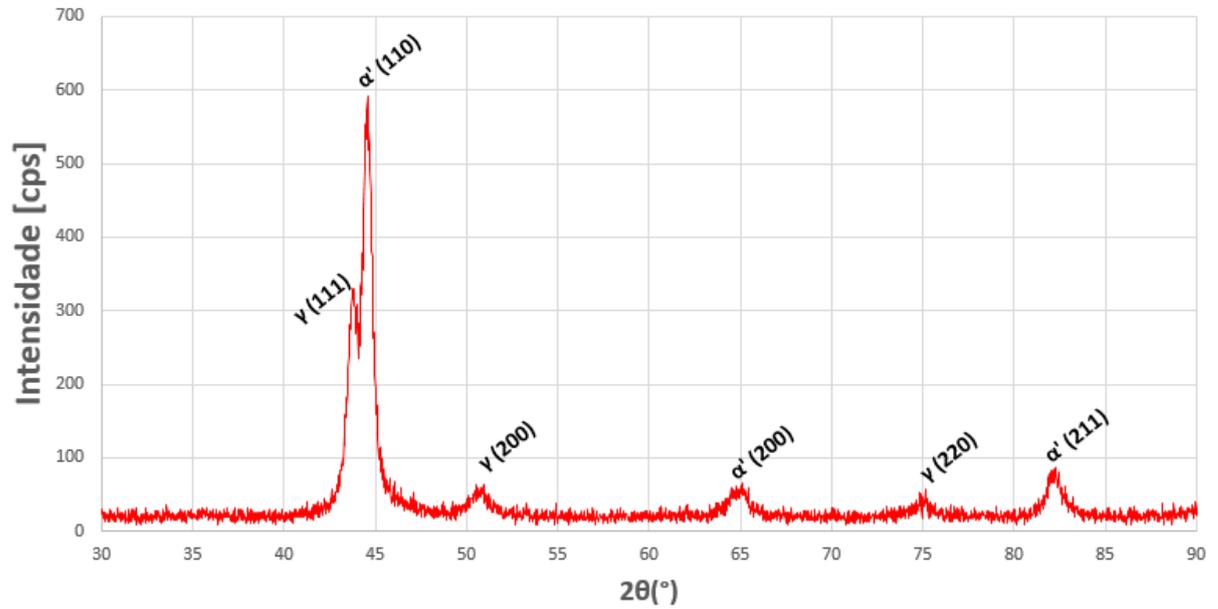
A principal característica verificada quando há um aporte químico de energia em comparação com a transformação apenas com o aporte mecânico oriundo da deformação plástica, é o fato de possibilitar a formação da fase martensita  $\alpha'$  em baixas deformações. Este fenômeno comprova a influência do aporte químico na TMID.

Figura 65 – Difratograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,042 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



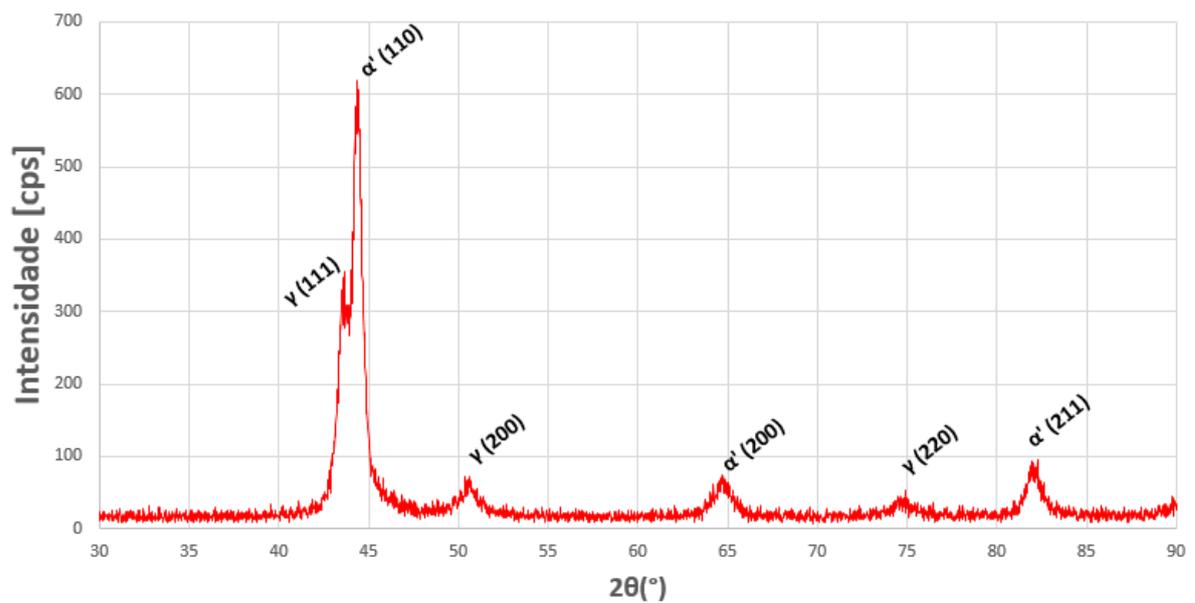
Fonte: Autor.

Figura 66 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,056 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



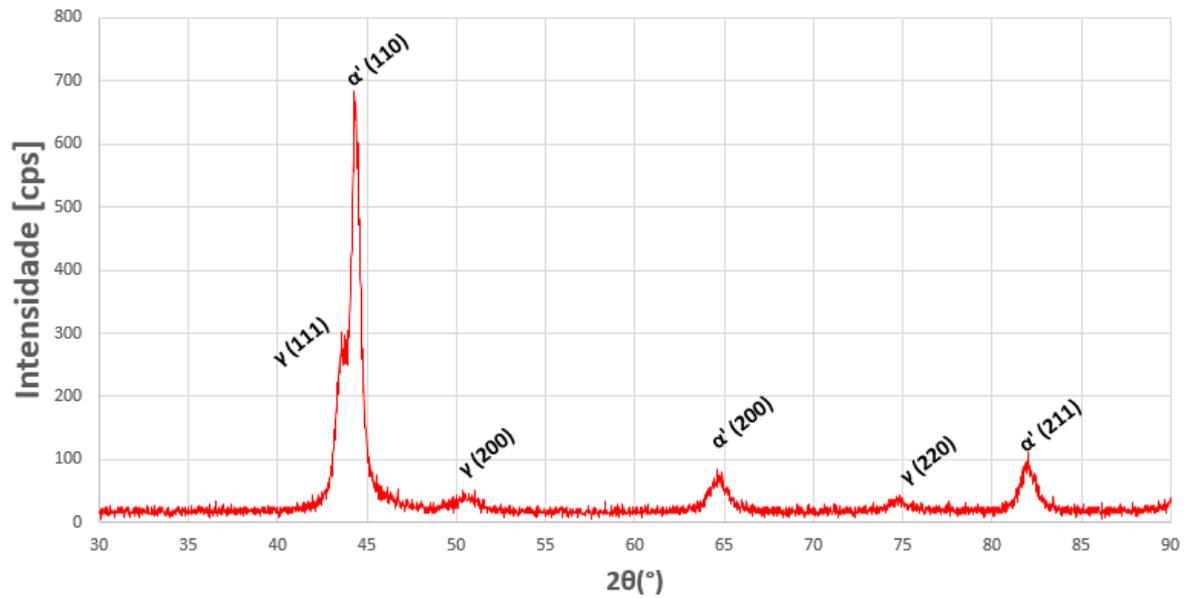
Fonte: Autor.

Figura 67 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,116 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



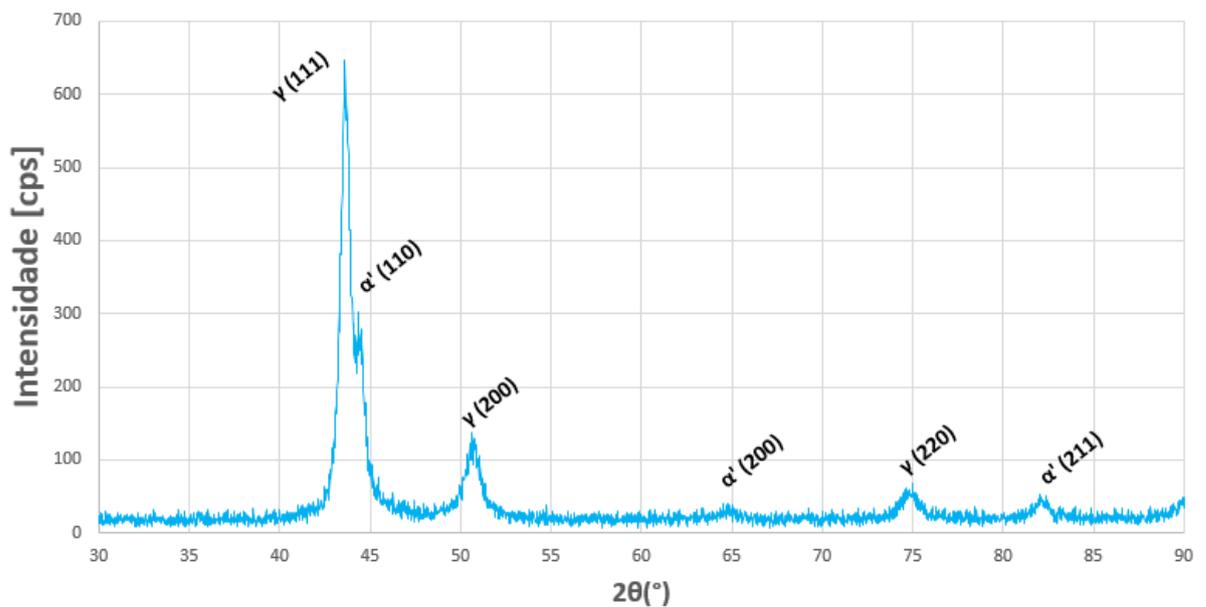
Fonte: Autor.

Figura 68 – Difratoograma da amostra da série UNS S30100 com deformação verdadeira de 0,116 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



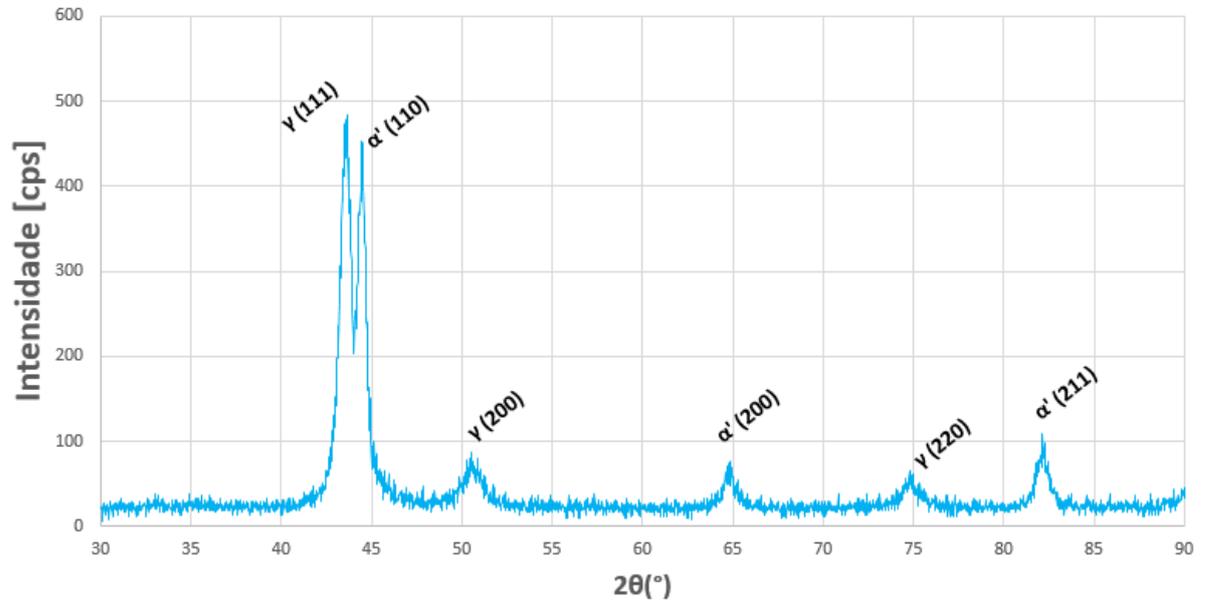
Fonte: Autor.

Figura 69 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,074 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



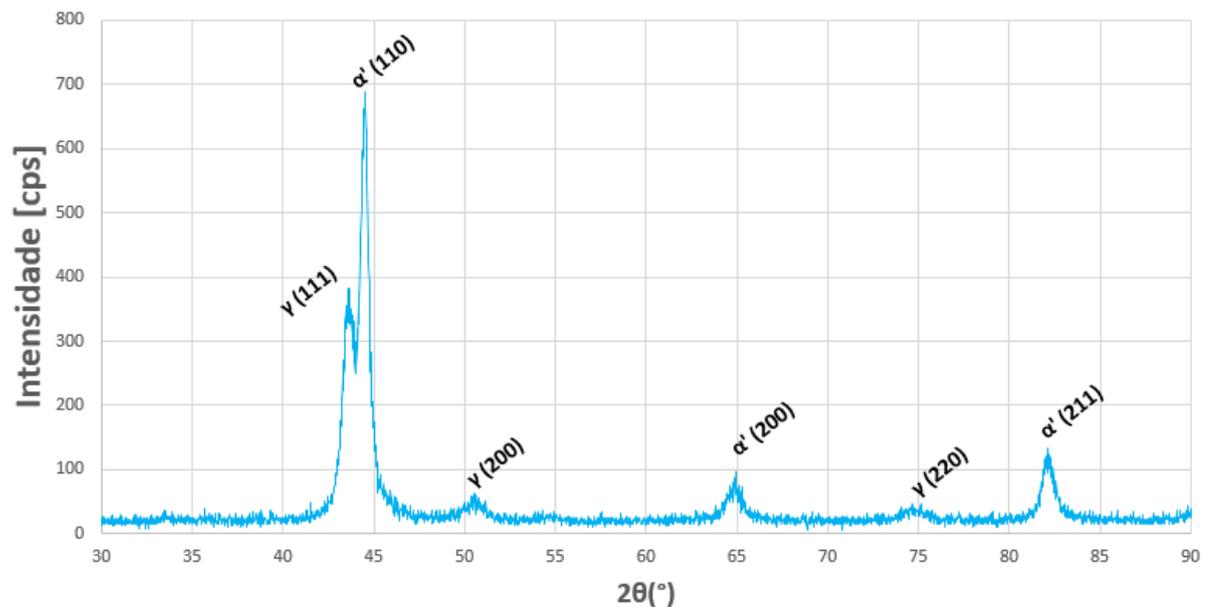
Fonte: Autor.

Figura 70 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,138 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



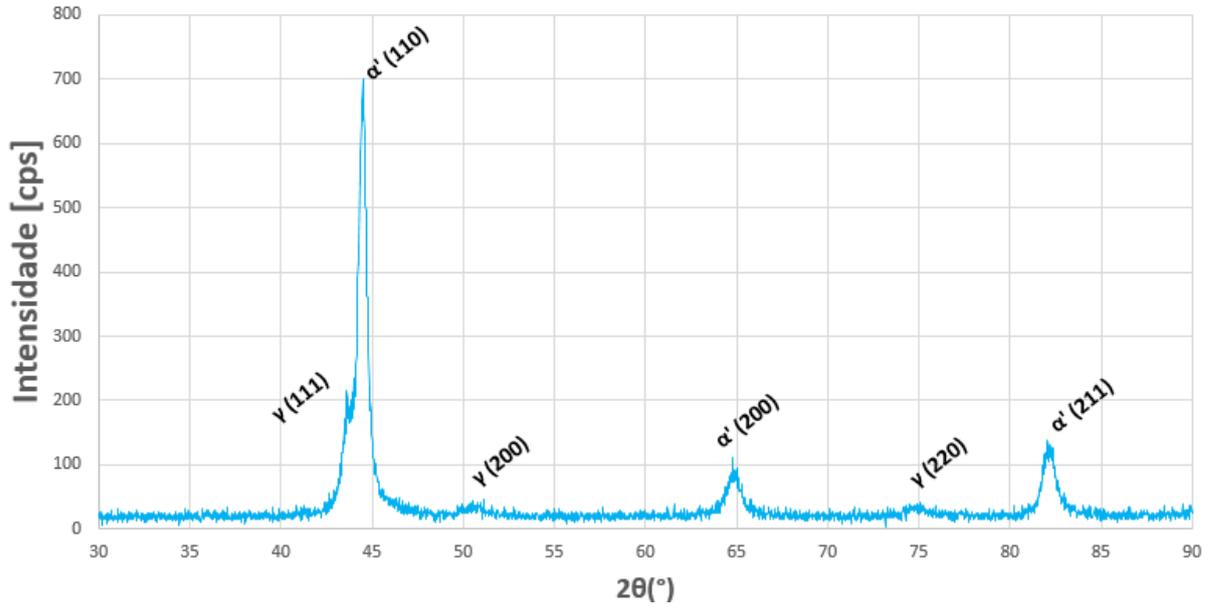
Fonte: Autor.

Figura 71 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,138 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



Fonte: Autor.

Figura 72 – Difratoograma da amostra da série UNS S32100 com deformação verdadeira de 0,205 na laminadora na temperatura criogênica (-196°C)



Fonte: Autor.

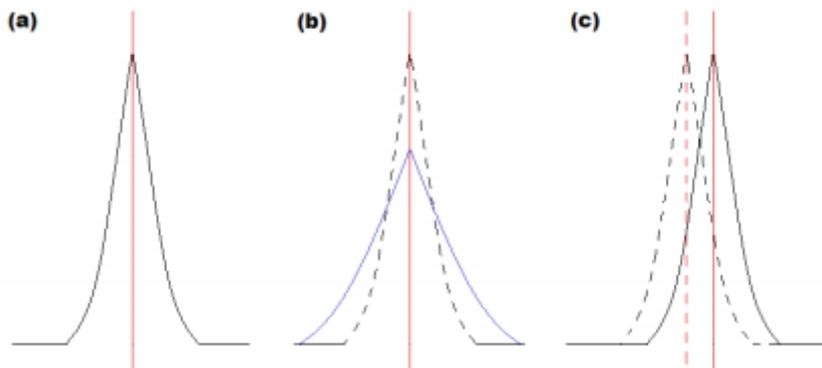
Observando nos difratogramas de ambas as séries de aços inoxidáveis, quando aplicado a primeira deformação na laminadora os picos de martensita  $\alpha'$  são de baixa intensidade, sugerindo que o aporte de energia química somente não seria capaz de formar uma quantidade em volume de  $\alpha'$  representativa. Antes e após cada passe na laminadora as amostras eram imersas em nitrogênio líquido. Para ambas as séries, os picos de martensita  $\alpha'$  se tornam esbeltos à medida que as deformações sucessivas acontecem. O aumento prossegue até que quase toda austenita seja transformada em martensita. De fato, as temperaturas de início da transformação martensítica  $M_s$ , como visto anteriormente, é de -195°C para série UNS S32100 que é praticamente a mesma temperatura do nitrogênio líquido (-196°C). Assim, não era esperado encontrar martensita nesta liga somente com o aporte de energia química. Por outro lado, a série UNS S30100 apresenta uma temperatura  $M_s$  de aproximadamente -142°C como visto anteriormente. Observando os difratogramas desta série, com uma pequena deformação os picos de martensita  $\alpha'$  se apresentam de forma bastante tímida indicando que pouca transformação ocorreu. Com mais um passe na laminadora, os picos de  $\alpha'$  saltam para níveis bastante elevados. Esse comportamento sugere que o aporte químico somente não seria capaz da transformação  $\gamma$ - $\alpha'$  ocorrer de forma representativa também nesta liga, mas é fundamental para impulsionar a TMID. Dessa maneira, embora a temperatura na qual foi submetida a liga

esteja abaixo da temperatura de início da transformação  $\gamma$ - $\alpha'$ , apenas o aporte químico fornecido não foi capaz de apresentar uma quantidade importante de  $\alpha'$ .

### 5.5.3 Distorções nos picos de difração

Os picos de difração sofrem distorções de acordo com o tipo de deformação que está presente na amostra. A Figura 73 mostra os tipos de alteração que sofrem os picos. Em (a) tem-se o pico de difração da amostra livre de defeitos, (b) tem-se um alargamento por deformação (*strain broadening*) em um pico de difração causado por defeitos unidimensionais, como as discordâncias, onde nota-se a redução da intensidade do pico com o aumento de seu alargamento e em (c) tem-se um *strain broadening* causado por defeitos planares, como as maclas, onde nota-se o deslocamento do pico.

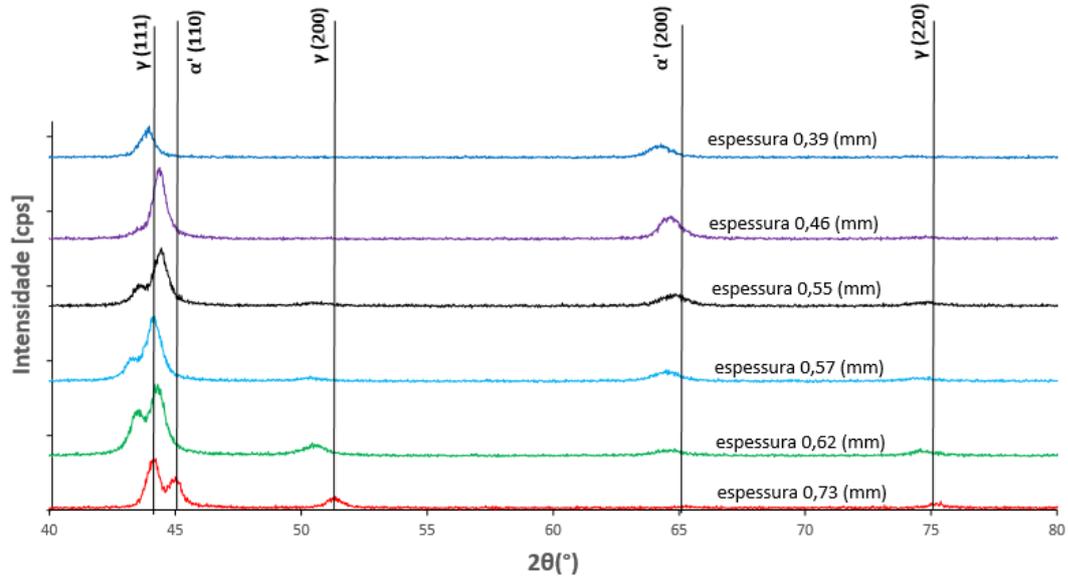
Figura 73 – Tipos de *strain broadening* em um pico de difração



Fonte: Viana, 2018

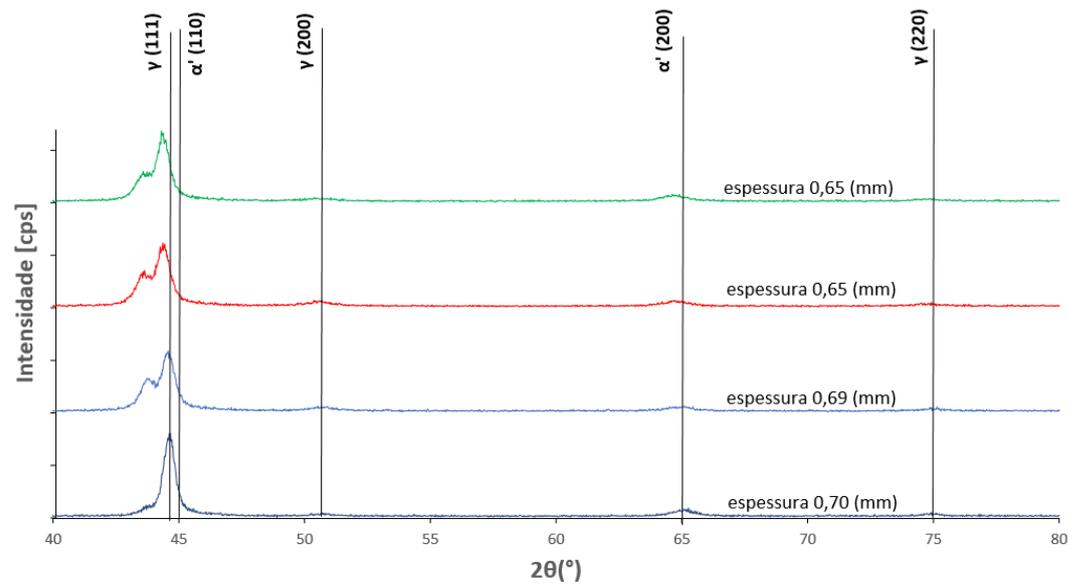
Os difratogramas de ambas as séries UNS S30100 e UNS S32100 foram sobrepostos e são mostrados nas Figuras 74 a 77.

Figura 74 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S30100 na temperatura ambiente



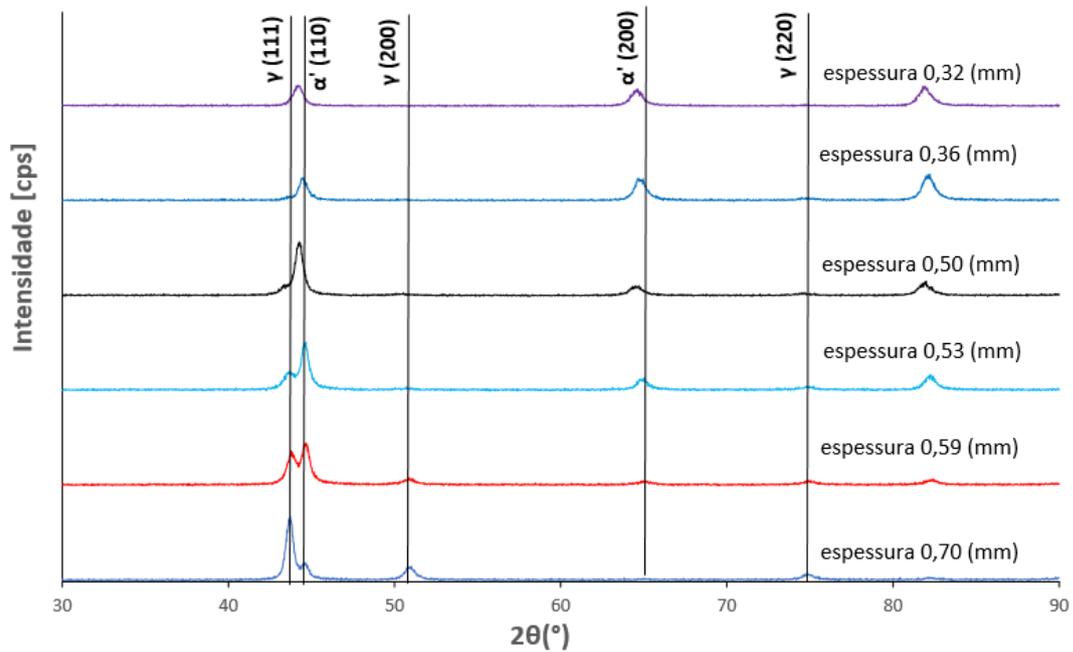
Fonte: Autor.

Figura 75 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S30100 na temperatura criogênica



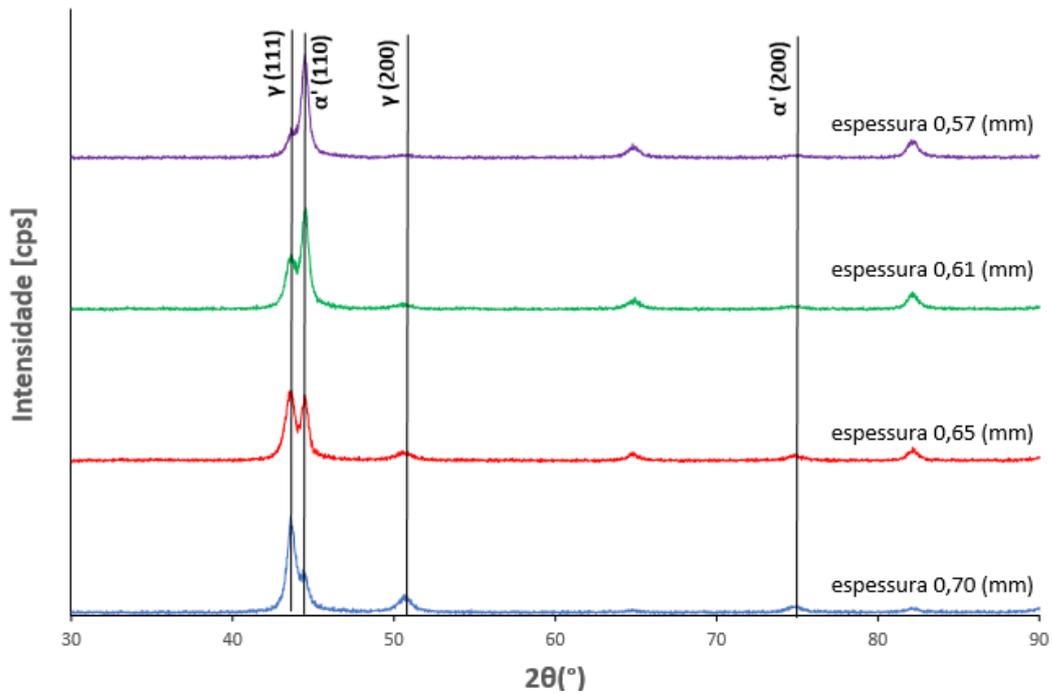
Fonte: Autor.

Figura 76 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S32100 na temperatura ambiente



Fonte: Autor.

Figura 77 – Comparação da evolução dos picos de difração da série UNS S32100 na temperatura criogênica



Fonte: Autor

Observando os difratogramas de ambas as séries de aços na temperatura ambiente, é notável que os picos de difração referentes a fase martensita  $\alpha'$  (110) e (200) e da fase austenita  $\gamma$  (111), (200) e (220) foram deslocados para esquerda à medida que avança a deformação nas amostras. Este fenômeno indica a formação de maclas. Também é possível notar um alargamento dos picos ao mesmo tempo que aumenta a deformação plástica, além da redução da altura dos picos indicando a presença de grande deformação e alta densidade de discordâncias. A formação da martensita  $\varepsilon$  é potencializada pela baixa deformação e pela existência de maclas, por outro lado, a alta concentração de discordâncias dificulta a formação desta ao passo que auxilia a formação da martensita  $\alpha'$ . Foi observado que a fração em volume de  $\alpha'$  é muito superior à de  $\varepsilon$  (TALONEN; HANINNEN, 2007). De fato, as análises magnéticas indicam alta concentração de  $\alpha'$ , e as análises de DRX não indicam a formação de  $\varepsilon$ , o que permite concluir que a formação deste tipo de martensita, se ocorreu, poderia ser negligenciada.

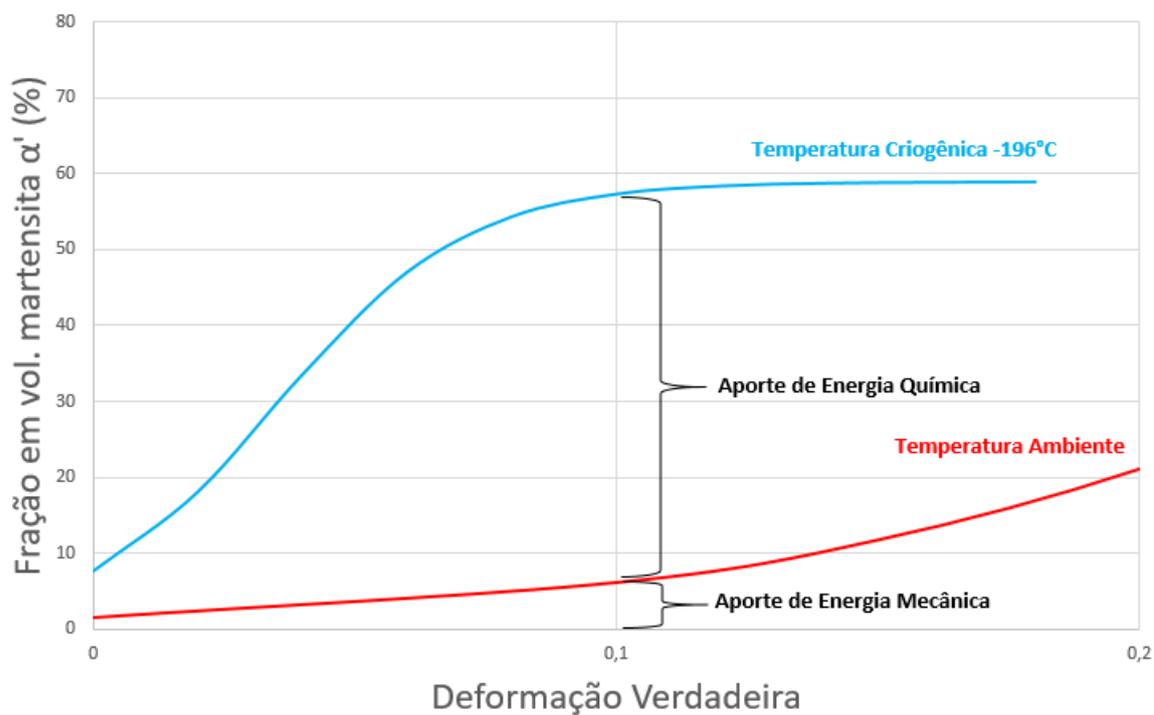
## 5.6. INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NA TMID

É possível comparar a influência do potencial termodinâmico na TMID para uma dada taxa de deformação. A influência da deformação e da temperatura são mostradas na Figura 78 para o aço UNS S30100. Considerando uma deformação verdadeira constante de 0,10, foi possível verificar a influência do aporte químico fornecido através do resfriamento criogênico na TMID, já que este aumentou consideravelmente a fração em volume de martensita obtida em baixa deformação. Considerando somente o aporte mecânico, a fração em volume de  $\alpha'$  obtida na deformação verdadeira de 0,10 é cerca de 8%. Adicionando o aporte de energia química e mantendo constante o aporte de energia mecânica com deformação verdadeira de 0,10 a fração em volume obtida salta para 58% como pode ser observado na Figura 78.

O mesmo efeito pode ser observado para a série UNS S32100, como mostra a Figura 79. Para uma deformação verdadeira de 0,10, o aporte mecânico fornecido através da deformação plástica por laminação causou uma transformação  $\gamma$ - $\alpha'$  de cerca de 5% de fração em volume da fase  $\alpha'$ . Quando o aporte devido ao resfriamento é adicionado, mantendo constante o aporte mecânico, a fração em volume da fase  $\alpha'$  salta para 50%. Estes resultados observados nos experimentos confirmam a influência da temperatura na transformação  $\gamma$ - $\alpha'$ .

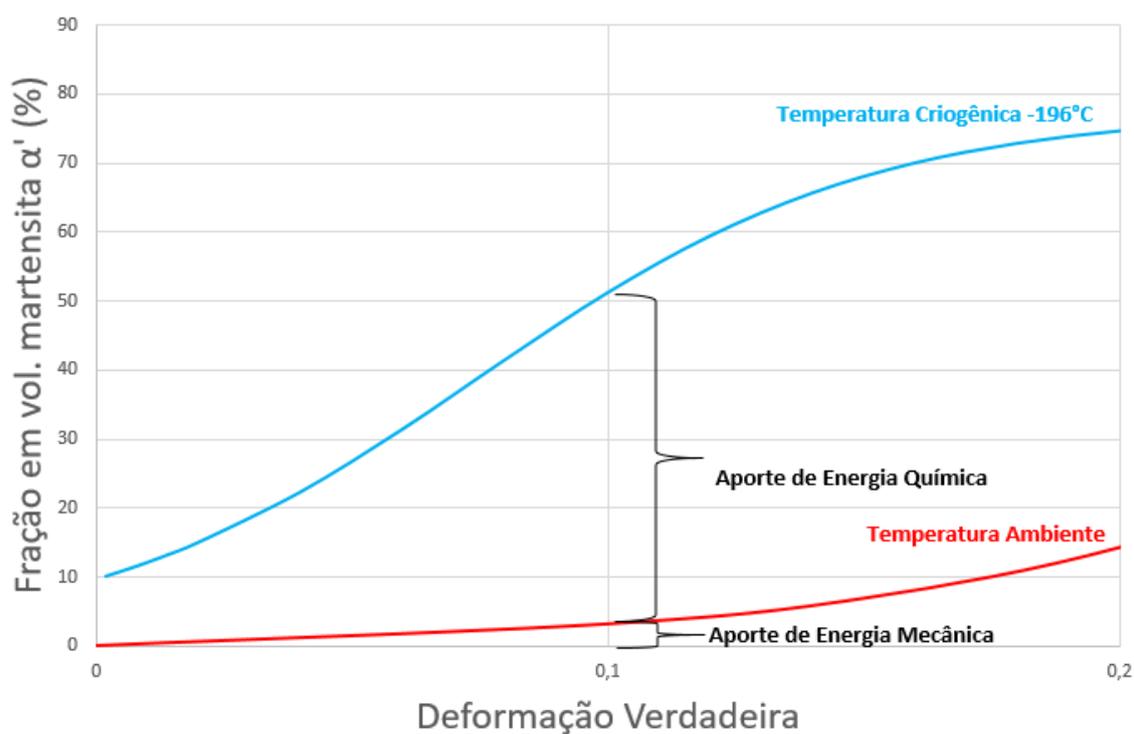
Uma outra forma de visualizar a transformação é plotando no mesmo gráfico as duas curvas empíricas: uma obtida com deformação plástica a temperatura ambiente e outra à temperatura criogênica, para um mesmo aço, como mostra as Figuras 80 e 81.

Figura 78 – Influência da temperatura e deformação imposta na TMID para série UNS S30100



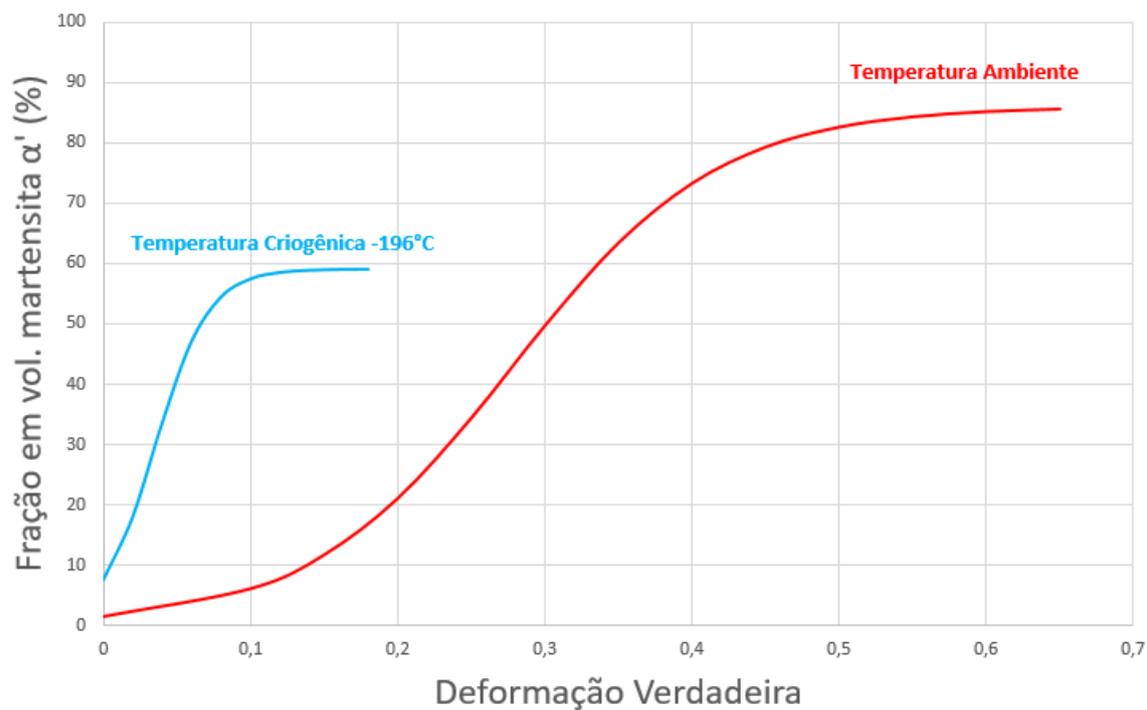
Fonte: Autor.

Figura 79 – Influência da temperatura e deformação imposta na TMID para série UNS S32100



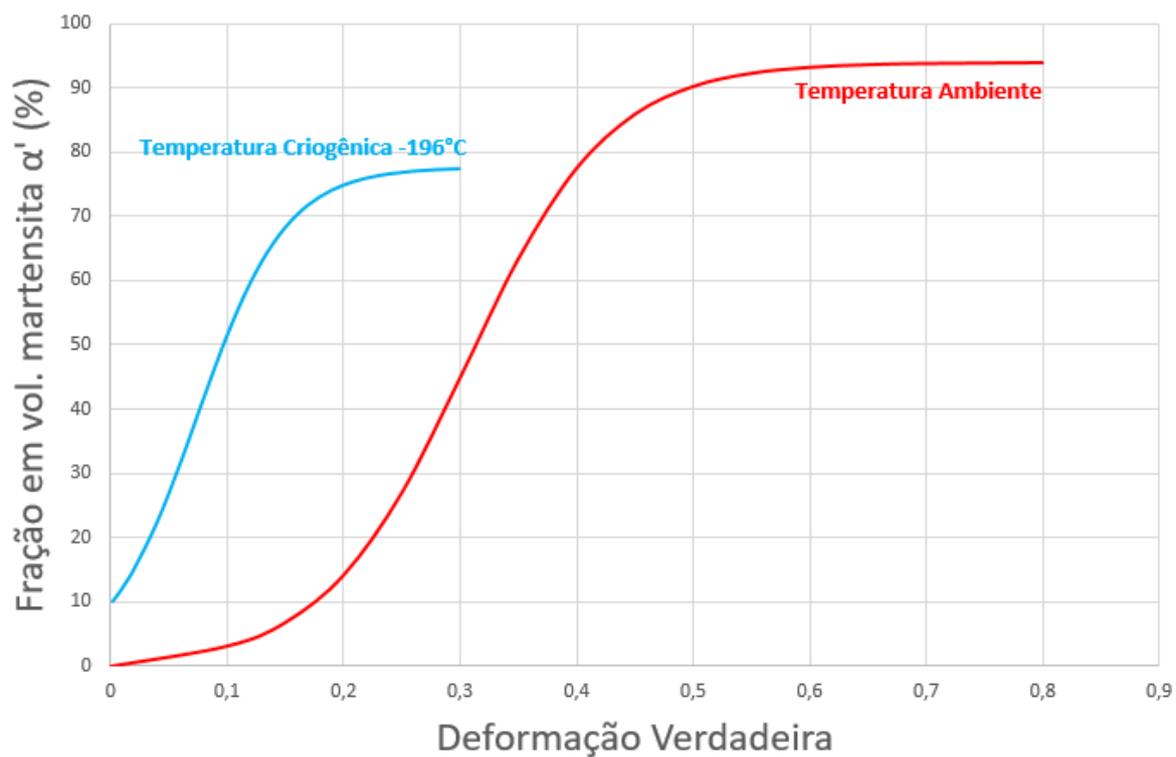
Fonte: Autor.

Figura 80 – Curvas empíricas para transformação da série UNS S30100 na temperatura ambiente e criogênica



Fonte: Autor.

Figura 81 – Curvas empíricas para transformação da série UNS S32100 na temperatura ambiente e criogênica



Fonte: Autor.

Embora seja necessária uma temperatura bastante baixa para obter a transformação  $\gamma$ - $\alpha'$ , quando combinados os efeitos da temperatura e da deformação plástica os resultados indicam que com baixas deformações é possível obter uma quantidade considerável de martensita  $\alpha'$ . Este fenômeno pode ser observado nas Figuras 78 a 81.

Ambas as séries apresentaram aumento na fração em volume de martensita  $\alpha'$ , porém, na série UNS S30100 esse volume foi superior àquele da série UNS S32100. Isso pode ser explicado pelo fato de que a série é mais instável e sofre transformação mais prontamente. Há várias maneiras de se determinar a instabilidade da liga. Uma delas é comparando a energia de falha de empilhamento  $\gamma^{300}$ . Esse parâmetro está relacionado com a facilidade de se obter bandas de escorregamento que são sítios importantes para formação da martensita  $\alpha'$ . Quanto mais baixa  $\gamma^{300}$ , mais fácil formá-las. Consequentemente, quanto mais baixa a energia de falha de empilhamento maior será a concentração de sítios para formação de  $\alpha'$ , fornecendo ambiente mais propício a nucleação e crescimento desta fase. De fato, a equação empírica (21) para prever  $\gamma^{300}$  em função da composição química da liga indica para a série UNS S30100 um valor de  $\gamma^{300} = 20,27 \text{ mJ.m}^{-2}$ . Este valor é inferior à da série UNS S32100 de  $\gamma^{300} = 23,51 \text{ mJ.m}^{-2}$ . O resultado obtido pela equação (21) está de acordo com os resultados apresentados, indicando a série UNS S30100 é mais instável que a UNS S32100.

Uma outra forma de determinar a instabilidade da liga é calculando a temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$ . Esta temperatura é obtida utilizando as equações (10) e (11) em função da composição química. A série UNS S30100 apresentou uma temperatura  $M_s$  mais alta para o início da transformação. Na prática, isso indica que é necessário um menor aporte de energia química para a transformação  $\gamma$ - $\alpha'$  ocorrer, indicando que a liga é mais instável.

## 6. CONCLUSÕES

Ambas as séries de aços inoxidáveis austeníticos estudadas, UNS S30100 e UNS S32100, apresentaram aumento na fração em volume de martensita  $\alpha'$  quando submetidas à deformação plástica tanto na temperatura ambiente quanto na criogênica ( $-196^{\circ}\text{C}$ ). Foi verificado que a série UNS S30100 responde mais prontamente à transformação de fase  $\gamma$ - $\alpha'$  do que a UNS S32100, sendo observado nos gráficos que a transformação com o aumento da deformação verdadeira ocorre já em baixas deformações para a primeira. Este fenômeno era esperado, uma vez que as fórmulas empíricas utilizadas para o cálculo da temperatura de início da transformação martensítica  $M_s$  indicavam que a série UNS S30100 possui um valor mais alto desta do que a série UNS S32100, o que indica uma maior instabilidade da primeira sobre a segunda. Da mesma forma, a energia de falha de empilhamento constitui um parâmetro importante para determinar a instabilidade da liga uma vez que controla a formação de bandas de escorregamento, que são importantes sítios para formação da martensita  $\alpha'$ . Assim, quanto mais fácil formar bandas de escorregamento, menor seu valor e mais instável é a liga. Foi possível calcular através de equações empíricas a energia de falha de empilhamento para ambas as séries. A série UNS S30100 apresentou um valor inferior à UNS S32100, indicando que a primeira é mais instável do que a última.

A influência da energia química como energia para a transformação martensítica através da redução da temperatura das amostras em nitrogênio líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) foi verificada e mostrou grande influência a baixas deformações. Para uma deformação verdadeira de 0,05, a série UNS S30100 apresentou uma fração em volume de martensita  $\alpha'$  de 5% quando fornecido apenas energia mecânica oriunda da deformação plástica por laminação e 42% de martensita  $\alpha'$  quando acrescentado a energia química resultando num total de 47% em volume. Para a série UNS S32100, o aporte de energia mecânica resultou numa fração em volume de martensita  $\alpha'$  de 3% enquanto que o aporte químico adicionou 29% desta fase resultando em um total de 32%. Isto comprova que quando fornecidos ambos os aportes de energia a transformação ocorre mais prontamente e com menor deformação.

Foi possível verificar a influência da composição química na instabilidade da liga. A composição química está relacionada com a energia de falha de empilhamento que por sua vez influencia a formação de bandas de escorregamento. Estas bandas são sítios de nucleação de martensita  $\epsilon'$  e posteriormente a transformação em martensita  $\alpha'$ . As fórmulas empíricas para determinação da energia de falha de empilhamento apresentam coerência com os resultados

observados, indicando que a austenita presente na série UNS S30100 tem menor estabilidade que a presente na UNS S32100.

Foi possível construir uma equação empírica característica para fração de martensita formada por transformação martensítica induzida por deformação em função da deformação verdadeira imposta na laminação para ambas as séries de aços. O modelo apresentou excelente aderência aos resultados experimentais, principalmente em baixas deformações. O coeficiente de correlação linear entre as curvas foi obtido e apresentou grande precisão, tanto para ensaios realizados na temperatura ambiente como na criogênica.

## 7. TRABALHOS FUTUROS

Segue abaixo algumas sugestões para trabalhos futuros.

É conhecida a influência da estrutura martensítica nas propriedades mecânicas das ligas de aços, porém, a correlação entre a fração de  $\alpha'$  com as propriedades mecânicas das ligas UNS S30100 E UNS S32100 não foi realizada, sendo uma sugestão para trabalhos futuros.

Pode-se avaliar através do MET as morfologias da martensita, verificando a influência da temperatura de transformação e das diferenças de energia de falha de empilhamento nas morfologias obtidas.

Efetuar a avaliação através de difrações no MET ou MEV-EBSD se há formação de martensita  $\epsilon'$ , não detectada com as técnicas empregadas neste trabalho.

Verificar se a TMID obtida a diferentes temperaturas levam a mesma mudança de propriedades mecânicas, ao mesmo tempo estudar a morfologia da martensita obtida.

## REFERÊNCIAS

AGUIAR, D.J.M., PLAUT, R.L., da SILVA, M.R., PADILHA, A.F., **Efeitos da laminação a frio na microestrutura de dois aços inoxidáveis dúplex**. A Engenharia Mecânica na UTFPR - vol. 2., editora Casalettras, Porto Alegre, 2020.

AGUIAR, D.J.M., PADILHA, A.F., PLAUT, R.L., da SILVA, M.R., de LIMA, N.B., **“Comparative study on the forming and reversion of strain-induced martensite in two duplex stainless steels: Developing a model for VSM analysis of powder or fine chips”**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, p. 8 – 15, 2019.

AHMEDABADI, P. M.; KAIN, V.; AGRAWAL, A. 2016 **”Modelling kinetics of strain-induced martensite transformation during plastic deformation of austenitic stainless steel ”**, Material and Design, vol. 109, p. 466-475.

ALVES, J. M.; BRANDÃO, L. P.; PAULA, A. S.; 2019 **”Mechanically Induced Martensitic Transformation of Hot Rolled and Annealed 304L Austenitic Stainless Steel at Room and Cryogenic Temperatures”**, Brasil, Rio de Janeiro, Instituto Militar de Engenharia.

ANGEL, T., 1954 **”Formation of martensite in austenitic stainless steel: effects of deformation, temperature and composition”**, ISI, v. 5, p. 164-174.

BRANDON, D. ; KAPLAN, W.; **“Microstructural characterization of materials”**, 2° ed., USA, John Wiley & Sons, 2008.

BERRAHMOUNE, M. R., 2006 **“Transformation martensitique et rupture différée dans l’acier austenitique instable 301LN”**, Paris, França, École Supérieure d’Arts et Métiers. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00002460>.

CALLISTER, D.; RETHWISCH, D. G.; **Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach**, 5° ed., USA, John Wiley & Sons, 2015.

COBB, H. M.; **The History of Stainless Steel**, Ohio, ASM International, 2010.

DAI QI-XUN; WANG AN-DONGF; CHENG XIAO-NONG; LUO XIN-MIN, 2002, **Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels** ". School of Materials Science and Engineering, Jiangsu, China, Vol. 11, N° 6.

DIETER, G. E.; **Mechanical Metallurgy**, McGraw-Hill Book company Limited, 1988.

FEREZIN J. W., "**Estudo por difratometria de raios-X da transformação martensítica induzida por deformação de dois aços inoxidáveis austeníticos**". Trabalho de Conclusão de Curso. (Graduação em Engenharia) - Centro Universitário da FEI. 2016, 101 p.

FISCHER, H., "**Operators manual feritoscope FM-30**. Alemanha, Fischer company, 2009, 240 p.

GORNI, A. A., "**Steel forming and heat treating handbook**", Sorocaba, Brasil, 2019.

GOUTIER, C.; CALIEZ M; BOUCHOU, A.; ZIMBI, A. 2009 "**Caractérisation et modélisation de la transformation martensitique dans l'acier austénitique instable 301**" Dix-neuvième congrès Français de mécanique, Marseille, France.

GUINEBRETIERE, R.; "**Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins: Instrumentation et étude de la microstructure**", 2° ed., França, Lavoisier, 2006.

HEDSTRÖM, P., 2005, "**Deformation induced martensitic transformation of metastable stainless steel AISI 301**", Licentiate Thesis, Lulea University of Technology, 75p.

HOSFORD, W. F.; CADDELL, R.M.; **Metal Forming: Mechanics and Metallurgy**, 3° ed., Cambridge University Press, 2007.

IRON AND STEEL SOCIETY; **Steel Products Manual: Stainless Steel**, Warrendale, Pensilvânia, USA, 1999.

JOHANNSEN, D. L. et al, 2006, "**Influence of Annealing Treatment on the Formation of Nano/Submicron Grain Size AISI 301 Austenitic Stainless Steels**", Metallurgical and Materials Transactions A, v. 37A, ago. 2006, p. 2325-2338.

KHATAK, H.S.; BALDEV, R.; **Corrosion of Austenitic Stainless Steels: mechanism, mitigation and monitoring**, Pangbourne, Reino Unido, Woodhead Publishing Limited ,2002.

LEBAN, M. B.; TISU, R; **“The Effect of TiN Inclusions and Deformation-Induced Martensite on the Corrosion Properties of AISI 321 Stainless Steel”**, Ljubljana, Eslovênia, Engineering Failure Analysis, v. 33, 2013, p. 430-438.

LIPPOLD. J.C.; KOTECKI, D. J.; **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels**, New Jersey, Wiley Interscience, 2005.

LUDWIGSON, D., C., 1971 **“Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys”**, Metallurgical Transaction, v.2, p. 2825-2828.

McGUIRE, M.; **Stainless Steels for Design Engineers**, Ohio, ASM International, 2008.

MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J., 2005, **"Magnetic investigation of the effect of a'-martensite on the properties of austenitic stainless steel"**, Journal of Materials Processing Technology, v. 161, 2005, p.162–168.

MITRA, A. et al, 2004, **“Ferromagnetic Properties of Deformation-Induced Martensite Transformation in AISI 304 Stainless Steel”**, Metallurgical and Materials Transactions A, v.35A, fev.2004, p. 599-605.

MILAD, M.; ZREIBA, N.; ELHALOUANI, F.; BARADAI, C., 2007 **“The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel”**, Al-fateh University, Faculty of Engineering, Tripoli, Líbia, Universite de Sfax, Ecole Nationale D'ing'eneurs de Sfax, Sfax, Tunisia

NEWELL, H.; M; TODD, S. G.; KORKOLIS, Y. P., 2014 **”Martensite formation in conventional and isothermal tension of 304 austenitic stainless steel measured by x-ray diffraction”** Metallurgical and Materials Transactions, vol. 45A., p. 2014-4891.

NISHIYAMA, Z.; **Martensitic Transformation**, USA, Nova Iorque, Academic Press, 1978.

NYONGHA, S. N., 2008 **“Comportement et transformations martensitiques de deux aciers inoxydables austénitiques : effets de la température, de la vitesse et du chargement”**, Paris, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 202 p.

OLSON, G. B.; COHEN, M., 1972 **“Mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations”** Journal of Less Common Metals, v.28, p. 107-118.

OUTOKUMPU; **Handbook of Stainless Steel**, Espoo, Finlândia, 2013.

PAYSON, P; SAVAGE, C.H., 1944 **“Martensite reactions in alloy steels”**. Transactions A.S.M., 33, 1944, 261-280.

TALONEN, J; HÄNNINEN, H., 2004, **“Damping Properties of Austenitic Stainless Steels Containing Strain-Induced Martensite”**, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 35A, ago. 2004, p. 2401-2406.

TALONEN, J; HÄNNINEN, H., 2007, **“Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels”**, Acta Materialia, v. 55, 2007, p. 6108-6118.

TAVARES, S. S. M. et al., 2008 **“Magnetic properties and  $\alpha'$  martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling”**, Materials Characterization, v. 59, 2008, p. 901– 904.

TSUCHIDA, N.; MORIMOTO, Y.; TONAN, T. SHIBATA, Y.; FUKAURA, K.; UEJI, R., 2011, **“Stress-Induced martensitic transformation behaviors at various temperatures and their TRIP effects in SUS304 metastable austenitic stainless steel”** isij International, vol. 51, n°1, pag 124-129.

VIANA, M.F., **Difração de raios-X aplicada ao estudo de transformação de fase durante tratamento térmico de aços**. Dissertação de mestrado, UNICAMP, Campinas, SP, 2018.