

Universidade Federal de Santa Catarina  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

**EFEITO DO COBRE E DA DEFORMAÇÃO NO EFEITO  
TRIP DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 304,  
AVALIADO POR DIVERSOS MÉTODOS DE ANÁLISE**

Fernanda Torrens Lischka

Orientador: Prof. DSc. Carlos Augusto Silva de Oliveira

Florianópolis, fevereiro de 2013.



Universidade Federal de Santa Catarina  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

**EFEITO DO COBRE E DA DEFORMAÇÃO NO EFEITO  
TRIP DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 304,  
AVALIADO POR DIVERSOS MÉTODOS DE ANÁLISE**

Dissertação apresentada  
ao Programa de Pós-  
Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais,  
do Centro de Ciências  
Tecnológicas da  
Universidade Federal de  
Santa Catarina, para a  
obtenção do grau de  
Mestre em Ciência e  
Engenharia de Materiais.

Fernanda Torrens Lischka

Florianópolis, fevereiro de 2013.

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Lischka, Fernanda Torrens

Efeito do cobre e da deformação no efeito TRIP de um aço inoxidável austenítico AISI 304, avaliado por diversos métodos de análise [dissertação] / Fernanda Torrens Lischka ; orientador, Carlos Augusto Silva de Oliveira - Florianópolis, SC, 2013.

115 p. ; 21cm

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Inclui referências

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. AISI 304. 3. aço inoxidável austenítico. 4. medidas magnéticas. 5. TRIP. I. Oliveira, Carlos Augusto Silva de. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

**EFEITO DO COBRE E DA DEFORMAÇÃO NO EFEITO  
TRIP DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 304,  
AVALIADO POR DIVERSOS MÉTODOS DE ANÁLISE**

Fernanda Torrens Lischka

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais”, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 06 de Fevereiro de 2013

---

Prof. , Dr. Antônio Pedro Novaes de Oliveira  
Coordenador do Curso

**Banca Examinadora:**

---

Prof. DSc. Carlos Augusto Silva de Oliveira  
Orientador  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. Dr. Eng. Pedro Amedeo Nannetti Bernardini  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. Dr. Eng. Carlos Enrique Niño Bohórquez  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. DSc. Sérgio S. Tavares  
Universidade Federal Fluminense





*"O bom Deus fez todos nós de ferro. Então Ele volta ao fogo para forjar alguns de nós em aço". (Marie Osmond)*





## AGRADECIMENTOS

Ao Professor Carlos A. S. de Oliveira pela orientação, amizade e confiança;

Aos professores que de alguma forma oportunizaram um maior aprofundamento nos conteúdos estudados;

A CAPES pela bolsa concedida;

Ao PGMat pela oportunidade na realização do mestrado e por me receber tão bem desde o dia da minha inscrição;

Ao Laboratório Metalúrgico e de Processos da ArcelorMittal Vega e aos amigos Juliovanny Drumond e Elanio Machado;

Aos amigos bolsistas do LABCONF, Almir Turazi, Georges Lemos, Ricardo Vilain de Melo e Wilson Hormaza, pela amizade e auxílio;

Aos amigos do LabMat, Clarissa Lussoli e Ivens Wagner de Abreu Júnior, e do CIMJECT, Luiz Fernando Vieira, Karine Zepon e Alessandra Fortuna, pela amizade, companhia, auxílio e força;

Ao Hélio Irineu José do LMP, pelas instruções e auxílio no corte das amostras; e José Javier S. Acuña, Eduardo de Almeida Isoppo e Deise Rebelo Consoni do LCME, pelo auxílio nas análises de Microscopia Eletrônica de Varredura e Eletrônica de Transmissão, e pela amizade;

Ao professor Alexandre Da Cas Viegas do CFM, pelo auxílio nas medidas magnéticas;

Ao professor Carlos Enrique Niño Bohórquez e ao LABSOLDA, pelo auxílio e pelo uso do Ferritoscópio;

Aos amigos que estiveram sempre presentes e aos novos amigos que fiz;

À minha família, Fernando César Torrens, Elisete Hofman Torrens e Jéssika Torrens, pelo apoio e encorajamento;

Aos meus padrinhos, Gilmar de Oliveira e Ivonete de Oliveira, pelo acolhimento e companhia nos dias mais difíceis longe de casa;

Ao Michel Lischka, pela confiança, paciência, força e auxílio;  
Enfim, todos que de alguma forma participaram da elaboração deste trabalho, de forma direta ou indireta.



*À Deus.  
À minha família.*



## RESUMO

A variação da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  (fase ferromagnética) em função da deformação através da avaliação microestrutural, medidas magnéticas e propriedades mecânicas foi estudada em dois aços inoxidáveis austeníticos, 304 e 304-Cu, sendo este último com maior teor de cobre em sua composição química. Neste trabalho, as microestruturas foram analisadas através de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e transmissão. As medidas magnéticas foram realizadas por Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) e Ferritoscópio. Através das medidas magnéticas, foi possível observar que, com o aumento da deformação, há o aumento na formação de martensita  $\alpha'$ , e que o efeito do cobre, estabilizador da austenita, influencia na porcentagem de martensita  $\alpha'$ . Os resultados obtidos mostraram também que houve uma diferença crescente entre as medidas feitas com o VSM e com o Ferritoscópio para ambos os aços, com o aumento do grau de deformação. Esta diferença foi atribuída ao fato das medidas com Ferritoscópio se basearem na permeabilidade magnética, que é influenciada pela deformação. Para corrigir a diferença entre os dois métodos, foram obtidas equações de calibração para os dois aços. Em seguida, foram medidas cinco amostras (duas do aço 304-Cu e três do aço 304), com a porcentagem de martensita  $\alpha'$  conhecida. Os resultados destas cinco amostras indicaram uma calibração adequada, confirmando assim a aplicabilidade das equações.

**Palavras-chave:** AISI 304, aço inoxidável austenítico, medidas magnéticas, martensita, TRIP.



## ABSTRACT

The variation of the volume fraction of martensite  $\alpha'$  (ferromagnetic phase) as a function of deformation through microstructural evaluation, magnetic measurements and mechanical properties were studied in two austenitic stainless steel, 304 and 304-Cu, the latter with more copper in its composition chemistry. In this work, the microstructures were analyzed by optical microscopy, scanning electron microscopy and transmission. The magnetic measurements were performed in a vibrating sample magnetometer (VSM) and ferritoscope. Through the magnetic measurements, it was observed that, with increasing deformation, there is an increase in the formation of martensite  $\alpha'$  and that the effect of copper austenite stabilizer influences the percentage of martensite  $\alpha'$ . The results also showed that there was an increasing difference between the results obtained made with the VSM and the ferritoscope for both steels, with increased degree of deformation. This difference was attributed to the fact that measures with ferritoscope are based on the magnetic permeability, which is influenced by the deformation. To correct the difference between the two methods calibration equations were obtained for the two steels. Then, five samples were measured (two of three stainless steel 304-Cu and 304) with known percentages of martensite  $\alpha'$ . The results of these five samples indicated proper calibration, thus confirming the applicability of equations.

**Keywords:** AISI 304, austenitic stainless steel, magnetic measurements, martensite, TRIP.





## ÍNDICE DE FIGURAS E TABELAS

Figura 2.1 - Curva de tensão – deformação de dois aços austeníticos. O aço metaestável apresenta transformação martensítica, induzida por deformação, com aumento da plasticidade (adaptado de SMITH, 1996).....	6
Figura 2.2 – Resultados do ensaio de tração para os aços 304N e 304H, na direção de laminação. (ROCHA, 2006) .....	8
Figura 2.3 – Mudança no coeficiente de encruamento, $n$ , em relação a deformação verdadeira para os aços inoxidáveis 304 H e 304 N (com adição de cobre). (GONZALEZ, 2002) .....	9
Figura 2.4 – Correlações entre os mecanismos de deformação, energia de falha de empilhamento e microestruturas na liga 0,3%C-17%Cr-10%Mn-3%Si-10%Cr-0,1%N (Simoneau et al., 1987).....	11
Figura 2.5 – Modelo de transformação martensítica (ASM HANDBOOK V2. 1993 ).....	12
Figura 2.6 - Morfologias da martensita formada em ligas de Fe-Ni-C. (a) ripas, (b) borboleta, (c) lenticular e (d) placas finas (UMEMOTO, 1983) ..	13
Figura 2.7 – Mapas de Morfologias de martensita obtida em função da temperatura de formação ( $M_s$ ) e porcentagem de carbono (UMEMOTO, 1983). .....	14
Figura 2.8 – Diagrama esquemático apresentando a mudança da nucleação de martensita assistida por tensão para induzida por deformação, em função da tensão e da temperatura (adaptado de BLECK, 2002).....	15
Figura 2.9 – Operações típicas de conformação de chapas (adaptado de Dieter, 1981) .....	17
Figura 2.10 - Tensões e deformações presentes em uma seção de um copo embutido (Dieter, 1981). .....	18
Figura 2.11 – Curva Limite de Conformação e amostras obtidas segundo o ensaio Nakazima (CHEMIN, 2004) .....	21
Figura 2.12 – Comparação das curvas de limite de conformação entre os aços inoxidáveis austeníticos 304H e 304N(com adição de cobre). (ROCHA, 2009) .....	22

Figura 2.13 – Esquema da curva limite de conformação (CLC), mostrando a região de falha, segurança e zona crítica (GILAPA, 2010).....	23
Figura 2.14 - Cálculo do valor de n (KEELER, 1968).....	25
Figura 2.15 - Curva tensão x deformação verdadeira (KEELER, 1968).....	25
Figura 2.16 – Esquema que mostra a relação entre largura e espessura do corpo de prova para determinar a anisotropia plástica, ou seja, o valor de r (HOSFORD; CADDELL, 2007).....	27
Figura 2.17 - Representação das principais direções avaliadas para o cálculo da anisotropia plástica de chapas (ROCHA, 2006 apud SME Handbook, 1978).....	28
Figura 2.18 - Representação simplificada da curva de histerese magnética e das configurações dos domínios magnéticos (KITTEL 1996, apud ROCHA 2006).....	31
Figura 2.19 - Relação entre a deformação aplicada, microdureza e saturação magnética das amostras deformadas (ROCHA, 2006).....	32
Figura 2.20 - Porcentagem em volume de martensita $\alpha'$ em função da deformação equivalente para o aço inoxidável austenítico 304 N e AIA 304 H (GILAPA, 2009).....	32
Figura 2.21 – Princípio de funcionamento do ferritoscópio (HELMUT, 2006).....	34
Figura 2.22 – Porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da deformação verdadeira para um aço 304H e 304N (GONZALEZ, 2003).....	35
Figura 3.1 - Descrição esquemática dos experimentos realizados .....	37
Figura 3.2 – Caminho de deformação $\beta = 1$ para o aço inoxidável austenítico 304N e 304H (nome comercial para 304-Cu e 304, respectivamente) (GILAPA, 2011).....	39
Figura 3.3 - Local de retirada das amostras. As deformações de cada amostra retirada foram medidas após a sua extração. ....	40

Figura 3.4 – Corpos de prova utilizados no ensaio de tração e anisotropia de acordo com a norma ASTM E 8 / E 8M / A370.....	45
Figura 3.5 – Corpos-de-prova utilizados no ensaio de tração e anisotropia	46
Figura 4.1 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304-Cu com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação $\beta = 1$ . (A) 0,18 (B) 0,25 (C) 0,38 (D) 0,61. ....	49
Figura 4.2 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304 com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação $\beta = 1$ . (A) 0,13 (B) 0,28 (C) 0,36 (D) 0,37. ....	50
Figura 4.3 – Variação da porcentagem de martensita em função da deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304, conforme análise quantitativa realizada com o software IMAGEJ.....	51
Figura 4.4 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304-Cu com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação $\beta = 1$ . (A) 0,17 (B) 0,20 (C) 0,25 (D) 0,46. ....	52
Figura 4.5 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304 com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação $\beta = 1$ . (A) 0,008 (B) 0,02 (C) 0,12 (D) 0,18. ....	53
Figura 4.6 – Microestrutura do aço 304-Cu com deformação de 0,32. Figuras A e D campo claro. B campo escuro da martensita $\alpha'$ e C seu padrão de difração. E campo escuro da martensita $\epsilon$ e F seu padrão de difração.....	54
Figura 4.7 – Microestrutura do aço 304 com deformação de 0,28. Figuras A e D campo claro. B campo escuro da martensita $\alpha'$ e C seu padrão de difração. Figura E campo escuro da martensita $\epsilon$ e F seu padrão de difração. ....	55
Figura 4.8 – Microestrutura do aço 304-Cu com deformação de 0,07. Figuras A e D campo claro. B e E campo escuro da martensita $\epsilon$ , e seus padrões de difração, C e F. ....	56
Figura 4.9 – Microestrutura do aço 304 com deformação de 0,18. Figuras A e D campo claro. B campo escuro da martensita $\alpha'$ e C seu padrão de	

difração. Figura E campo escuro da martensita $\epsilon$ e F seu padrão de difração. ....	57
Figura 4.10 - Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da Deformação Equivalente dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 obtidas com VSM.....	58
Figura 4.11 - Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da Deformação Equivalente dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 obtidas com Ferritoscópio. ....	59
Figura 4.12 – Comparação da variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função dos caminhos da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304-Cu. ....	60
Figura 4.13 – Comparação da variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função dos caminhos da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304. ....	61
Figura 4.14 – Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da deformação equivalente utilizando as técnicas de metalografia quantitativa e medidas magnéticas para o aço 304-Cu. ....	62
Figura 4.15 – Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da deformação equivalente utilizando as técnicas de metalografia quantitativa e medidas magnéticas para o aço 304. ....	63
Figura 4.16 – Curvas de correlação entre os resultados obtidos por VSM e ferritoscópio da porcentagem de martensita $\alpha'$ dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304. ....	64
Figura 4.17 – Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304-Cu obtidas através de VSM e através da equação de correção (equação 4.1). ....	66
Figura 4.18 - Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304 obtidas através de VSM e através da equação de correção (equação 4.2). ....	66
Figura 4.19 – Análise de resíduos das correlações da porcentagem de martensita $\alpha'$ entre VSM e ferritoscópio para os aços 304-Cu e 304. ....	67

Figura 4.20 – Variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304 obtida através de ensaio de tração. ....	68
Figura 4.21 – Comparação da variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da Deformação Equivalente do aço inoxidável austenítico 304-Cu para diferentes caminhos de deformação.....	69
Figura 4.22 – Comparação da variação da porcentagem de martensita $\alpha'$ em função da Deformação Equivalente do aço inoxidável austenítico 304 para diferentes caminhos de deformação. ....	70
Figura 4.23 – Curva logarítmica da variação da tensão verdadeira em função da deformação verdadeira para o aço 304-Cu na direção transversal em relação à laminação. ....	72
Figura 4.24 – Variação da microdureza com a deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304. ....	74
Tabela 2.1- Especificação e composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (adaptado de ASM Handbook vol. 1, 2002) .....	5
Tabela 2.2 – Energia de falha de empilhamento para metais CFC (HERTZBERG, 1996).....	10
Tabela 2.3 – Valores típicos de $\bar{R}$ e $\Delta r$ para aços inoxidáveis austeníticos (Guida, 2005) .....	29
Tabela 2.4 – Efeito da redução a frio no $\bar{R}$ e $\Delta r$ para o aço austenítico 304 (Guida, 2005). ....	29
Tabela 3.1 – Composição química das chapas de aço 304 e 304-Cu utilizadas. ....	38
Tabela 4.1 – Variação da porcentagem de martensita em função da deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304, conforme análise quantitativa realizada com o software IMAGEJ.....	50
Tabela 4.2 – Comparação da porcentagem de martensita $\alpha'$ obtidas por VSM (GILAPA, 2010) e corrigidos através das equações de correção para medições feitas com ferritoscópio dos aços 304-Cu e 304.....	65

Tabela 4.3 – Propriedades Mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 como recebidos. .... 71

Tabela 4.4 – Coeficientes de anisotropia planar e anisotropia normal dos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 304-Cu..... 72





## ABREVIATURAS E SIGLAS

$\alpha'$	Martensita CCC
$\beta$	Relações entre deformações
$\gamma$	Austenita
$\Delta$	Variação
$\Delta R$	Coefficiente de anisotropia planar
$\varepsilon$	Deformação real ou verdadeira
$\varepsilon_u$	Deformação uniforme verdadeira
$\varepsilon_{1,2}$	Deformação real no comprimento e largura
$\varepsilon_t$	Deformação real na espessura
$\varepsilon_w$	Deformação verdadeira na direção da largura
E	Taxa de deformação
Eff	Deformação efetiva
f	Retículo de fase centrada
$\sigma$	Tensão verdadeira
$\sigma_{eq}$	Tensão equivalente
$B_r$	Indução remanescente
B/H	Permeabilidade
$B_s$	Indução de saturação
CCC	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado
CFC	Estrutura cristalina cúbica de face centrada
CLC	Curva de limite de conformação
$Cr_{eq}$	Cromo equivalente
D	Tamanho de grão
$dB/dH$	Permeabilidade incremental
E	Módulo de elasticidade
FN	Número de Ferrita
H	Campo magnetizante
$H_c$	Campo coersivo
HC	Estrutura cristalina hexagonal
K	Constante
$M_d$	Temperatura acima da qual não há formação de martensita induzida por deformação
$M_{d30}$	Temperatura acima da qual não há formação de martensita induzida por deformação, com 0,3 de deformação e obtenção de 50% de martensita
$M_f$	Temperatura de fim de transformação martensítica induzida por tensão
$M_i$	Temperatura de início da transformação martensítica

	por tensão
$M_s$	Temperatura acima da qual não há formação de martensita induzida por tensões
$M_s^\sigma$	Temperatura limite entre a martensita induzida por tensão e por deformação
$N$	Constante dependente do modo de deformação / expoente de encruamento
$Ni_{eq}$	Níquel equivalente
$R$	Coefficiente de anisotropia ou de Lankford
$r_0$	Relação de deformação na direção longitudinal de laminação
$r_{45}$	Relação de deformação medida a 45° com a direção de laminação
$r_{90}$	Relação de deformação na direção transversal de laminação
$\bar{R}$	Coefficiente de anisotropia normal
RE	Razão elástica
TC	Estrutura cristalina tetragonal
TFC	Estrutura cristalina tetragonal de face centrada
TRIP	Plasticidade induzida por deformação

# SUMÁRIO

<b>1.</b>	<b><i>INTRODUÇÃO</i></b> .....	<b>1</b>
<b>2.</b>	<b><i>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</i></b> .....	<b>3</b>
<b>2.1.</b>	<b>Aços Inoxidáveis</b> .....	<b>3</b>
2.1.1.	Características .....	3
2.1.2.	Aço Inoxidável Austenítico .....	4
2.1.3.	Efeito do Cobre .....	7
2.1.4.	Energia de Falha de Empilhamento.....	9
<b>2.2.</b>	<b>Martensitas</b> .....	<b>11</b>
2.2.1.	Transformações Martensíticas .....	12
2.2.2.	Morfologias da Martensita .....	13
2.2.3.	Martensitas Induzidas por Deformação .....	15
<b>2.3.</b>	<b>Conformabilidade de chapa</b> .....	<b>17</b>
2.3.1.	Ensaio de conformabilidade.....	19
2.3.2.	Curva Limite de Conformação .....	20
2.3.1.	Expoente de encruamento.....	24
2.3.2.	Anisotropia .....	26
<b>2.4.</b>	<b>Medidas Magnéticas</b> .....	<b>30</b>
2.4.1.	Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM).....	30
2.4.2.	Ferritoscópio.....	33
<b>3.</b>	<b><i>METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS</i></b> .....	<b>36</b>
<b>3.1.</b>	<b>Metodologia</b> .....	<b>36</b>
<b>3.2.</b>	<b>Procedimentos Experimentais</b> .....	<b>37</b>
3.2.1.	Materiais.....	37
3.2.2.	Ensaio Nakazima .....	38
3.2.3.	Caracterização Microestrutural.....	41
3.2.3.1.	Caracterização magnética .....	41
	Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) .....	41
3.2.3.2.	Microscopias Óptica e Eletrônica de Varredura (MEV)	43
3.2.3.3.	Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) .....	44
3.2.1.	Ensaio de tração.....	44
3.2.2.	Ensaio de microdureza .....	47

<b>4.</b>	<b><i>Resultados e Discussão</i></b> .....	<b>47</b>
<b>4.1.</b>	<b>Caracterização Microestrutural/Análise Química</b> .....	<b>47</b>
4.1.1.	Microscopia Óptica .....	48
4.1.2.	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	51
4.1.3.	Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	53
<b>4.2.</b>	<b>Medidas Magnéticas</b> .....	<b>58</b>
4.2.1.	Análises por Ferriscópio e Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM).....	58
<b>4.3.</b>	<b>Propriedades Mecânicas</b> .....	<b>70</b>
4.3.1.	Ensaio de Tração .....	70
4.3.2.	Coeficiente de Anisotropia.....	72
4.3.3.	Microdureza .....	74
<b>5.</b>	<b><i>CONCLUSÃO</i></b> .....	<b>75</b>
<b>6.</b>	<b><i>SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS</i></b> .....	<b>77</b>
<b>7.</b>	<b><i>REFERÊNCIAS</i></b> .....	<b>79</b>
<b>8.</b>	<b><i>APÊNDICE</i></b> .....	<b>85</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis sofrem transformações martensíticas induzidas por deformação, o que altera suas propriedades mecânicas. A formação de martensita durante a deformação é um dos fatores responsáveis pela sua alta conformabilidade. Este aumento da plasticidade do material devido à transformação da austenita em martensita é conhecido como efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) (GONZALEZ et al, 2002; HEDSTRÖM et al, 2007, PETIT et al, 2007; BLECK, 2002; ).

Nos aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis podem se formar a martensita  $\epsilon$ , uma fase paramagnética (HC) e a martensita  $\alpha'$ , uma fase ferromagnética (CCC), induzidas por deformação (TAVARES et al, 2009). A composição química do aço, a quantidade de deformação plástica e a temperatura são os principais parâmetros que controlam a fração volumétrica de martensita formada nestes aços. A adição de cobre aumenta a estabilidade da austenita, que pode ser avaliada pela temperatura  $M_{d30}$ , (temperatura em que há formação de martensita com 0,3 de deformação) e como consequência reduz a fração volumétrica de martensita transformada com a deformação.

As pequenas porcentagens e variações da martensita  $\epsilon$  com a deformação e a sua formação pouco afetam o comportamento da conformabilidade destes materiais (ROCHA e OLIVEIRA, 2009, GILAPA, 2011), torna-se portanto, relevante a utilização de técnicas de análise que permitam determinar a variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  com a deformação. Devido à austenita e a martensita  $\epsilon$  serem paramagnéticas e a martensita  $\alpha'$  ser ferromagnética, a fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  pode ser determinada através de medidas magnéticas.

Entre os métodos magnéticos que podem ser utilizados para determinar a porcentagem de martensita  $\alpha'$ , dois se destacam. O primeiro é através de um Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM), que é uma técnica efetiva de caracterização das propriedades magnéticas através da saturação magnética da amostra. Esta técnica possui algumas limitações, tais como: retirada e preparação da amostra, tamanho máximo da amostra, tempo e custo de ensaio. O outro método é através de Ferritoscópio, que é utilizado normalmente para a medição da quantidade de ferrita  $\delta$  em aços inoxidáveis austeníticos soldados. As análises magnéticas são realizadas através da variação da

permeabilidade magnética da amostra. Esta é uma técnica de mais fácil medição da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$ , possui as vantagens de ser um equipamento portátil e as medições poderem ser efetuadas *in loco*, porém a permeabilidade magnética é sensível a outras características microestruturais, tais como a deformação plástica (TAVARES et al, 2010; TALONEN, 2004; KOBAYASHI et al, 2008). Desta forma, a deformação plástica pode ser um parâmetro que influencia na medição, além de limitações quanto à espessura da amostra e borda.

Este trabalho teve por objetivos estudar o efeito da deformação nas transformações martensíticas induzidas por deformação em dois aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 com a adição de cobre (AISI 304-Cu) e 304. Estudar o efeito da adição de cobre e relacionar as variações microestruturais com as propriedades mecânicas do material. Estudar, através de Microscopia Eletrônica de Transmissão, os sítios de nucleação das martensitas  $\epsilon$  e  $\alpha'$ . Comparar dois métodos de análises por medidas magnéticas (VSM e Ferritoscópio) com microscopia quantitativa na determinação do efeito da deformação na porcentagem de martensita  $\alpha'$ .

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada uma revisão bibliográfica sobre os aços inoxidáveis, particularmente os aços inoxidáveis austeníticos metaestável, que podem sofrer transformação martensítica induzida por deformação.

Também são relacionadas a conformabilidade das chapas, suas propriedades, e características microestruturais. Além disto, a formação de martensita induzida por deformação altera o comportamento magnético do aço inoxidável austenítico. Esta característica pode ser utilizada para quantificar a fração volumétrica de fase transformada durante a deformação do material. Alguns métodos de análise magnética também são mostrados nesta revisão.

### 2.1. *Aços Inoxidáveis*

Os aços inoxidáveis, de um modo geral, têm alta resistência à corrosão e boa conformabilidade, por esta razão, sua aplicabilidade se estende a diversas áreas, dentre elas, tem-se: utensílios domésticos e equipamentos hospitalares, eletrodomésticos, automóveis, ônibus, vagões ferroviários, elevadores, escadas-rolantes, cozinhas industriais e na indústria em geral.

A alta resistência à corrosão dos aços inoxidáveis é atribuída ao alto teor de cromo, que deve ser superior a 11%.

#### 2.1.1. Características

As várias classes dos aços inoxidáveis são definidas pela microestrutura do material, gerando diversas características mecânicas e de resistência à corrosão (SANTOS; ANDRADE, 2008).

Os aços inoxidáveis são agrupados em 5 classes, como mostrado a seguir:

- 1) Martensíticos - São ligas de ferro e cromo (11-18%) com teor de carbono, em geral, acima de 0,1%. Estas ligas são endurecíveis por tratamento térmico de têmpera;
- 2) Ferríticos – São ligas de ferro e cromo essencialmente ferríticas em todas as temperaturas, e que não endurecem por tratamento térmico de têmpera. Normalmente, têm teores de cromo mais

elevados do que os aços martensíticos, e menores teores de carbono;

- 3) Austeníticos – São ligas de ferro, cromo (16-30%) e níquel (8-35%) predominantemente austeníticas após tratamento térmico. O teor de carbono é, em geral, inferior a 0,08%. A ampla utilização dos aços inoxidáveis austeníticos deve-se a uma combinação favorável de propriedades, tais como: resistência à corrosão, resistência mecânica a quente, trabalhabilidade e soldabilidade;
- 4) Ferrítico-austeníticos (duplex) – São ligas obtidas com composições balanceadas de ferro, cromo (18-27%), níquel (4-7%), molibdênio (1-4%) e outros elementos, especialmente nitrogênio. Apresentam microestruturas contendo austenita e ferrita em frações aproximadamente iguais. Possui excelente resistência à corrosão além de elevada resistência mecânica;
- 5) Endurecidos por precipitação – São ligas de ferro, cromo (12-17%), níquel (4-8%), molibdênio (0-2%) contendo outros elementos de liga que endurecem a martensita de baixo carbono pela precipitação de compostos intermetálicos (alumínio, cobre, titânio e/ou nióbio).

A seguir serão apresentados com maiores detalhes os aços inoxidáveis austeníticos, devido a terem sido empregados neste trabalho.

### **2.1.2. Aço Inoxidável Austenítico**

Esses aços são designados pelas séries 300 e 200, segundo a classificação da *American Iron and Steel Institute* (AISI). Na série 300 são incluídas as ligas Fe-Cr-Ni, e na série 200, as ligas contendo de 4% a 15,5% de manganês e até 0,60% de nitrogênio.

A boa resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos é devida ao balanço de elementos estabilizadores da ferrita com elementos estabilizadores da austenita. Da mesma maneira que o cromo, elementos como o molibdênio, silício, titânio e nióbio estabilizam a ferrita, o níquel, carbono, nitrogênio e manganês contribuem fortemente para a estabilidade da austenita (PADILHA; GUEDES, 1994).

A avaliação da influência dos elementos de liga nas características microestruturais dos aços inoxidáveis pode ser feita em função do cromo e níquel equivalentes, parâmetros que agrupam os



elementos conforme seus efeitos ferritizantes e austenitizantes, respectivamente. Várias expressões para o cálculo do níquel e cromo equivalentes foram obtidas empiricamente, podendo-se citar as equações 2.1 e 2.2 de Truman (1992):

$$Ni_{eq} = Ni + 0,5Mn + 30 C + 25 N + 0,3 Cu + Co + 5V + 1,75Nb \quad (2.1)$$

$$Cr_{eq} = Cr + 2 Si + 1,5 Mo + 5,5 Al + 1,75 Nb + 1,5 Ti + 0,75W + 5V \quad (2.2)$$

Os valores das equações (2.1) e (2.2) estão em porcentagem em peso. Os elementos austenitizantes estão presentes na equação do Ni equivalente, já os elementos de liga do Cr equivalente favorecem a formação da ferrita.

A tabela 2.1 (adaptado de ASM Handbook vol. 1, 2002) apresenta a composição química dos aços inoxidáveis austeníticos comumente utilizados.

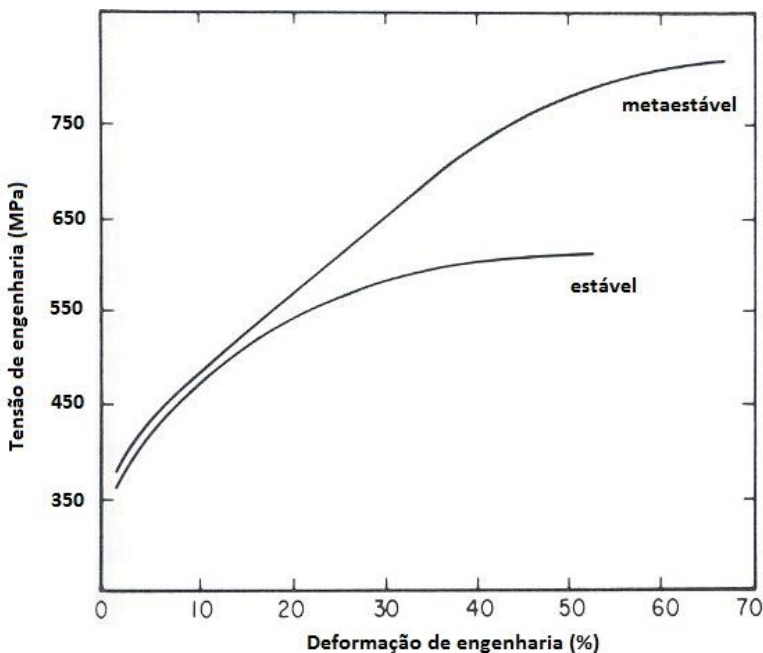
**Tabela 2.1- Especificação e composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (adaptado de ASM Handbook vol. 1, 2002)**

AISI	Composição Química Nominal, % em peso					
	C	Cr	Ni	Mn	Si	Outros
201	0,15	16,00-18,00	3,50-5,50	5,50-7,50	1,00	N = 0,25
202	0,15	17,00-19,00	4,00-6,00	10,00	1,00	N = 0,25
301	0,15	16,00-18,00	6,00-8,00	2,00	1,00	...
302	0,15	17,00-19,00	8,00-10,00	2,00	1,00	...
303	0,15	17,00-19,00	8,00-10,00	2,00	1,00	...
304	0,08	18,00-20,00	8,00-10,50	2,00	1,00	...
304L	0,03	18,00-20,00	8,00-12,00	2,00	1,00	...
308	0,08	19,00-21,00	10,00-12,00	2,00	1,00	...
310	0,25	24,00-26,00	19,00-22,00	2,00	1,50	...
316	0,08	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00	1,00	Mo = 2,00-3,00
316L	0,03	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00	1,00	Mo = 2,00-3,00
317	0,08	18,00-20,00	11,00-15,00	2,00	1,00	Mo = 3,00-4,00
321	0,08	17,00-19,00	9,00-12,00	2,00	1,00	Ti = 5 x C (min)
347	0,08	17,00-19,00	9,00-13,00	2,00	1,00	Nb = 10 x C (min)

Os aços inoxidáveis austeníticos podem, de acordo com a estabilidade da austenita na microestrutura, ser divididos em dois grupos: aços austeníticos estáveis e metaestáveis. As ligas do primeiro grupo mantêm sua estrutura austenítica, enquanto as do segundo grupo

são susceptíveis à transformações martensíticas induzidas por deformação.

A Figura 2.1 (adaptado de SMITH, 1996) mostra a diferença de comportamento no endurecimento por deformação entre um aço inoxidável austenítico estável e um metaestável. O aço inoxidável austenítico estável apresenta uma curva crescente, que indica um comportamento crescente de endurecimento durante a aplicação de uma tensão de deformação. Já o aço inoxidável austenítico metaestável, apresenta maior endurecimento em relação ao primeiro a partir de aproximadamente 10 a 15% de deformação plástica, devido à transformação parcial da austenita em martensita.



**Figura 2.1 - Curva de tensão – deformação de dois aços austeníticos. O aço metaestável apresenta transformação martensítica, induzida por deformação, com aumento da plasticidade (adaptado de SMITH, 1996).**

Durante a deformação, dois tipos distintos de martensitas podem ser formadas em aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis: martensita

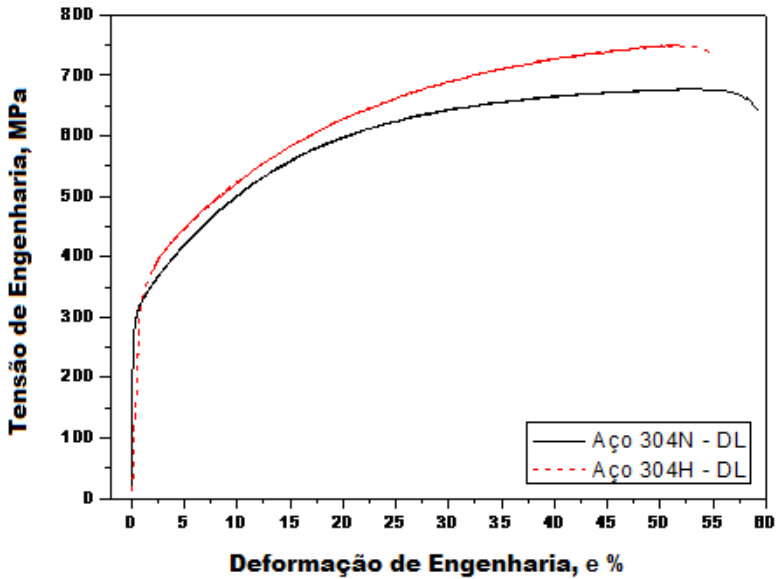
$\epsilon$  (hexagonal compacta) e martensita  $\alpha'$  (cúbica de corpo centrado). A presença da martensita  $\alpha'$  altera significativamente as propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico. Uma vez que a plasticidade é induzida pela transformação da austenita em martensita  $\alpha'$ , a conformabilidade do aço inoxidável austenítico é afetada (SANTOS; ANDRADE, 2008). Este mecanismo é conhecido como efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) e estas transformações de austenita em martensita serão mostradas posteriormente.

Mesmo que a conformabilidade dependa da taxa de endurecimento de acordo com a deformação, a maioria dos trabalhos sobre as propriedades de aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis têm sido focados na estabilidade da austenita. Sendo assim, foi estabelecido que o níquel contribui com a redução da taxa de endurecimento em aços inoxidáveis austeníticos e que o cobre tem um efeito similar (GONZALEZ, 2002).

Como um dos objetivos deste trabalho é estudar o efeito da adição de cobre na transformação martensítica induzida por deformação em um aço inoxidável austenítico, no subcapítulo seguinte será apresentado a influência da adição de cobre neste aço.

### **2.1.3. Efeito do Cobre**

A adição de cobre nos aços inoxidáveis austeníticos reduz a resistência mecânica e aumenta o alongamento, como pode ser observado na Figura 2.2 (ROCHA, 2006), para os aços AISI 304, com (304N) e sem (304H) adição de cobre.



**Figura 2.2 – Resultados do ensaio de tração para os aços 304N e 304H, na direção de laminação. (ROCHA, 2006)**

Apesar da diferença de resistência entre os dois aços visto na figura anterior, a adição de cobre afeta o expoente de encruamento, como pode ser observado na Figura 2.3. Percebe-se que o comportamento dos dois aços é semelhante até 0,12 de deformação. A partir deste valor, o aço 304H apresenta maior valor de  $n$ , mas para maiores deformações, acima de 0,32, o valor de  $n$  é maior para o aço 304N (com adição de cobre).

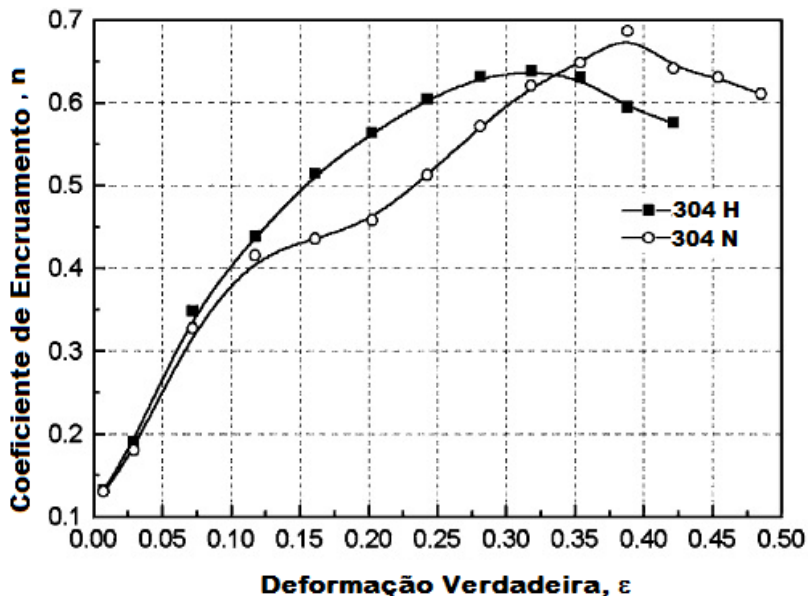


Figura 2.3 – Mudança no coeficiente de encruamento,  $n$ , em relação a deformação verdadeira para os aços inoxidáveis 304 H e 304 N (com adição de cobre). (GONZALEZ, 2002)

O comportamento do encruamento observado na Figura 2.3, que é função das transformações martensíticas induzidas por deformação, também foi observado por Castro (2003). A adição de cobre aumenta a energia de falha de empilhamento (CHOI; JIN, 1996). O aumento da energia de falha de empilhamento aumenta a estabilidade da austenita dificultando a formação de martensita e fazendo com que o encruamento do aço 304N seja menor do que o do aço 304H até 0,32 de deformação verdadeira.

Esta relação entre energia de falha de empilhamento e transformações martensíticas será abordada com mais detalhes a seguir.

#### 2.1.4. Energia de Falha de Empilhamento

Quando a energia de falha de empilhamento é baixa, as barreiras para a movimentação das discordâncias permanecem efetivas para níveis mais altos de tensão do que em um material de mais alta energia de falha

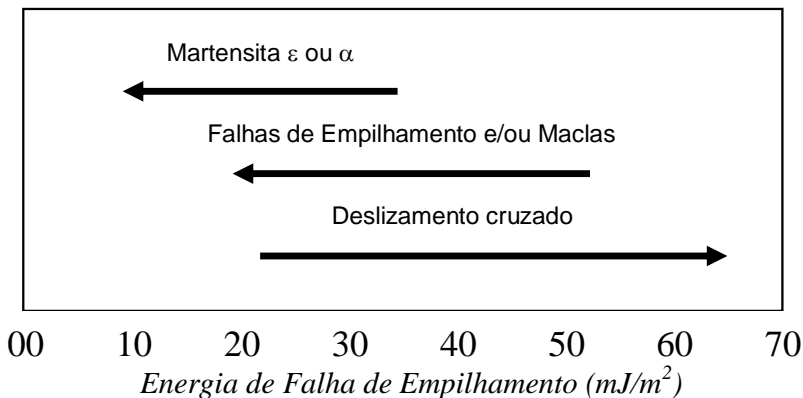
de empilhamento, isto é, um material com baixa energia de falha de empilhamento tende a encruar mais. Neste caso, quanto menor o valor de energia de falha de empilhamento, maior o valor do expoente de encruamento, e com isto, maior resistência mecânica, baixa taxa de fluência, e uma maior suscetibilidade à formação de martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos (HILL, 1984; PADILHA, 2000; ANTUNES, 2010; LEE et al, 2010).

A baixa energia de falha de empilhamento, que é um parâmetro influenciado pela temperatura e composição química, favorece as transformações martensíticas  $\gamma \rightarrow \epsilon$  e  $\gamma \rightarrow \alpha'$  (TAVARES, 2009). Na Tabela 2.2 (HERTZBERG, 1996) são apresentados alguns valores típicos para diferentes metais e ligas.

**Tabela 2.2 – Energia de falha de empilhamento para metais CFC (HERTZBERG, 1996).**

Metal	Energia de Falha de Empilhamento (mJ/m <sup>2</sup> )
Latão	<10
Aço Inox. Austenítico 303	8
<b>Aço Inox. Austenítico 304</b>	20
Aço Inox. Austenítico 310	45
Ag	~25
Au	~75
Cu	~90
Ni	~200
Al	~250

Simoneau et al. (1987) desenvolveram um diagrama, Figura 2.4, que mostra o efeito do aumento da energia de falha de empilhamento sobre os defeitos cristalinos e microestruturas desenvolvidas na deformação de uma liga resistente ao desgaste por cavitação. Com a redução da energia de falha de empilhamento, há uma maior tendência de formação de falhas de empilhamento, maclas e martensitas  $\alpha'$  e  $\epsilon$ .



**Figura 2.4 – Correlações entre os mecanismos de deformação, energia de falha de empilhamento e microestruturas na liga 0,3%C-17%Cr-10%Mn-3%Si-10%Cr-0,1%N (Simoneau et al., 1987).**

## 2.2. *Martensitas*

A martensita pode ser formada tanto pelo resfriamento rápido da austenita, como pela deformação da austenita metaestável inicial. A formação de martensita nas ligas metálicas causa, como já dito, um aumento da resistência mecânica, porém, em algumas situações pode também contribuir para o aumento da deformação uniforme do material (DIETER, 1984).

Nas ligas ferrosas, existem três tipos diferentes de estrutura cristalina de martensitas: a martensita  $\alpha'$  - CCC ou TCC, a martensita  $\epsilon$  - HC e, a martensita – TFC (tetragonal de face centrada). A mais comum é a  $\alpha'$ , formada em ligas Fe-C e Fe-Ni. A martensita  $\epsilon$  pode se formar em ligas ferrosas, onde a austenita tenha uma baixa energia de falha de empilhamento, tais como nas ligas Fe-Cr-Ni e Fe com alto Mn (SINHA, 2003).

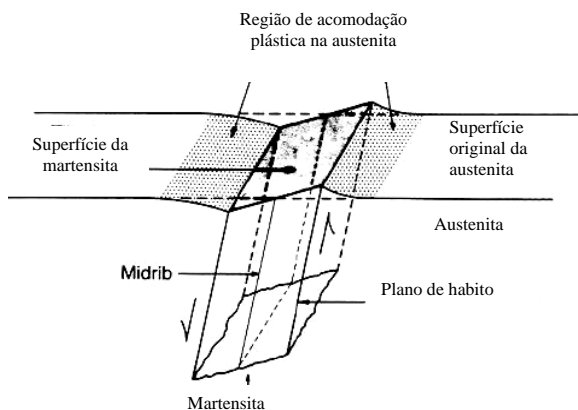
A martensita  $\alpha'$  e a martensita  $\epsilon$  podem formar-se espontaneamente no resfriamento dos aços inoxidáveis austeníticos abaixo da temperatura ambiente. Já a martensita TFC, que não será abordada neste trabalho, é incomum, sendo observada somente em ligas Fe-Pt e Fe-Pd.

### 2.2.1. Transformações Martensíticas

A transformação martensítica ocorre sem difusão, onde os movimentos atômicos ocorrem de forma ordenada e cooperativa, conhecida como transformação militar, e envolvem distâncias pequenas, menores que os parâmetros do reticulado.

A fase matriz e a martensita apresentam em geral relações de orientação cristalográficas entre si. A região transformada sofre mudanças de forma (Fig. 2.5), com aparecimento de relevo e aumento da resistência mecânica, devido a um grande aumento no número de discordâncias (BROOKS, 1982).

A Figura 2.5 mostra as características da transformação da austenita em martensita.



**Figura 2.5 – Modelo de transformação martensítica (ASM HANDBOOK V2. 1993)**

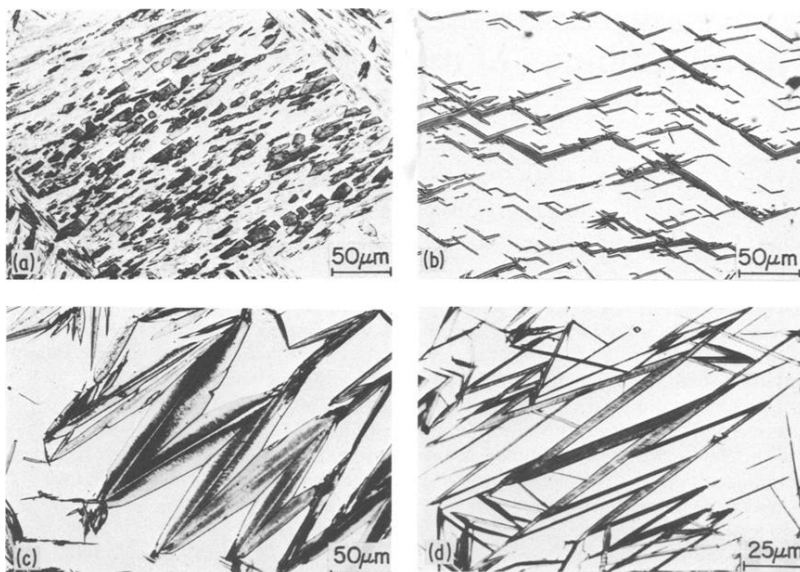
A martensita formada é deslocada pelo corte parcial acima e abaixo da superfície da austenita. Assim, a transformação por cisalhamento gira ou inclina a superfície originalmente horizontal da fase mãe formando uma nova orientação.

Os planos cristalinos preferenciais da austenita que irão formar martensita são denominados de planos de hábito, que variam de acordo com a composição química da liga. O plano denominado “midrib” (Fig. 2.5) é geralmente considerado como sendo o plano inicial para a formação de uma placa de martensita (ASM HANDBOOK V2. 1993).



### 2.2.2. Morfologias da Martensita

Comumente, as morfologias da martensita encontradas em aços carbono e baixa liga são as em ripas e em placas, porém, mais duas morfologias podem ser observadas, sendo elas: lenticular e borboleta. A Figura 2.6 mostra os quatro tipos de martensitas citados acima:



**Figura 2.6 - Morfologias da martensita formada em ligas de Fe-Ni-C. (a) ripas, (b) borboleta, (c) lenticular e (d) placas finas (UMEMOTO, 1983)**

Estas martensitas diferem não somente por suas morfologias, mas também por suas cristalografias. De acordo com estudos anteriores, a martensita em ripas se forma próxima ao plano  $\{111\}_f$ , onde  $_f$  significa retículo de fase centrada, contendo alta densidade de discordâncias, a martensita borboleta se forma no plano  $\{225\}_f$ , a lenticular no plano  $\{259\}_f$  ou  $\{3\ 10\ 15\}_f$  e placas finas de martensita são formadas em  $\{3\ 10\ 15\}_f$  (UMEMOTO, 1983).

Nas ligas Fe-C, a martensita em ripas se forma nas ligas com menos de 0,8% de carbono em peso, com carbono entre 0,98 e 1,42% se forma a martensita borboleta e com mais de 1,56% de carbono a martensita lenticular. Nas ligas Fe-Ni-C, as morfologias da martensita variam em função da temperatura de transformação e da composição.

Para ligas com o mesmo teor de carbono, a morfologia varia de ripas para borboleta, leticular e placas, à medida que a temperatura de transformação diminui. Nas ligas Fe-Cr-C, só foi observado a formação das martensitas em ripas e em placas. A Figura 2.7, mostra de forma esquemática a região das várias morfologias da martensita em função da porcentagem de carbono e temperatura de transformação ( $M_s$ ) para ligas de Fe-Ni-C (UMEMOTO, 1983)

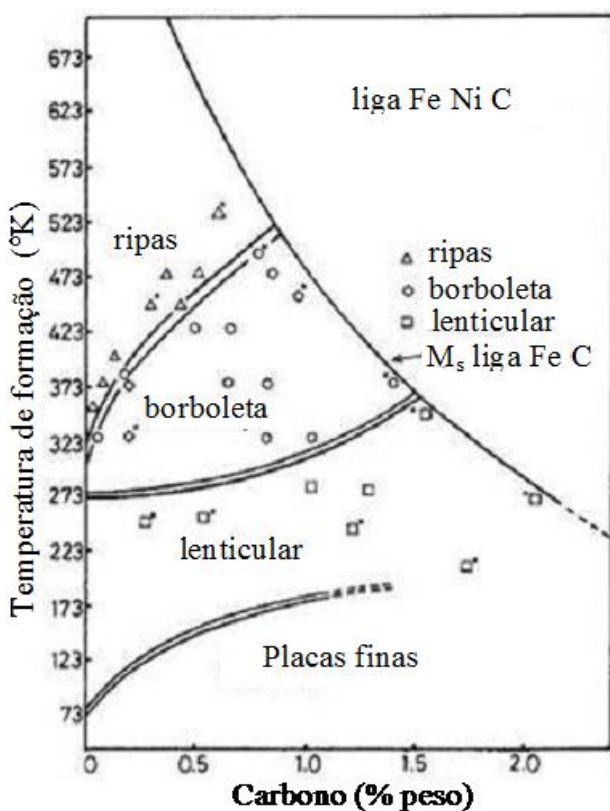
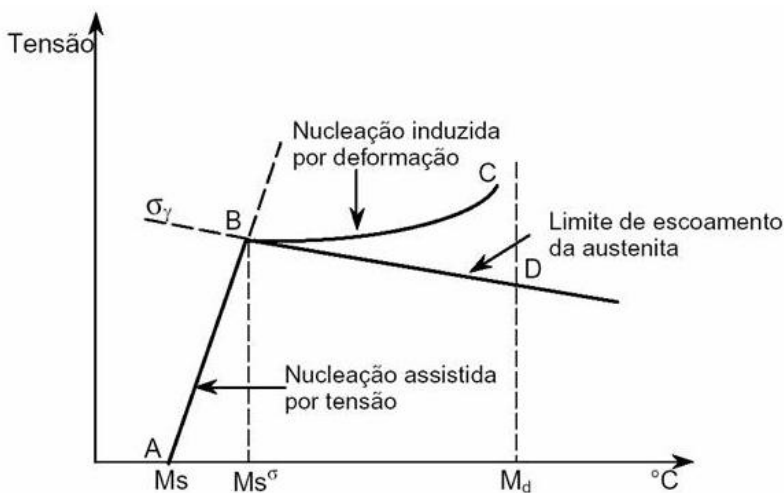


Figura 2.7 – Mapas de Morfologias de martensita obtida em função da temperatura de formação ( $M_s$ ) e porcentagem de carbono (UMEMOTO, 1983).

### 2.2.3. Martensitas Induzidas por Deformação

A transformação de  $\gamma/\alpha'$  pode ocorrer de três formas: transformação espontânea (térmica), nucleação assistida por tensão e nucleação induzida por deformação.

O efeito da temperatura e da tensão aplicada para cada modo de transformação podem ser observadas no diagrama da Figura 2.8.



**Figura 2.8 – Diagrama esquemático apresentando a mudança da nucleação de martensita assistida por tensão para induzida por deformação, em função da tensão e da temperatura (adaptado de BLECK, 2002)**

A transformação espontânea ocorre quando o material é resfriado numa temperatura abaixo do início de formação da martensita ( $M_s$ ). Logo acima da  $M_s$ , trecho AB da figura 2.8, a martensita pode se formar pela aplicação de uma tensão elástica (nucleação assistida por tensão), que ocasiona uma deformação também elástica. Esse tipo de transformação da martensita ocorre até o escoamento da austenita, a uma temperatura designada por  $M_s^\sigma$ .

Acima de  $M_s^\sigma$ , a martensita nucleia a partir do início do limite de escoamento da austenita (ponto B da figura 2.8), nessa faixa de

temperatura (trecho BC) a austenita é deformada e a nucleação da martensita  $\alpha'$  é induzida por deformação plástica, cuja tensão aplicada correspondente permanece aproximadamente constante (início do trecho BC). Acima da temperatura  $M_d$  a austenita se torna mais estável, o que inibe a formação da martensita (BLECK, 2002).

A temperatura  $M_s$  é um parâmetro que indica a estabilidade da austenita em relação à transformação no resfriamento. Esta temperatura varia em função da composição química do aço. A temperatura  $M_s$  em aços austeníticos pode ser estimada por várias fórmulas empíricas, entre elas as de Sinhá, (2003) (Eq. 2.3) e Eichelman and Hull apud Krupp, (2010) (Eq. 2.4).

$$M_s = 75(14,6 - Cr) + 110(8,9 - Ni) + 60(1,33 - Mn) + 50(0,047 - Si) + 3000[0,068 - (C + N)] \quad (2.3)$$

$$M_s = 1350 - 1665(C + N) - 28(Si) - 33(Mn) - 42(Cr) - 61(Ni) \quad (2.4)$$

Os valores são apresentados em porcentagem em peso.

A composição química pode ser ajustada para aumentar ou reduzir a estabilidade microestrutural antes da deformação imposta. O parâmetro comumente utilizado é a temperatura  $Md_{30}$ , que representa a temperatura onde, uma deformação verdadeira de 0,3, forma 50% de martensita. Em outras palavras, quanto menor a temperatura de  $Md_{30}$ , maior será a estabilidade da austenita. Uma das equações utilizada para estimar o valor de  $Md_{30}$  é apresentada a seguir:

$$Md_{30}(^{\circ}C) = 551 - 462(C + N) - 9.2Si - 8.1Mn - 13.7Cr - 29(Ni + Cu) - 18.5Mo - 68Nb - 1.42(d - 8) \quad (2.5)$$

Os valores são apresentados em porcentagem de peso e  $d$  representa o tamanho de grão ASTM da austenita.

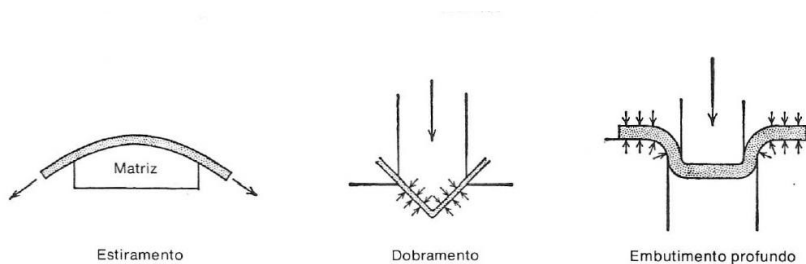
Com a redução do tamanho de grão da austenita, há a redução da temperatura  $Md_{30}$ , influenciando na estabilidade da estrutura. A temperatura  $Md_{30}$  pode reduzir de 1,4 °C se  $(d - 8)$  da equação (2.5) for igual a 1. Como observado, a quantidade das fases induzidas por tensão é afetada pela temperatura e a deformação impostas. Baixas temperaturas de deformação e/ou grandes deformações plásticas resultam numa grande quantidade de martensita  $\alpha'$  (ROCHA; OLIVEIRA, 2009).

### 2.3. Conformabilidade de chapa

A conformação de chapas metálicas é o processo de transformação mecânica que consiste em conformar uma chapa plana à forma de uma matriz, através da expansão e contração das dimensões de todos os seus elementos de volume nas três direções principais mutuamente perpendiculares. Assim, a chapa plana adquire uma nova forma geométrica sendo o resultado da integração de todas as distensões e contrações locais do elemento de volume (DIETER, 1981).

As principais variáveis que afetam o processo de conformação de chapas são: o comportamento elástico e plástico da região deformada, a trajetória da deformação plástica, as propriedades do material antes da conformação, a interação entre a ferramenta e a peça, a geometria do ferramental, as propriedades do produto final, o equipamento de conformação e o tipo de processo de produção (FREITAS; MOREIRA, 2011).

Existem algumas maneiras de classificar a conformação de chapas metálicas e uma delas é através de operações específicas tais como dobramento, estiramento, embutimento, corte em prensa etc. Algumas delas podem ser visualizadas na Figura 2.9.

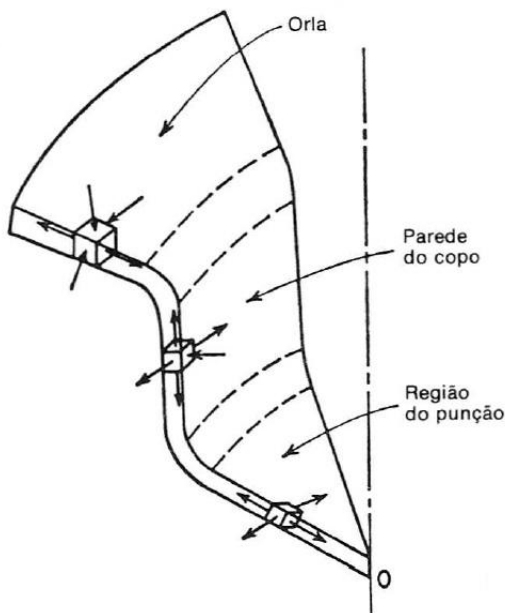


**Figura 2.9 – Operações típicas de conformação de chapas (adaptado de Dieter, 1981)**

Existe também a conformação mecânica de chapas metálicas classificada como estampagem profunda, a qual é aplicada neste trabalho, e que, conforme Dieter (1981), consiste em modelar chapas planas em artigos em forma de copo. A estampagem é realizada colocando-se uma amostra do tamanho adequado sobre uma matriz de

forma definida e comprimindo o metal com um punção para o interior desta matriz.

Na estampagem profunda de um copo, o metal é submetido a três tipos diferentes de deformação. A Figura 2.10 representa as deformações e tensões desenvolvidas num segmento do blank circular durante a estampagem.



**Figura 2.10 - Tensões e deformações presentes em uma seção de um copo embutido (Dieter, 1981).**

O metal situado no centro do disco, sob a cabeça do punção, é acomodado em torno do perfil do punção e, assim, tem sua espessura reduzida. Nesta região o metal está sujeito a um estado biaxial de tração devido à ação do punção. O metal situado em toda a parede do blank é deformado radialmente para o interior em direção da garganta da matriz e, à medida que isto ocorre, a circunferência externa deve decrescer continuamente desde a dimensão do disco original até aquela relativa à peça final. Isto significa que o metal está submetido a uma deformação compressiva na direção circunferencial e a uma deformação trativa na direção radial. Quando o metal ultrapassa o raio da matriz, é

primeiramente dobrado e depois endireitado, ao mesmo tempo que sofre um esforço de tração. Este dobramento plástico sob tração resulta numa considerável redução de espessura, que reduz o aumento da mesma, produzido pela contração circunferencial. Entre a zona interna tracionada e a zona externa contraída existe um estreito anel do metal que não foi dobrado, seja sobre a matriz, seja sobre o punção. O metal nesta região foi submetido apenas a um carregamento de tração ao longo da operação de estampagem.

Uma maneira tradicional de se avaliar a capacidade dos materiais à conformação é através de ensaios simulativos, apresentados no próximo subcapítulo.

### **2.3.1. Ensaios de conformabilidade**

Devido à complexidade inerente aos processos de conformação de chapas metálicas, as medidas das propriedades mecânicas feitas simplesmente a partir de ensaios de tração são de valor limitado. Vários ensaios simulativos foram desenvolvidos para avaliação de estampabilidade da chapa e melhor representarem as condições de estampagem. Os mais utilizados são: ensaio Erichsen, Olsen, Swift e Fukui.

O ensaio de Swift é padronizado para o embutimento e nele a estampabilidade é expressa em termos da razão limite de estampagem. Nos testes de Olsen e Erichsen, a chapa é fixada entre dois anéis metálicos enquanto que um punção, geralmente esférico, é pressionado contra a chapa até que esta se fracture. O parâmetro medido é a profundidade do abaulamento que se forma na chapa antes da ruptura. Nestes testes a chapa é submetida principalmente a um estiramento, enquanto que no ensaio de Swift ocorre praticamente um embutimento puro. No entanto, a maioria das operações práticas de conformação de chapas é realizada através de uma combinação de estiramento biaxial e embutimento. O teste de Fukui, no qual um copo cônico é produzido pela ação de um punção hemisférico, fornece uma combinação de estiramento com embutimento (DIETER, 1981).

### 2.3.2. Curva Limite de Conformação

O conceito do diagrama limite de conformação ou curva limite de conformação (CLC) introduzido por Keeler e Goodwin (KEELER, 1965 e GOODWIN, 1968) pode representar de forma abrangente a conformabilidade de chapas metálicas e tem sido usado amplamente como um dos critérios para a otimização de processos de estampagem e na elaboração de matrizes. Esses diagramas indicam as principais deformações  $\varepsilon_1$  e  $\varepsilon_2$  na instabilidade difusa ou localizada no estado plano de tensão, para diferentes caminhos de deformação (BLECK et al, 1997).

Uma CLC é um diagrama empiricamente construído, largamente utilizado para descrever o lugar geométrico das deformações principais críticas que ocorrem na superfície da chapa, para as quais a estrição altamente localizada se torna visível ou ocorre a fratura. Uma CLC é também algumas vezes referida como “mapa de conformabilidade”, que mostra, para diferentes condições de carregamento, a máxima deformação que a chapa metálica pode suportar antes do início da estrição, ou de sua fratura (ROCHA,2006).

A CLC pode ser determinada com o auxílio de um ferramental simples empregando-se corpos de prova de diferentes larguras, estas visam simular desde condições de deformação em tração-compressão, até as condições de tração-tração. O ensaio consiste em imprimir, eletroquimicamente ou através de “silk-screen”, uma grade circular na superfície das chapas e as mesmas são presas por um prensa-chapas, o qual impede o seu livre deslocamento para o interior da matriz. O ensaio é executado até o aparecimento da estrição ou de fratura das calotas, sendo então interrompido. Faz-se a medição dos círculos deformados, na sua largura e comprimento na região da falha e os valores registrados em um gráfico de deformações principais (RAJ; KUMAR; PADMANABHAN, 1998).

A Figura 2.11 mostra a CLC e as amostras obtidas segundo o ensaio Nakazima e a Figura 2.12 mostra a comparação entre as CLCs dos aços inoxidáveis austeníticos 304H e 304N (com adição de cobre).



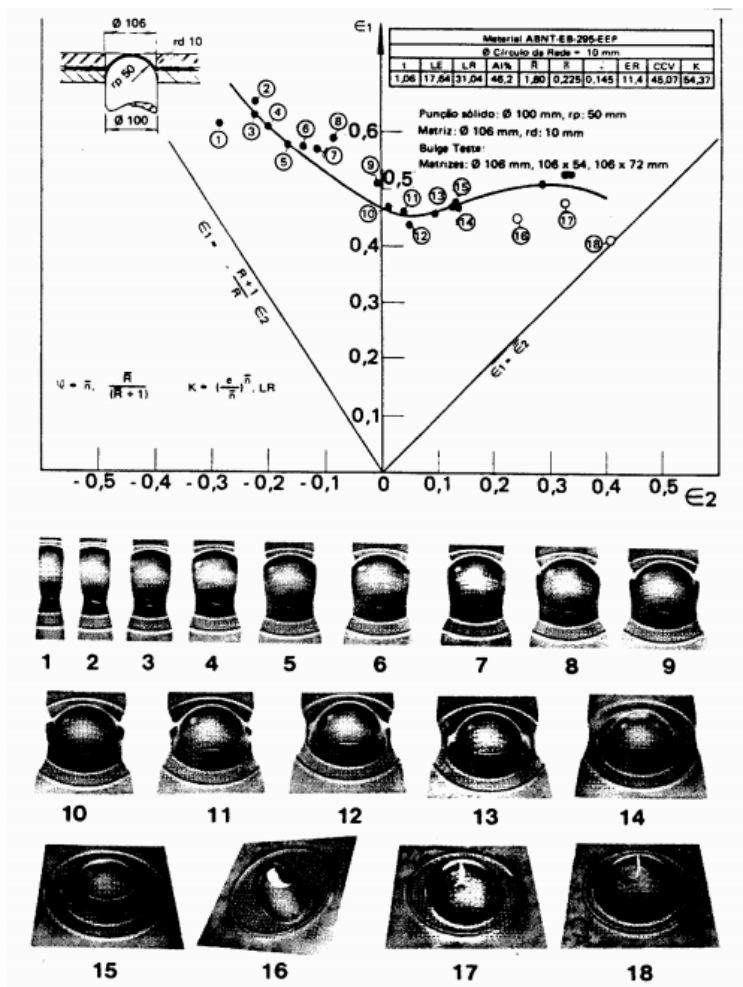
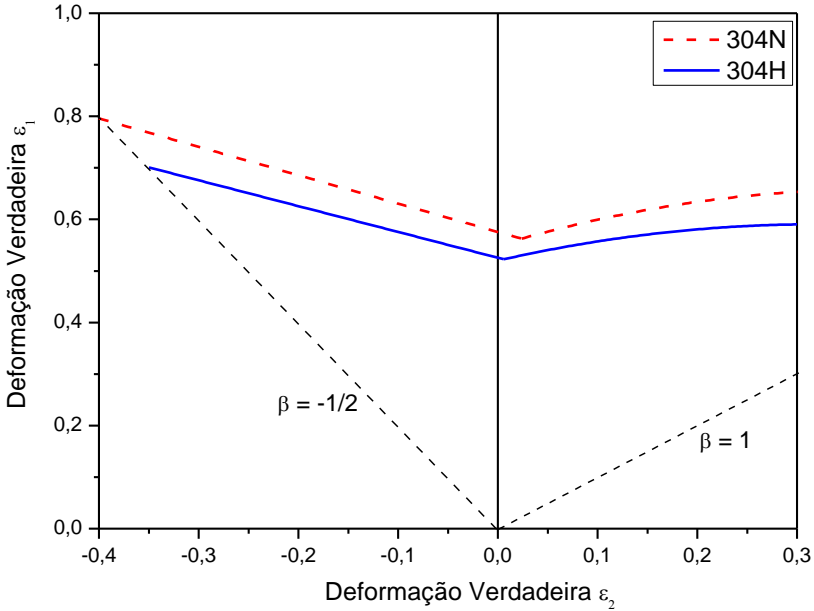


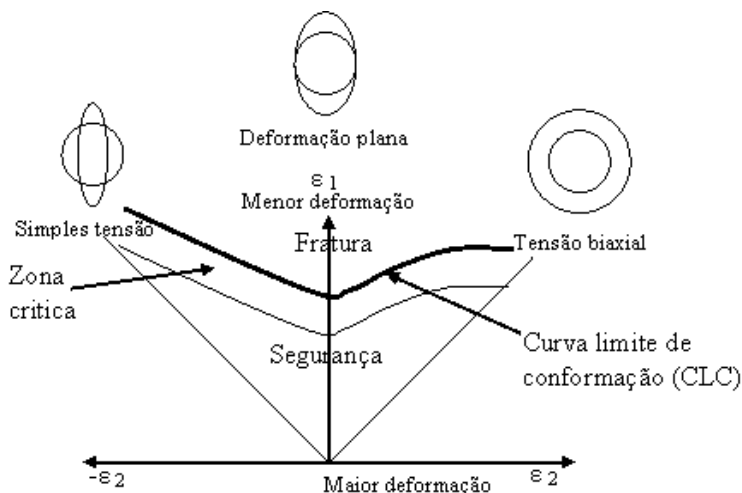
Figura 2.11 – Curva Limite de Conformação e amostras obtidas segundo o ensaio Nakazima (CHEMIN, 2004)



**Figura 2.12 – Comparação das curvas de limite de conformação entre os aços inoxidáveis austeníticos 304H e 304N (com adição de cobre). (ROCHA, 2009)**

O conjunto de pontos registrados para as diferentes larguras no ensaio de Nakazima permite a construção da curva de limite de conformação, CLC, para a avaliação de chapas metálicas sob diferentes condições de deformação.

A CLC (Figura 2.12) permite inferir se o estado de deformação a ser aplicado ao material é viável, isto é, sem que ocorra a sua ruptura (ou estricção). Ela possibilita prever se o material utilizado é adequado para a peça projetada, bem como ajustar as condições de lubrificação e geometria do ferramental adotado no processo para melhorar a sua conformação.



**Figura 2.13 – Esquema da curva limite de conformação (CLC), mostrando a região de falha, segurança e zona crítica (GILAPA, 2010)**

Ao fraturar o material no processo de deformação, medem-se as deformações principais na superfície da chapa, acompanhando as deformações que ocorreram no retículo constituído pelos círculos que foram previamente impressos. Através das elipses formadas é possível saber qual tipo de tensão a chapa sofreu: tensão simples, deformação plana ou tensão biaxial.

A curva, apresentada na Figura 2.12, permite também diferenciar três regiões: a região de fratura, acima da curva CLC; a zona denominada crítica (10% abaixo da curva de fratura) onde pode haver uma probabilidade de instabilidade plástica; e a região de segurança, onde as operações de conformação podem ser realizadas com sucesso (GILAPA, 2011).

### 2.3.1. Expoente de encruamento

O expoente de encruamento, representado por “ $n$ ”, na relação proposta por Hollomon, Equação 2.6, indica a habilidade do metal de resistir à deformação localizada. No ensaio de tração a deformação verdadeira uniforme,  $\varepsilon_u$ , é numericamente igual a  $n$ . Quanto maior o valor de  $n$ , maior será a capacidade do material ser estirado.

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^n \quad (2.6)$$

Onde:  $n$  é o expoente de encruamento,  $K$  uma constante inerente ao material,  $\sigma$  é a tensão verdadeira e  $\varepsilon$  a deformação verdadeira.

Um método de obtenção do valor do coeficiente de encruamento é através da linearização da curva tensão x deformação obtida no teste uniaxial de tração (KEELER, 1968). A equação 2.7 mostra esta linearização.

$$\log \sigma = \log K + n \log \varepsilon \quad (2.7)$$

A equação 2.7 representa uma reta com equação  $y = a + nx$  (Figura 2.13) e  $n$  é o coeficiente angular desta reta.  $K$  é o valor da tensão para a deformação igual a 1. Se a linha é curva, um  $n$  instantâneo precisa ser calculado para cada valor de deformação de interesse. A linha pode ter dois segmentos retos. Isto ocorre para alguns aços inoxidáveis. Neste caso, cada segmento precisa ser descrito pelo seu próprio valor de  $n$ . Para a maioria dos aços baixo carbono e muitos dos materiais não ferrosos, comumente são usados somente uma constante  $n$  para representar a curva tensão x deformação.

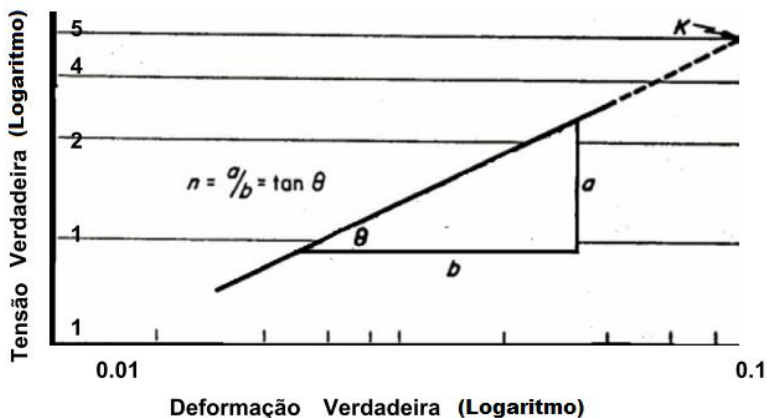


Figura 2.14 - Cálculo do valor de  $n$  (KEELER, 1968).

A Figura 2.14 mostra duas curvas tensão x deformação verdadeira para materiais com diferentes valores de  $n$ , um com alto valor (0,5) e o outro com baixo valor (0,1). Quanto menor o valor de  $n$ , menor é o encruamento e menor a diferença entre o limite de escoamento e o de resistência.

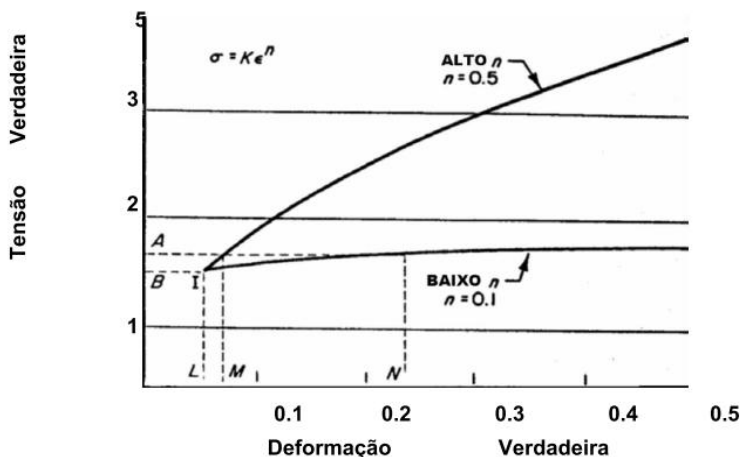


Figura 2.15 - Curva tensão x deformação verdadeira (KEELER, 1968)

Embora, sejam considerados constantes do material,  $K$  e  $n$  dependem da história termomecânica do mesmo. Ou seja,  $K$  e  $n$  são dependentes da microestrutura do material (ROCHA, 2006). Entretanto, a equação de Hollomon não representa de forma adequada o comportamento dos aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis devido à instabilidade plástica das transformações martensíticas durante a deformação, e onde  $n$  não é constante, mas uma função da deformação  $\epsilon$  e das transformações de fases.

O mecanismo de encruamento envolve o aumento da densidade de discordâncias, bem como a diminuição de sua mobilidade. O endurecimento ocorre, basicamente, porque os metais se deformam plasticamente através da geração e movimentação de discordâncias, que interagem entre si ou com outros defeitos cristalinos, ou indiretamente com o campo de tensões internas de vários defeitos e barreiras. Dessa forma, haverá uma redução na mobilidade das discordâncias, a qual é acompanhada pela necessidade de maior tensão para que haja a deformação plástica (DIETER, 1986).

Além do expoente de enruamento, outra propriedade que afeta a habilidade de um material ser conformado é o coeficiente de anisotropia, que será abordado a seguir.

### **2.3.2. Anisotropia**

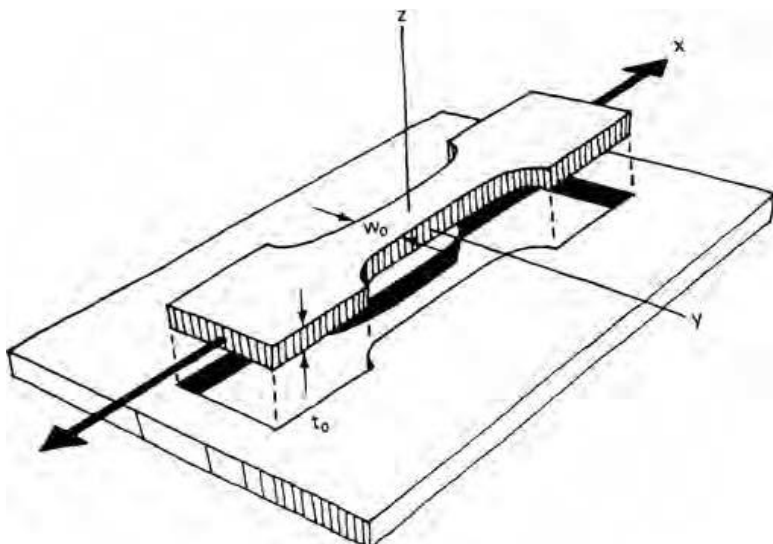
Um material isotrópico é aquele que apresenta as mesmas propriedades para qualquer direção. No entanto, devido aos processos de fabricação, os materiais tendem a apresentar propriedades que são dependentes da direção. Esses materiais são chamados de anisotrópicos.

Existe uma tendência dos grãos terem certos planos cristalográficos ou direções, claramente alinhadas com a direção da laminação. Como resultado, alguns sistemas são orientados, o que permite uma deformação mais fácil em algumas direções do que em outras. Esta condição cria a anisotropia plástica, em que as propriedades na direção de laminação são diferentes das direções transversais, de forma que a curva tensão-deformação é afetada por esta orientação cristalográfica (CHEMIN, 2004).

Um parâmetro útil para descrever a anisotropia plástica é através da relação  $r$ , chamada de coeficiente de anisotropia ou valor de  $r$ :

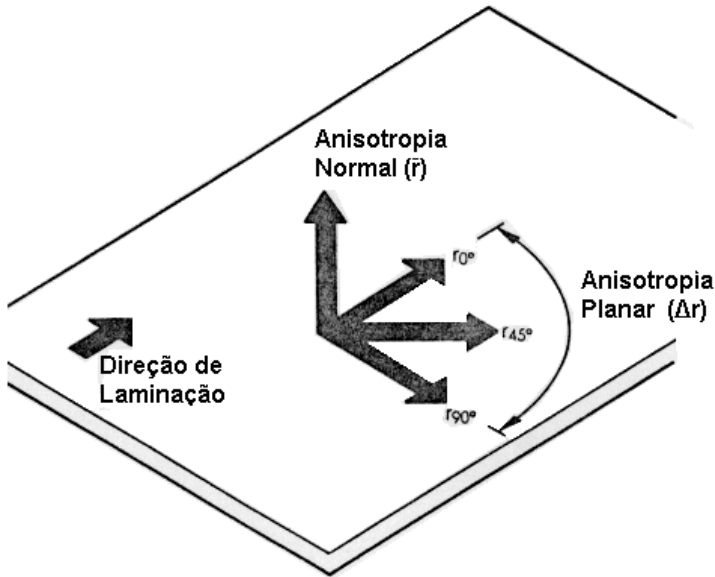
$$r = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_t} = \frac{\ln(w/w_0)}{\ln(t/t_0)} \quad (2.8)$$

Onde a anisotropia plástica é determinada pela razão entre a deformação na largura ( $\varepsilon_w$ ) e a deformação na espessura ( $\varepsilon_t$ ), como pode ser observado na Figura 2.15.



**Figura 2.16 – Esquema que mostra a relação entre largura e espessura do corpo de prova para determinar a anisotropia plástica, ou seja, o valor de  $r$  (HOSFORD; CADDELL, 2007)**

Pode existir uma variação nas propriedades mecânicas em diferentes direções no plano da chapa, e é de interesse uma relação média do comportamento de deformação ao longo deste plano. Pode-se caracterizar então, o coeficiente de anisotropia normal, a partir de medidas das deformações nas direções  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e a  $90^\circ$  (Figura 2.16) em relação à direção de laminação.



**Figura 2.17 - Representação das principais direções avaliadas para o cálculo da anisotropia plástica de chapas (ROCHA, 2006 apud SME Handbook, 1978)**

Após determinar os coeficientes de anisotropia para cada direção, as mesmas são então utilizadas para a determinação do coeficiente de anisotropia normal,  $\bar{R}$  (Eq. 2.9) e planar,  $\Delta r$  (Eq. 2.10), pelo qual se verifica a variação do comportamento da deformação nas diferentes direções no plano da chapa.

$$\bar{R} = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad (2.9)$$

$$\Delta r = \frac{r_0 + r_{90} - 2r_{45}}{2} \quad (2.10)$$

Onde:  $r_0$ ,  $r_{45}$ , e  $r_{90}$  são as anisotropias calculadas na direção de laminação, a  $45^\circ$  e transversal a direção de laminação, respectivamente.



O valor de  $\bar{R} = 1$  é um indicativo de igual resistência ao escoamento na direção da espessura da chapa, em relação às outras direções. Se a resistência na direção da espessura é maior que a média da resistência nas diferentes direções do plano da chapa, a relação de deformação média é maior que a unidade, ou seja,  $\bar{R} > 1$ . Neste caso, o material é resistente ao afinamento e terá maior resistência ao escoamento em condições de compressão-compressão ou tração-tração.

Em geral,  $\bar{R}$  é comumente relacionado com a profundidade do embutimento. Maiores valores de  $\bar{R}$  permitem um embutimento mais profundo. (HOSFORD; CADDELL, 2007; DIETER, 1986).

Quanto ao coeficiente de anisotropia planar, se a chapa metálica apresentar um  $\Delta r = 0$ , isto indica que o material apresenta um comportamento isotrópico em relação ao plano da chapa. É de interesse nas operações de embutimento que  $\Delta r$  seja igual ou próximo de zero, pois isto permite uma deformação uniforme sem a formação de “orelhas” em um produto estampado (ROCHA, 2006).

Na Tabela 2.3 são mostrados valores de  $\bar{R}$  e  $\Delta r$  para alguns aços inoxidáveis. Estes valores também podem ser afetados pela porcentagem de redução a frio, executada na laminação inicial das chapas, como pode ser observado na Tabela 2.4, onde maiores valores de deformações resultaram em  $\Delta r$  mais altos.

**Tabela 2.3 – Valores típicos de  $\bar{R}$  e  $\Delta r$  para aços inoxidáveis austeníticos (Guida, 2005)**

Tipo	$\bar{R}$	$\Delta r$
302	0,96	-0,14
304	0,95	-0,06
316	0,96	-0,17

**Tabela 2.4 – Efeito da redução a frio no  $\bar{R}$  e  $\Delta r$  para o aço austenítico 304 (Guida, 2005).**

% de Redução	$\bar{R}$	$\Delta R$
69	0,97	-0,18
53	1,04	-0,31

O grau de anisotropia é estreitamente relacionado à estrutura cristalina do metal ou liga. Em geral, a anisotropia desenvolve-se mais fortemente em metais com estrutura hexagonal (berílio, titânio, zircônio) do que em metais com estrutura cúbica de corpo centrado ou face centrada (aço, cobre, alumínio, bronze). Os elementos de liga adicionados e a sua porcentagem também influenciam a natureza da anisotropia. Para um dado metal e composição, a anisotropia plástica é uma consequência de toda sua história de processamento.

## **2.4. Medidas Magnéticas**

Como já dito ao longo deste trabalho, nos aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis podem se formar a martensita  $\epsilon$ , uma fase paramagnética e a martensita  $\alpha'$ , uma fase ferromagnética, induzidas por deformação.

As pequenas porcentagens e variações da martensita  $\epsilon$  com a deformação e a sua formação pouco afetam o comportamento da conformabilidade destes materiais (ROCHA e OLIVEIRA, 2009, GILAPA, 2011). Torna-se, portanto, relevante a utilização de técnicas de análise que permitam determinar somente a variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  com a deformação.

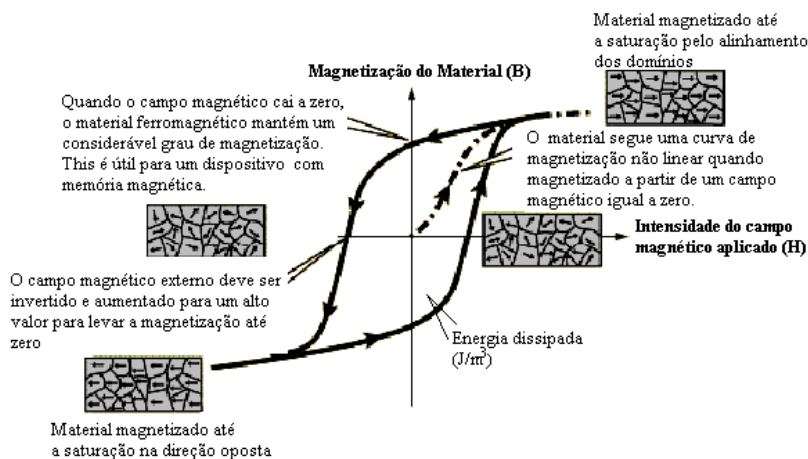
Métodos magnéticos para detectar a permeabilidade magnética e a saturação magnética podem ser utilizados para estimar a porcentagem de martensita  $\alpha'$ . Os métodos utilizados neste trabalho serão apresentados a seguir.

### **2.4.1. Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)**

Quando um material ferromagnético é submetido a um ciclo de varredura de campo magnetizante  $H$ , ocorre um rearranjo da distribuição dos momentos magnéticos para manter reduzida a energia do sistema. Há dois mecanismos relevantes que poderão atuar para compensar o efeito do campo magnético externo: o deslocamento das paredes de domínios e a rotação dos momentos. O primeiro atua no sentido de aumentar o número de regiões com direções de magnetização alinhadas com o campo magnético externo. Este processo acaba suprimindo as demais paredes de domínios. Quando este mecanismo não é mais

possível, ocorre então a rotação dos momentos que tendem ao alinhamento com o campo magnético externo (ZAHO et al, 2000)

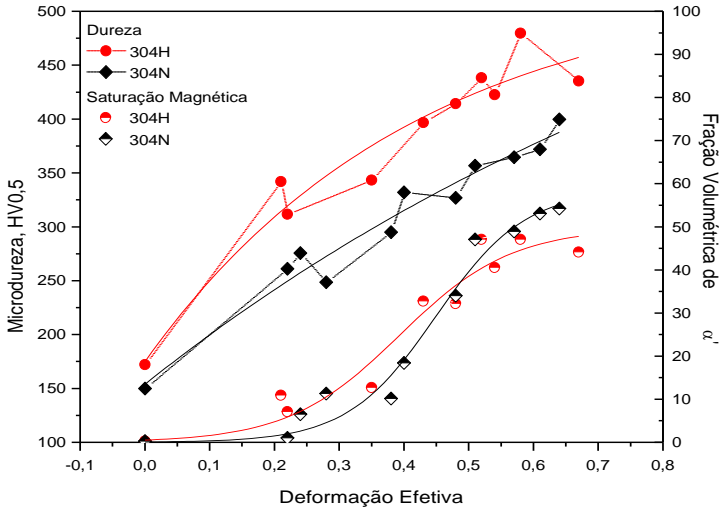
A Figura 2.17 apresenta uma curva típica de um material ferromagnético policristalino de alta permeabilidade, submetido a elevados níveis de indução sob regime de corrente alternada. Como ilustração, diagramas simplificados das configurações dos domínios magnéticos dentro de um grão são apresentados, de acordo com o nível de magnetização. Alguns parâmetros importantes podem ser obtidos desta curva: campo coercivo ( $H_c$ ), indução remanescente ( $B_r$ ), indução de saturação ( $B_s$ ), permeabilidade ( $B/H$ ) e permeabilidade incremental ( $dB/dH$ ).



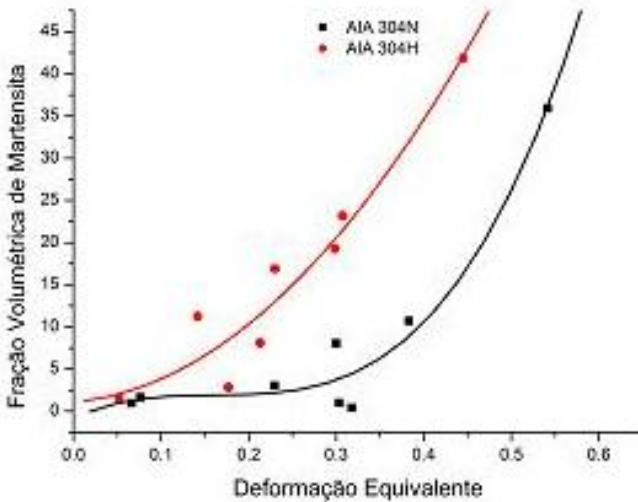
**Figura 2.18 - Representação simplificada da curva de histerese magnética e das configurações dos domínios magnéticos (KITTEL 1996, apud ROCHA 2006).**

O magnetômetro de amostra vibrante, criado por S. Foner, é uma técnica efetiva para caracterização das propriedades magnéticas dos materiais. Baseada na lei de indução de Faraday, onde a força eletromotriz (fem) induzida sobre o circuito é igual à taxa de variação do fluxo magnético (BURGEI; PECHAN; JAEGER, 2003).

Rocha (2006) e Gilapa (2009) utilizaram a técnica do magnetômetro de amostra vibrante para medir a porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente de dois aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis 304 (um deles com maior quantidade de cobre em sua composição química) e compará-los, como podem ser observados nas Figuras 2.18 e 2.19.



**Figura 2.19 - Relação entre a deformação aplicada, microdureza e saturação magnética das amostras deformadas (ROCHA, 2006).**



**Figura 2.20 - Porcentagem em volume de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente para o aço inoxidável austenítico 304 N e AIA 304 H (GILAPA, 2009).**

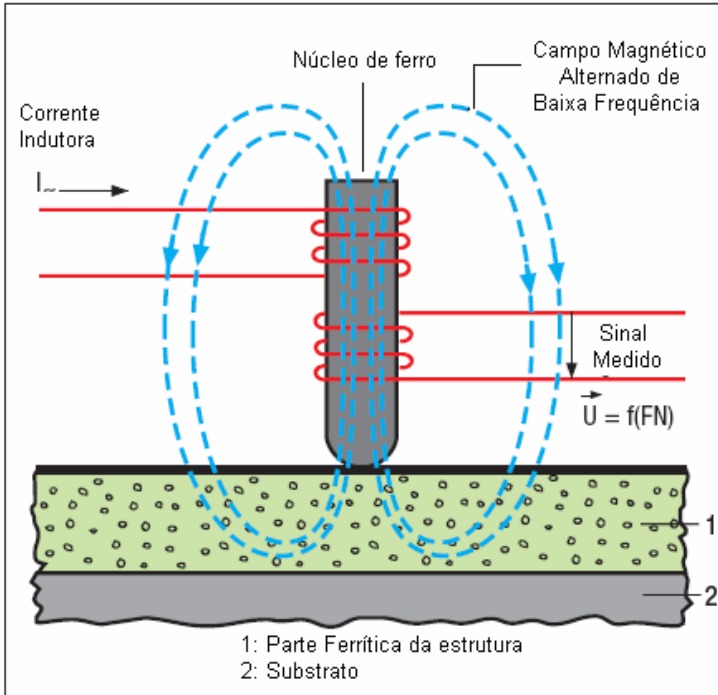
A partir destas curvas, pode-se observar que em baixas deformações,  $\varepsilon_{\text{eff}} < 0,20$ , há pouca martensita- $\alpha'$  formada. Isso sugere que para deformações inferiores a 0,20, a maior contribuição no aumento da resistência deve-se ao encruamento das chapas, promovido pelo aumento na quantidade de discordâncias e formação de martensita- $\varepsilon$ . Isto está em concordância com as observações de Gonzáles et al. (2002), que afirmaram que somente deformações acima de 0,2 seriam significativas para induzir uma maior proporção de martensita- $\alpha'$ .

Apesar de efetiva e muito utilizada, esta técnica possui algumas limitações, tais como: retirada e preparação da amostra, tamanho máximo da amostra, tempo e custo de ensaio.

#### **2.4.2. Ferritoscópio**

A técnica magnética mais fácil para a medição da quantidade de martensita  $\alpha'$  é utilizando um ferritoscópio, utilizada normalmente para a medição da quantidade de ferrita  $\delta$  em aços inoxidáveis austeníticos soldados (TALONEN; ASPEGREN; HÄNNINEN, 2004). O ferritoscópio é um aparelho que emprega um campo magnético para determinar a quantidade de ferrita (fase ferromagnética) presente na amostra.

A medida do ferritoscópio é baseada no método da indução magnética. Um campo magnético gerado por uma bobina interage com a (s) fase (s) magnética (s) da amostra. As mudanças no campo magnético induzem uma voltagem proporcional à quantidade de fase ferromagnética numa segunda bobina. Essa voltagem é então avaliada (SILVA, 2011). A Figura 2.20 ilustra o método de indução magnética de medição (HELMUT, 2006).



**Figura 2.21 – Princípio de funcionamento do ferritoscópio (HELMUT, 2006)**

O princípio de funcionamento do Ferritoscópio baseia-se na permeabilidade magnética do material. A permeabilidade magnética mede a facilidade com que um campo magnético  $B$  pode ser introduzido em um material sob a ação de um campo externo  $H$  (PADILHA, 2000).

No entanto, este princípio de funcionamento causa um erro na medição dos valores porque a permeabilidade magnética da martensita  $\alpha'$  depende também da tensão. Desta maneira, os resultados obtidos por Ferritoscópio devem ser convertidos para as quantidades reais de martensita  $\alpha'$  utilizando uma curva de calibração (TALONEN, 2004).

Gonzalez (2003) utilizou o Ferritoscópio para medir e comparar a porcentagem de martensita  $\alpha'$  em dois aços inoxidáveis austeníticos 304 em função da deformação verdadeira, como pode ser observado na Figura 2.21.

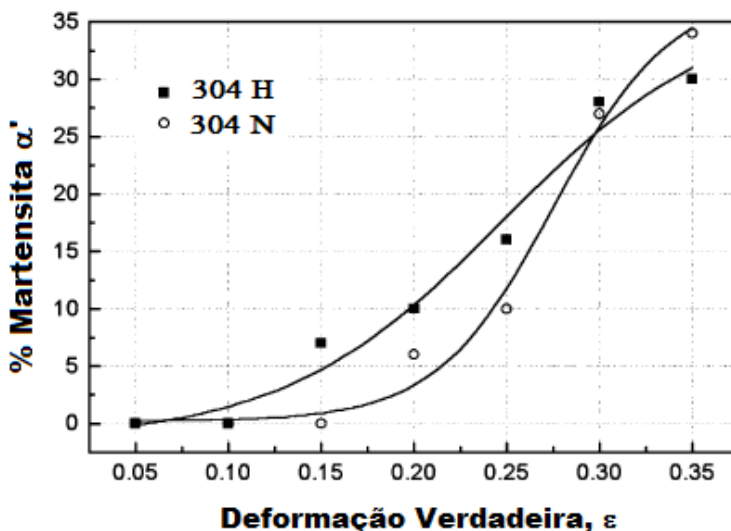


Figura 2.22 – Porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação verdadeira para um aço 304H e 304N (GONZALEZ, 2003)

Como pode ser visto, a porcentagem de martensita  $\alpha'$  para deformação verdadeira de 0,2 é de aproximadamente 3% para o aço 304N e 10% para o aço 304H. Considerando que a técnica foi utilizada para se determinar a influência da adição de cobre em um dos dois aços, que são similares, não foi necessário utilizar uma curva de calibração para determinar a verdadeira quantidade de martensita  $\alpha'$ .

Esta é uma técnica de mais fácil medição, possui as vantagens de ser um equipamento portátil e as medições poderem ser efetuadas *in loco*, porém, como dito anteriormente, a permeabilidade magnética é sensível a outras características microestruturais, tais como a deformação plástica (TAVARES et al, 2010; TALONEN, 2004; KOBAYASHI et al, 2008). Desta forma, a deformação plástica pode ser um parâmetro que influencia na medição, além de limitações quanto à espessura da amostra e distância das bordas.

### 3. METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

#### 3.1. *Metodologia*

No presente trabalho foram utilizados dois aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 - tendo um deles adição de cobre e chamado de 304-Cu - por serem largamente empregados em componentes que necessitam uma boa combinação de resistência mecânica e conformabilidade e ainda pela possibilidade de se verificar o efeito do cobre nas transformações induzidas por deformação e na conformabilidade.

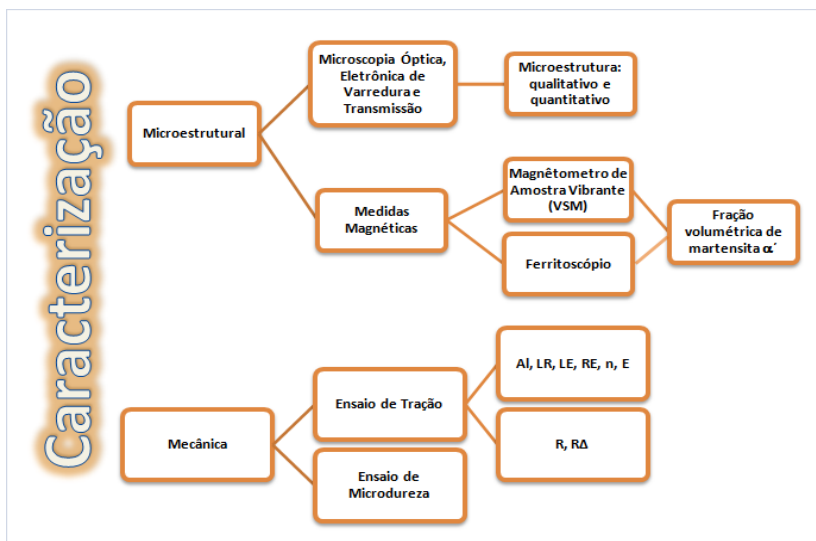
Com a finalidade de relacionar as características de plasticidade de chapas de aço inoxidável austenítico AISI 304-Cu e 304, com as transformações de fases (austenita para martensita) induzidas por deformação, foram estudados caminhos de deformação obtidos por ensaios de conformabilidade com ferramental Nakazima e ensaio de tração, que permitiram variar o grau de deformação e tensão aplicada. O acompanhamento da evolução da martensita  $\alpha'$  e  $\epsilon$ , com a deformação, foi realizado através da caracterização microestrutural utilizando as técnicas de microscopia óptica, eletrônica de varredura e de transmissão.

A quantificação da variação da martensita  $\alpha'$ , ferromagnética, com a deformação foi realizada por ensaios magnéticos. Foram utilizadas duas técnicas de análises magnéticas, uma utilizando um magnetômetro de amostra vibrante e a outra com auxílio de um ferritoscópio.

Os resultados da variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  com os caminhos de deformação permitiram comparar os resultados obtidos pelas duas técnicas.

A figura 3.1 apresenta, de forma esquemática, os experimentos realizados neste trabalho.





*Al* – alongamento, *LE* e *LR* – limite de escoamento e resistência, *RE* – razão elástica, *n* – expoente de encruamento, *E* – módulo elástico, *R* e  $\Delta R$  – coeficiente de anisotropia normal e planar.

**Figura 3.1 - Descrição esquemática dos experimentos realizados**

## 3.2. Procedimentos Experimentais

### 3.2.1. Materiais

As chapas de aço inoxidável austenítico utilizadas neste trabalho foram fornecidas pela ACESITA, cujas composições químicas são apresentada na Tabela 3.1 Estas chapas foram fornecidas com espessura de 0,5 mm e largura de 1,2m.

**Tabela 3.1 – Composição química das chapas de aço 304 e 304-Cu utilizadas.**

Aço	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu	Co	V	Nb	Ti	N <sub>2</sub> (ppm)
304 <sup>1</sup>	0,063	1,007	0,48	0,030	0,003	18,270	8,100	0,057	0,0029	0,0950	0,048	0,046	0,011	0,0065	0531
304-Cu <sup>2</sup>	0,038	0,884	0,46	0,033	0,003	18,020	8,060	0,072	0,0045	<b>1,5690</b>	0,115	0,047	0,015	0,0071	0367

<sup>1</sup>ACESITA - Resultado de análise química - 21/10/03 11.57.31 - 306362E - ACE P304H/AISI304

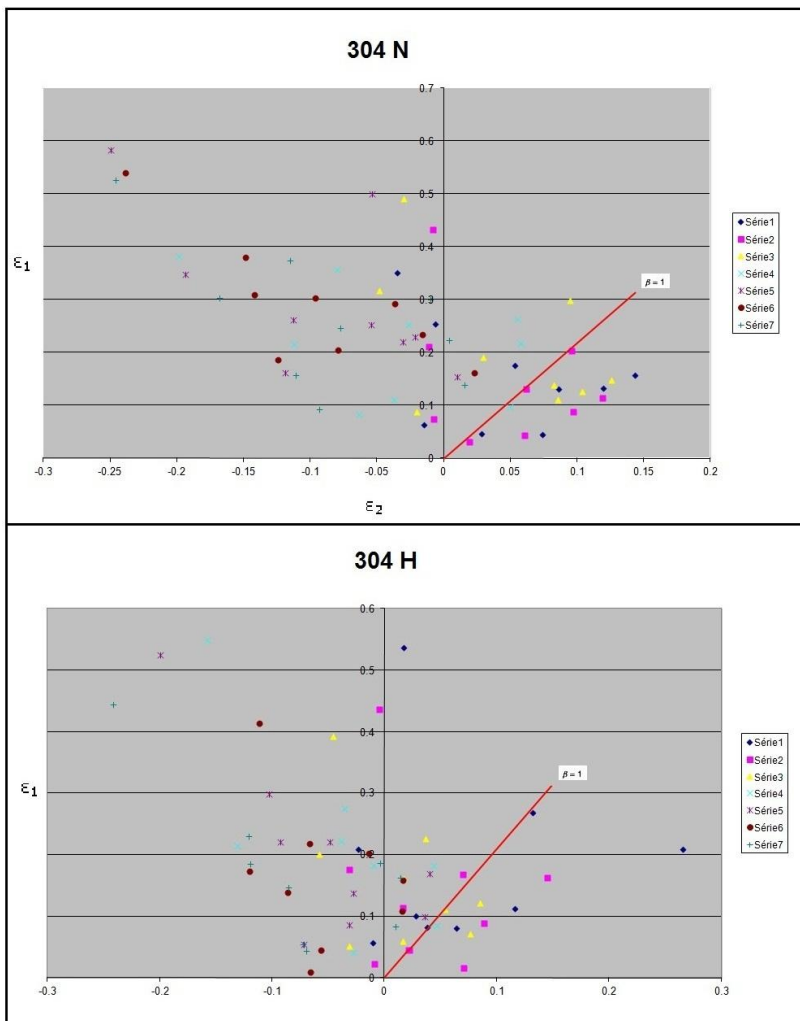
<sup>2</sup>ACESITA - Resultado de análise química - 21/10/03 11.58.22 - 305390G - ACE P304N

Como mostra a Tabela 3.1, as composições químicas dos dois aços são similares, porém com acentuada diferença na quantidade de cobre. Por esta razão, o estudo deste trabalho está direcionado a influência da adição de cobre em dois aços inoxidáveis austeníticos 304.

### 3.2.2. Ensaio Nakazima

Neste trabalho foram utilizados caminhos de deformação obtidos a partir dos resultados de Gilapa, 2011.

O caminho de deformação estudado para os dois aços foi o  $\beta = 1$  ou seja  $\beta = \varepsilon_2/\varepsilon_1$ , como pode ser observado na Figura 3.2.

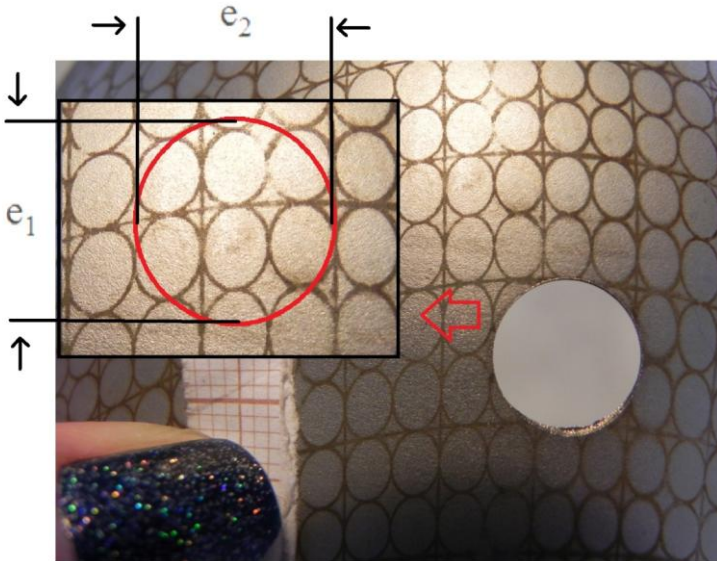


**Figura 3.2 – Caminho de deformação  $\beta = 1$  para o aço inoxidável austenítico 304N e 304H (nome comercial para 304-Cu e 304, respectivamente) (GILAPA, 2011).**

O ensaio de Nakazima foi realizado de acordo com a norma ASTM E2218-02.

A partir do caminho de deformação definido ( $\beta = 1$ ), as amostras obtidas no ensaio de Nakazima realizados por Gilapa (2011) foram localizadas para serem utilizadas neste trabalho.

Para a caracterização das microestruturas e da microdureza, pequenas amostras com 6,2 mm de diâmetro foram extraídas dos corpos de prova do ensaio de Nakazima, conforme Figura 3.3.



**Figura 3.3 - Local de retirada das amostras. As deformações de cada amostra retirada foram medidas após a sua extração.**

Foram selecionadas três regiões dos corpos de prova para realização das medidas das deformações. A região de maior deformação ou aquela que estava próxima da região de ruptura (base), uma região intermediária de deformação (meio raio) e o topo do CP (topo).

De modo a causar a menor interferência mecânica, as amostras foram cortadas utilizando-se uma máquina de eletroerosão (ENGEMAQ EDM 25S), com intensa refrigeração no local.

Após a retirada, as amostras foram preparadas (retirada do lubrificante da superfície, fixação de um papel milimetrado na região da leitura e digitalização da imagem) para a medida das deformações. As deformações foram medidas com ajuda do software IMAGE PLUS. As maiores e menores deformações ( $e_1$  e  $e_2$ , respectivamente) foram

calculadas por uma média de três leituras dos diâmetros dos círculos deformados  $D_{f1}$  e  $D_{f2}$ . A partir destes valores, as deformações principais,  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  e  $\varepsilon_3$ , foram determinadas pelas equações 3.1 a 3.3, respectivamente.

$$\varepsilon_1 = \ln(e_1 + 1) \quad (3.1)$$

$$\varepsilon_2 = \ln(e_2 + 1) \quad (3.2)$$

$$\varepsilon_3 = -(1 + \beta)\varepsilon_1 \quad (3.3)$$

E as deformações equivalentes foram calculadas utilizando a equação 3.4.

$$\varepsilon_{ff} = \varepsilon_{eq} = \bar{\varepsilon} \sqrt{\frac{2}{9} \{(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2\}} \quad (3.4)$$

### 3.2.3. Caracterização Microestrutural

#### 3.2.3.1. Caracterização magnética

Antes de realizar qualquer ensaio que pudesse alterar a microestrutura das amostras, e assim comprometer os resultados obtidos, foram realizadas as análises da microestrutura através de medidas magnéticas.

#### Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Caracterização Magnética de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina no VSM modelo EV9 – fabricante Microsense. As amostras, obtidas do ensaio Nakazima, foram limpas com álcool e fixadas (uma amostra por

medição) - em um bastão de vidro com ponta perpendicular esférica de 8 mm - com silicone e envoltas com fita de teflon. Em seguida, foram inseridas no equipamento VSM e submetidas a um campo magnético indutor máximo de 2 T, tendo como objetivo obter a magnetização de saturação de cada amostra.

Para a determinação da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$ ,  $V_{\alpha}$ (%), a partir dos resultados obtidos na caracterização magnética, foi utilizada a equação sugerida por SHIMOZONO (1978):

$$V_{\alpha}(\%) = (4 \cdot \pi \cdot \sigma'_s) \cdot 100 / 10^4 \sigma_s \quad (3.5)$$

Onde:  $\sigma'_s$  é a saturação magnética da amostra ensaiada no VSM e  $\sigma_s$  é a saturação magnética da amostra considerando-se a sua total transformação para martensita  $\alpha'$ .  $\sigma_s$  foi calculada utilizando a equação (3.6) obtida da curva de Slater-Pauling (Shimozono et al, 1978):

$$\sigma_s = \{2,2 \cdot (1 - x - y) + 0,6x\} \cdot 1,003 \quad (3.6)$$

Onde: x e y são as frações molares de Ni e Cr, respectivamente.

### Ferritoscópio

A fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  (ferromagnética) também foi determinada através de um ferritoscópio da marca Fischer modelo MP30E. O ferritoscópio foi calibrado com padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita.

As medidas foram feitas nas mesmas amostras utilizadas no ensaio de VSM. Em cada amostra foram realizadas 5 medidas, com intervalo de confiança para um nível de certeza de 95%. A medição foi na região central para evitar erros devido ao efeito de borda.

As medidas foram realizadas em número de ferrita (FN). A estes dados foi-se aplicada a curva de fator de correção para espessura da amostra, encontrada no manual de instruções do ferritoscópio.

Após a aplicação da curva de correção da espessura, as amostras foram convertidas para porcentagem de martensita  $\alpha'$ , já que os resultados foram comparados ao método de VSM, e o mesmo apresenta seus resultados baseado na porcentagem de martensita  $\alpha'$ .

O desenvolvimento dos cálculos para obtenção da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  pode ser visto no Apêndice.

### 3.2.3.2. *Microscopias Óptica e Eletrônica de Varredura (MEV)*

Para as análises microestruturais foram selecionadas amostras que apresentaram as menores, médias e maiores deformações equivalentes encontradas com o objetivo de analisar a evolução da transformação de fase de acordo com a deformação.

Estas amostras foram embutidas a frio, lixadas manualmente nas lixas com granulometria de 100, 220, 320, 600, 800 e 1200 mesh e polidas com alumina de granulometria de 1  $\mu\text{m}$ .

Para a revelação geral das microestruturas, identificando tanto os contornos austeníticos como as maclas, as amostras foram atacadas com água régia glicerinada (50 ml ácido nítrico + 50 ml ácido clorídrico + 10 ml glicerina) como reagente.

Para a revelação da martensita  $\alpha'$ , foi realizado um ataque por imersão, utilizando-se o seguinte reagente: 5 mg de metabissulfito de sódio + 15 ml de água destilada + 10 ml de ácido clorídrico (Girault et al, 1998). Os tempos de ataque foram em torno de 25 segundos.

Por se tratar de amostras metálicas, não houve necessidade de depósito de ouro para as amostras analisadas no MEV. Foi utilizado apenas fios de cobre para a condução de elétrons entre a amostra e o porta amostra.

As análises metalográficas foram realizadas em um microscópio óptico (Olympus modelo BX60M), com uma câmera digital acoplada (Olympus P11) e em um microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM-6390LV) disponibilizado pelo Laboratório Central de Microscopia da Universidade Federal de Santa Catarina.

A análise microestrutural quantitativa foi realizada através do software livre Image J. A técnica utilizada para extração desta informação é chamada de *Connected Component Labeling* (Marcação de Componente Conectado). Esta técnica “varre” a imagem e agrupa seus pixels em componentes baseados na sua conectividade, isto é, todos os pixels em um componente conectado possuem valores de intensidade similar e estão, de certo modo, conectados um ao outro. Uma vez determinado todos os grupos, cada pixel é marcado com um nível de cinza ou uma cor, de acordo com o componente identificado.

### 3.2.3.3. *Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)*

A Microscopia Eletrônica de Transmissão foi utilizada para identificação das fases presentes nas diferentes condições de deformação e seus sítios de nucleação. Foram selecionadas quatro amostras das que foram utilizadas nas medidas magnéticas, sendo duas amostras para cada aço, as quais demonstraram baixos e altos valores de deformação equivalente, ou seja, amostras que demonstraram diferentes frações volumétricas de martensita  $\alpha'$ .

As amostras foram transformadas de 6 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura para amostras de 3 mm e espessura de aproximadamente 80  $\mu\text{m}$ . Para esta preparação de amostras foram seguidas etapas de um procedimento padrão. Sendo as amostras de aço inoxidável austenítico e relativamente espesso para o ferramental do ultrassom, o corte das amostras de 6 mm para com 3 mm de diâmetro foi realizado por último.

As amostras foram lixadas manualmente através de um “disc grinder”, ou seja, um desbastador onde se encaixa a amostra e faz-se o desbaste da mesma, tendo o controle do afinamento na espessura através de um medidor em escala micrométrica. A amostra foi desbastada com lixa 2000 mesh até obter espessura aproximada de 80  $\mu\text{m}$  e posteriormente polida com suspensão de alumina de 1  $\mu\text{m}$ , isto em ambas as faces.

As amostras foram eletroquimicamente polidas utilizando um twin-jet eletro polidor (Tenupol). O eletrólito utilizado foi 1:3 volume de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) e metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) com uma tensão de 15V. As amostras foram lavadas em água destilada após serem retiradas do eletrólito.

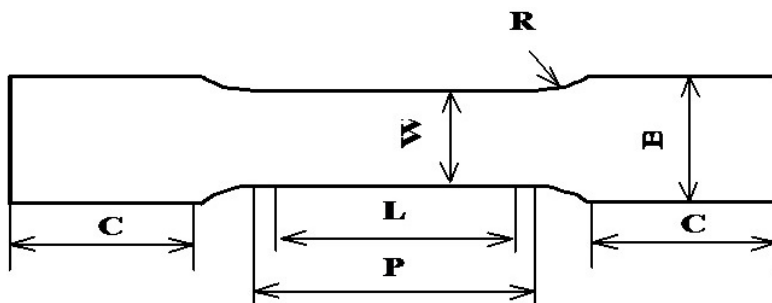
As observações foram realizadas em um microscópio eletrônico de transmissão da marca JEOL modelo JEM1011 disponibilizado pelo Laboratório Central de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal de Santa Catarina, sendo a voltagem de aceleração máxima de 100 KV.

### 3.2.1. **Ensaio de tração**

Os ensaios de tração + anisotropia foram realizados no Laboratório Metalúrgico e de Processos Arcelor Mittal Vega, utilizando uma Máquina Universal de Ensaio – 100 kN - Instron 5585 com software Blue hill 2 e extensômetro de vídeo (medição do alongamento



"sem-contato" direto com o corpo de prova) de acordo com a norma ASTM E 8/E 8M, onde é possível obter os resultados de tração e anisotropia simultaneamente através do mesmo corpo de prova. Na Figura 3.4 são apresentados os dimensionais dos corpos de prova utilizados.



Lo (mm)	P (mm)	W (mm)	R (mm)	B (mm)	C (mm)	Comp. Total (mm)
50 +/- 0,1	70 +/- 0,2	12,5 +/- 0,2	20	30 +/- 1	90	290 +/- 3

**Figura 3.4 – Corpos de prova utilizados no ensaio de tração e anisotropia de acordo com a norma ASTM E 8 / E 8M / A370.**

Nos ensaios de tração e anisotropia foram confeccionados e ensaiados corpos-de-prova nas direções 0°, 45° e a 90° em relação à direção de laminação, com base de medida igual a 50 mm. Foram utilizados para cada condição de ensaio 02 corpos de prova. A Figura 3.5 apresenta os corpos de prova utilizados nos ensaios de tração e anisotropia.



**Figura 3.5 – Corpos-de-prova utilizados no ensaio de tração e anisotropia**

Também foram tracionados corpos de prova na máquina universal de ensaios do Laboratório de Conformação Mecânica da UFSC, com o objetivo de medir a fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  através de Ferritoscópio para diferentes deformações uniaxiais e pontuais. Para este procedimento foi gravada uma grade de círculos, com dimensão de 3 mm, nos corpos de prova através de um gravador de metais eletroquímico da marca MSM modelo RB 200 Super. As dimensões dos corpos de prova não seguiram nenhuma norma, apenas adequada às garras da máquina de tração, pois o objetivo era somente acompanhar as deformações dos círculos gravados nos mesmos. Utilizou-se sete corpos de prova para cada aço estudado, sendo que cada corpo de prova foi tracionado com uma diferença de 10 mm cada (medido com uma régua que se encontra na máquina de tração na altura do ensaio) até seu rompimento. Sendo assim, teve-se corpos de prova tracionados até 25 mm, 35 mm, 45 mm, 55 mm, 65 mm e rompimento.

Após o ensaio, os corpos de prova foram preparados (retirada do lubrificante da superfície, fixação de um papel milimetrado na região da leitura e digitalização da imagem) para a medida das deformações. As

deformações uniaxiais foram medidas com ajuda do software IMAGE PLUS.

Posteriormente, foram feitas cinco medições com Ferritoscópio exatamente na região da leitura das deformações, a fim de relacioná-las.

### 3.2.2. Ensaio de microdureza

Foram realizadas medidas de microdureza em 18 amostras, sendo 9 amostras para o aço 304-Cu e 9 amostras para o aço 304, provenientes do ensaio Nakazima. As amostras foram as mesmas utilizadas para as metalografias: embutidas a frio, lixadas e polidas, conforme procedimento descrito no subcapítulo 3.2.3.2. A carga aplicada foi de 500gf por um tempo mínimo igual a 15 segundos (ASTM A370). Cada valor apresentado foi resultado da média entre cinco endentações, com intervalo de confiança para um nível de certeza igual a 95%. Este ensaio foi realizado em um microdurômetro Vickers, marca SHIMADZU – mod. HMV.

## 4. Resultados e Discussão

Este capítulo foi dividido em três partes, primeiramente mostrando a evolução da martensita  $\alpha'$  com a deformação e o efeito do cobre através da caracterização microestrutural, em seguida, a quantificação da variação da martensita  $\alpha'$  com a deformação através das medidas magnéticas e, finalmente, relacionando as características de plasticidade com as transformações de fases (austenita para martensita) induzidas por deformação através das propriedades mecânicas.

### 4.1. Caracterização Microestrutural/Análise Química

A partir da composição química das chapas, foi estimado o valor de  $M_{d30}$  (Eq. 2.5 – onde o valor do tamanho de grão  $d$  foi obtido por Rocha, 2009), obtendo-se  $M_{d30} = 19$  °C e  $M_{d30} = -7,6$  °C para o aço 304 e 304-Cu, respectivamente. A adição de cobre aumenta a estabilidade da austenita, avaliada pela temperatura  $M_{d30}$ , e como

consequência reduz a fração volumétrica de martensita transformada com a deformação. Também foram estimados o cromo e níquel equivalentes, calculados a partir das equações 2.1 e 2.2, respectivamente. Os resultados foram  $Ni_{eq}=10,2$  e  $Cr_{eq}=19,3\%$ , para o aço 304 e,  $Ni_{eq} = 10,7\%$  e  $Cr_{eq} = 19,6\%$  para o aço 304-Cu. Embora, as diferenças de  $Ni_{eq}$  entre os aços sejam pequenas, o maior  $Ni_{eq}$  do aço 304-Cu também indica uma maior estabilidade da austenita e menor tendência à formação de martensita  $\alpha'$ .

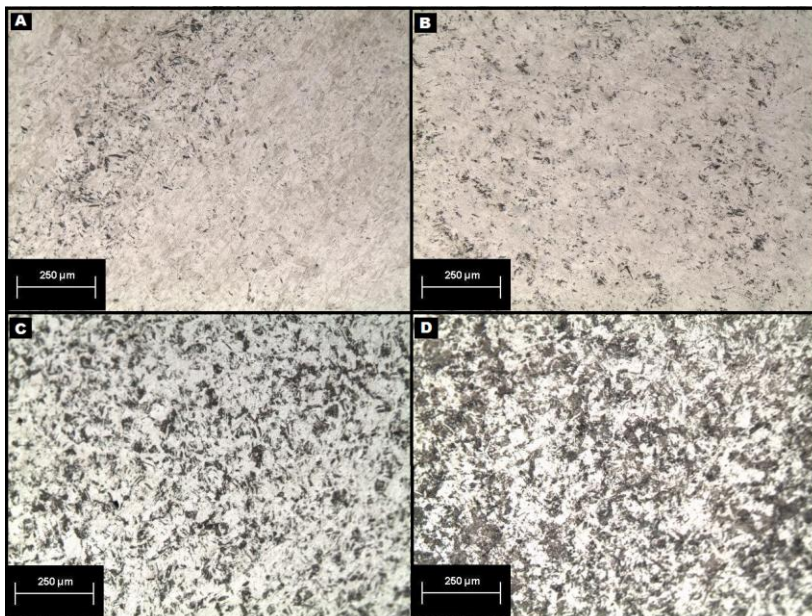
#### 4.1.1. Microscopia Óptica

As Figuras 4.1 e 4.2 apresentam as microestruturas, obtidas por microscopia óptica, dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304, respectivamente, com caminho de deformação  $\beta = 1$ , ou seja,  $\varepsilon_2 = \varepsilon_1$  e diferentes deformações equivalentes ( $\varepsilon_{eff}$ ). As deformações equivalentes, conforme indicado nas legendas das figuras, foram: Fig. 4.2: A - 0,18; B - 0,25; C - 0,38 e D - 0,61 e para a Fig. 4.3: A- 0,13; B-0,28; C-0,36 e D-0,37.

Para os dois aços, abaixo de 0,20 de deformação equivalente, a microestrutura é constituída principalmente de austenita. A partir de 0,25 de deformação equivalente a martensita pode ser observada no interior dos grãos austeníticos. Depois de 0,30 de deformação equivalente, há um aumento significativo na fração volumétrica de martensita (martensita  $\alpha'$  - fase escura e a matriz austenítica - fase clara).

A Tabela 4.1 e a Figura 4.3 mostram a variação da porcentagem de martensita com a deformação equivalente para os dois aços estudados, obtida através do software de análise de imagem IMAGEJ. As medidas foram analisadas e tratadas estatisticamente utilizando um intervalo de confiança de 95%.

Nas análises das microestruturas, só foi possível identificar duas fases presentes. Não foi possível diferenciar, por microscopia óptica, a martensita  $\alpha'$  da martensita  $\varepsilon$ , mas como observado por Gilapa (2009), a porcentagem de martensita  $\varepsilon$  é pequena, estando abaixo de 5%. Nestes aços, a martensita  $\varepsilon$  foi observada através de microscopia eletrônica de transmissão, conforme será mostrado no subcapítulo 4.1.3.



**Figura 4.1 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304-Cu com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação  $\beta = 1$ . (A) 0,18 (B) 0,25 (C) 0,38 (D) 0,61.**

A análise quantitativa mostra que a porcentagem de martensita  $\alpha'$  aumenta com a deformação e que o aço 304 apresenta maiores porcentagens de martensita  $\alpha'$  em relação ao aço 304-Cu.

Os cálculos de  $M_{d30}$  e  $Ni_{eq}$  (item 4.1) e os resultados da análise quantitativa da martensita  $\alpha'$ , obtidos por microscopia óptica, indicam a mesma tendência. Isto é,  $M_{d30}$  é maior para o aço 304, portanto, maior formação de martensita em relação ao aço 304-Cu. O maior  $Ni_{eq}$  do aço 304-Cu, também indica uma maior estabilidade da austenita, diminuindo à formação de martensita  $\alpha'$  em relação ao aço 304.

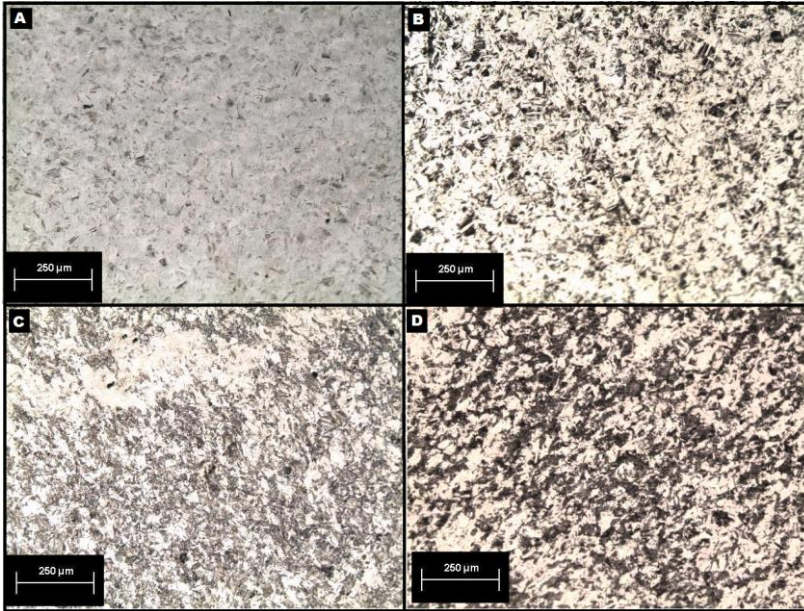
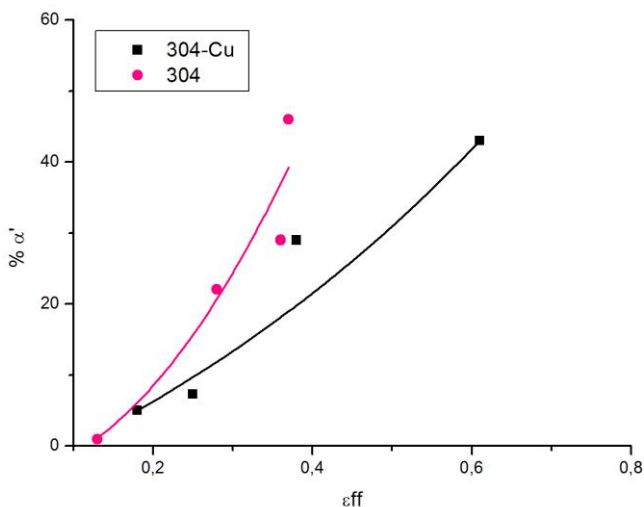


Figura 4.2 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304 com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação  $\beta = 1$ . (A) 0,13 (B) 0,28 (C) 0,36 (D) 0,37.

Tabela 4.1 – Variação da porcentagem de martensita em função da deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304, conforme análise quantitativa realizada com o software IMAGEJ.

	$\epsilon_{eff}$	% martensita
304-Cu	0,18	5 +/-0,5
	0,25	7 +/-0,8
	0,38	29 +/-0,5
	0,61	43 +/-4
304	0,13	1 +/-0,6
	0,28	22 +/-0,1
	0,36	29 +/-1,8
	0,37	46 +/-5

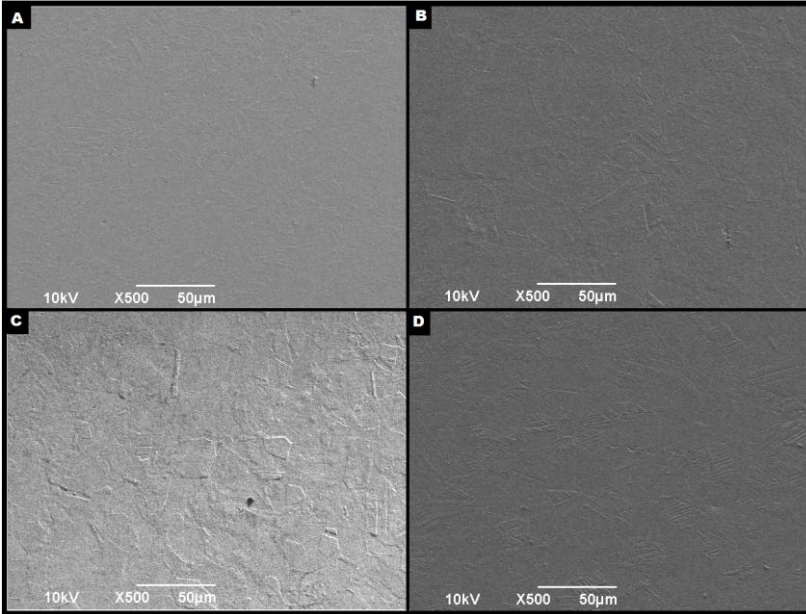


**Figura 4.3 – Variação da porcentagem de martensita em função da deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304, conforme análise quantitativa realizada com o software IMAGEJ.**

#### 4.1.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

As Figuras 4.4 e 4.5 mostram as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304, respectivamente, com caminho de deformação  $\beta = 1$  ou seja  $\epsilon_2 = \epsilon_1$  e diferentes deformações equivalentes ( $\epsilon_{ff}$ ). As deformações equivalentes, conforme indicado nas legendas das figuras, foram: Fig. 4.4: A -0,17; B-0,20; C-0,25 e D-0,46 e para a Fig. 4.5: A-0,008; B-0,02; C-0,12 e D-0,18.

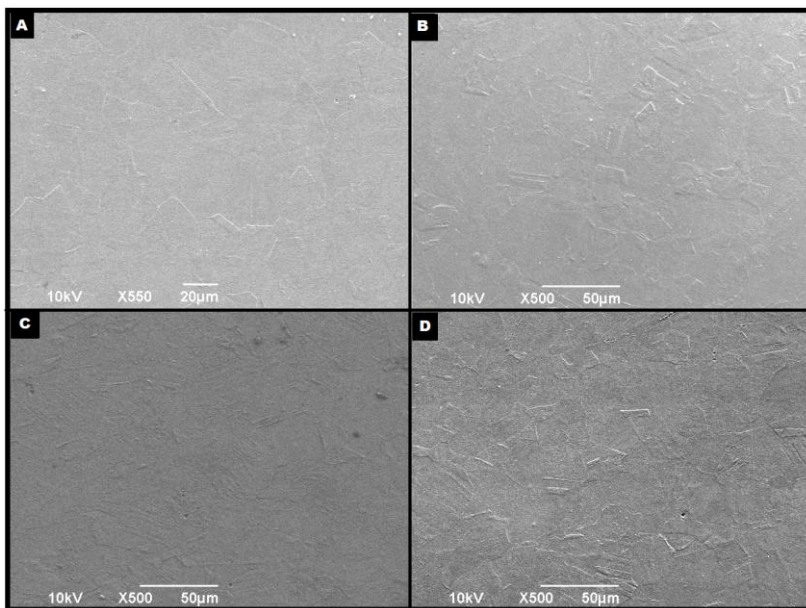




**Figura 4.4 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304-Cu com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação  $\beta = 1$ . (A) 0,17 (B) 0,20 (C) 0,25 (D) 0,46.**

Ainda pode-se observar nas Figuras 4.4 e 4.5 a formação de maclas mecânicas e a formação de ripas de martensita. Como observado por microscopia óptica, a porcentagem de martensita aumenta com a deformação. No entanto, o aço 304 apresenta uma maior quantidade de martensita em todos os níveis de deformação em relação ao aço 304-Cu. Isto é devido, como já observado, à adição de cobre, que aumenta a estabilidade da austenita e, como consequência, diminui a porcentagem de martensita transformada com a deformação.





**Figura 4.5 – Evolução das microestruturas do aço inoxidável austenítico 304 com diferentes deformações equivalentes para o caminho de deformação  $\beta = 1$ . (A) 0,008 (B) 0,02 (C) 0,12 (D) 0,18.**

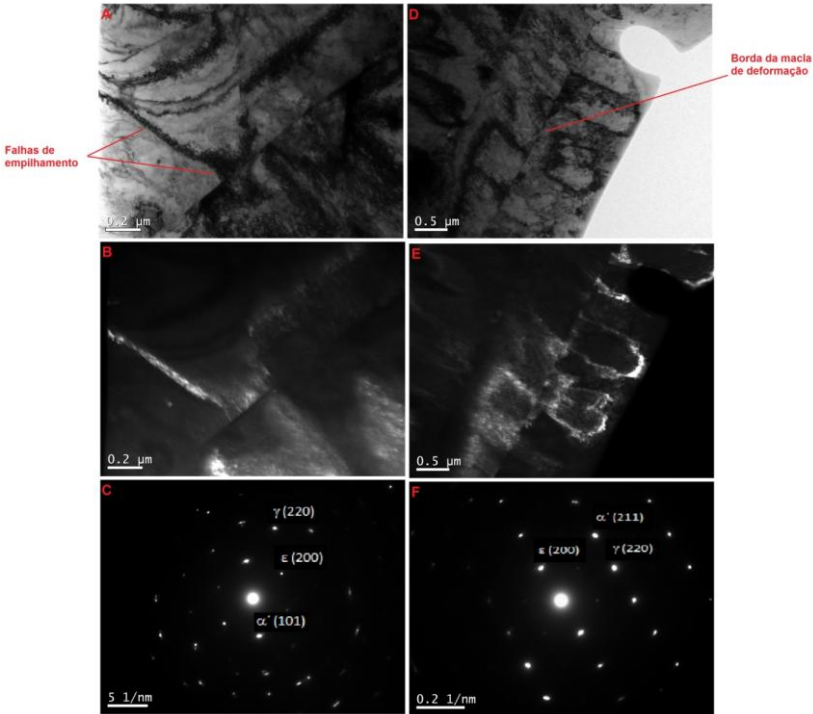
#### 4.1.3. Microscopia Eletrônica de Transmissão

As Figuras 4.6 e 4.7 apresentam o campo claro, o campo escuro e a difração de elétrons dos aços 304-Cu e 304 com deformação equivalente de 0,32 e 0,28, respectivamente.

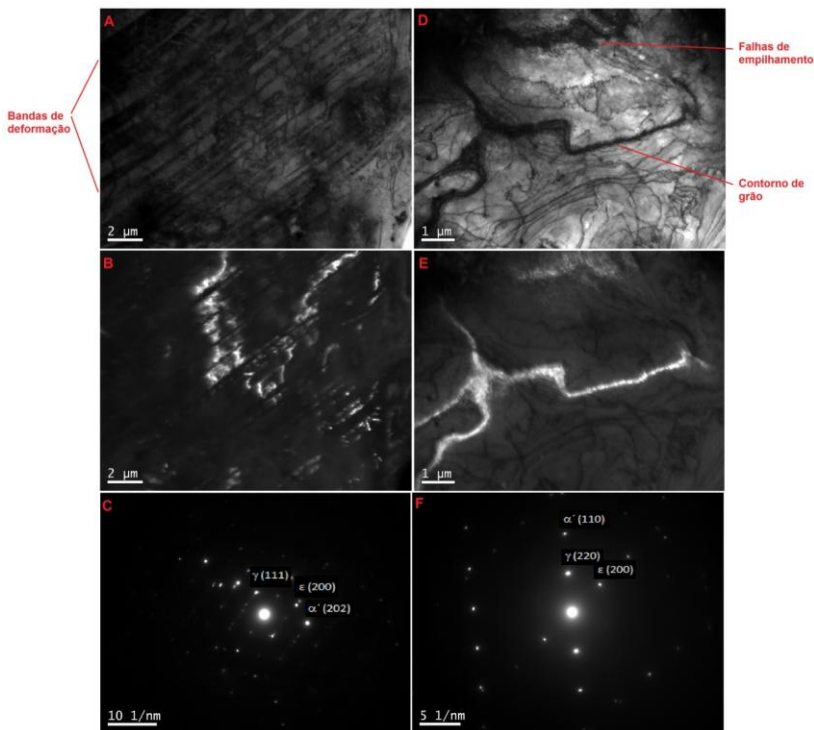
Observa-se no campo claro da Fig. 4.6 (A e D) a matriz austenítica do aço 304-Cu e a presença de falhas de empilhamento, bordas de crescimento de maclas, discordâncias e bandas de cisalhamento. O campo escuro da difração do plano (101) da martensita  $\alpha'$  (Fig. 4.6 B), indica sua nucleação nas falhas de empilhamento e bordas da macla. O campo escuro da martensita  $\epsilon$  (Fig. 4.6 E) da difração do plano (200) do padrão de difração (Fig. 4.6 F) mostra a nucleação da mesma nas falhas de empilhamento e nos contornos de grão. De acordo com Otubo (2002), a formação de martensita  $\epsilon$  ocorre nas falhas de empilhamento, que são geradas pela movimentação das

discordâncias de Shockley dentro dos grãos. Nestas regiões há uma maior concentração de discordâncias, fato observado também por Gilapa (2010).

Na Fig. 4.7 (A e D) referente ao aço 304, pode-se observar bandas de deformação, falhas de empilhamento, discordâncias e bandas de cisalhamento. O campo escuro da difração do plano (202) da martensita  $\alpha'$  (Fig. 4.7 B) mostra sua formação nas bandas de deformação e maclas mecânicas. A formação de martensita  $\epsilon$  pode ser observada nas falhas de empilhamentos e contornos de grão da imagem do campo escuro (Fig. 4.7 E), obtido a partir do plano de difração (200) do seu padrão de difração (Fig. 4.7 F).



**Figura 4.6 – Microestrutura do aço 304-Cu com deformação de 0,32. Figuras A e D campo claro. B campo escuro da martensita  $\alpha'$  e C seu padrão de difração. E campo escuro da martensita  $\epsilon$  e F seu padrão de difração.**

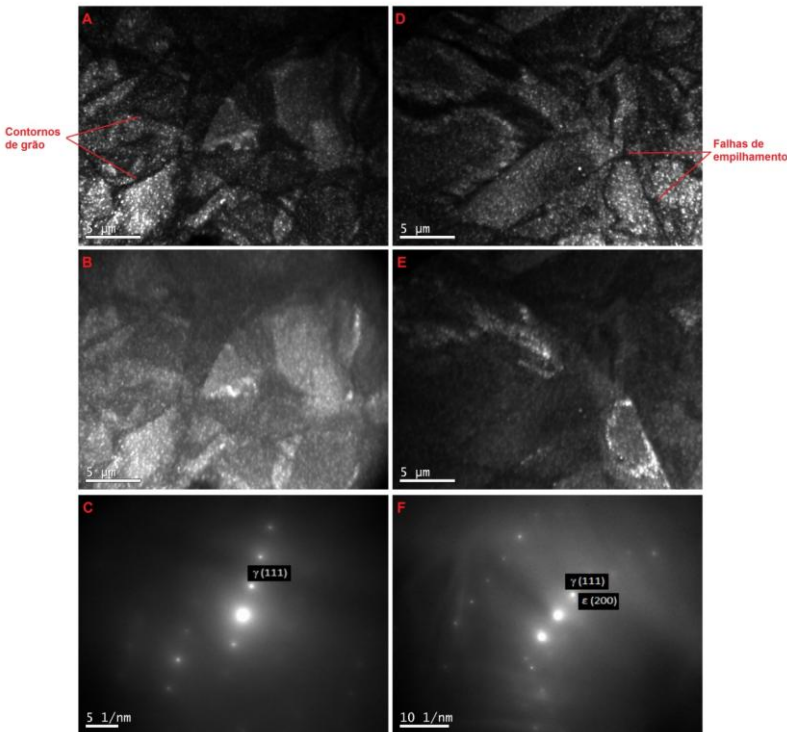


**Figura 4.7 – Microestrutura do aço 304 com deformação de 0,28. Figuras A e D campo claro. B campo escuro da martensita  $\alpha'$  e C seu padrão de difração. Figura E campo escuro da martensita  $\epsilon$  e F seu padrão de difração.**

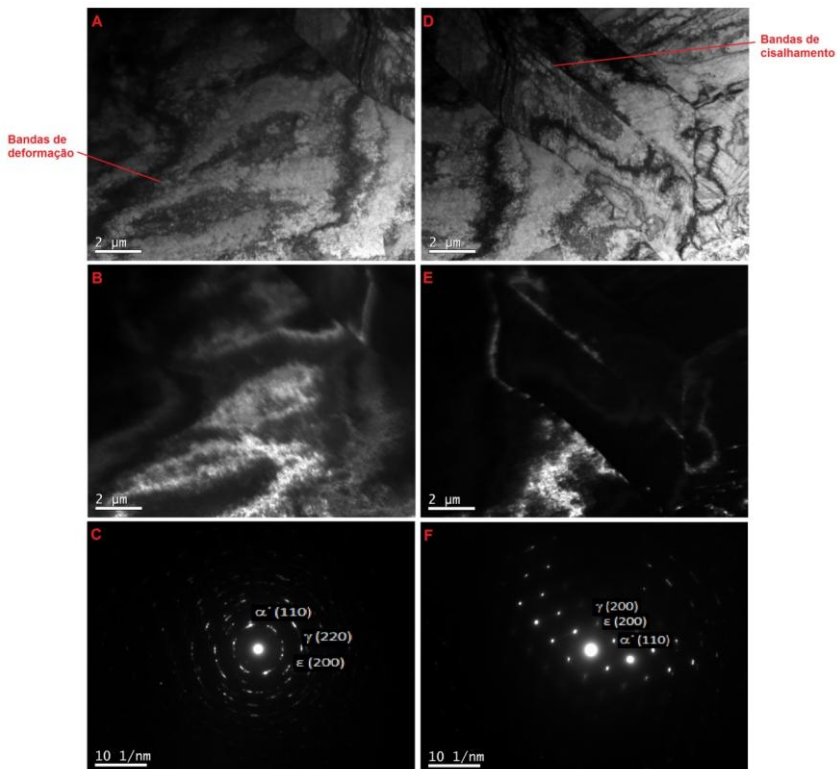
A Figura 4.8 (A e D) apresenta uma microestrutura característica de baixa deformação, onde se observam as discordâncias nos contornos de grão e a presença de falhas de empilhamento. Pode-se observar a nucleação da martensita  $\epsilon$  nas falhas de empilhamento e nas discordâncias acumuladas nos contornos de grão, como mostram os campos escuros (Fig. 4.8 B e E) das difrações do plano (200) (Fig. 4.8 C e F). Devido à baixa deformação e o tamanho restrito da amostra, não foi identificado a presença de martensita  $\alpha'$ . Nesta amostra não se observou a nucleação de martensita  $\alpha'$ , mesmo resultado obtido por Gilapa (2010) para um aço 304-Cu com 0,07 de deformação equivalente e outro caminho de deformação, utilizando microscopia eletrônica de transmissão. Porém, Gilapa (2010) encontrou martensita  $\alpha'$  com esta

deformação equivalente utilizando difração de raios-X e análise magnética através de VSM.

A Figura 4.9 apresenta o campo claro, o campo escuro e a difração de elétrons do aço 304-Cu com deformação equivalente de 0,18. Pode-se perceber a presença de bandas de deformação, bandas de cisalhamento, maclas de deformação e discordâncias (Fig. 4.9 A e D). O campo escuro da martensita  $\alpha'$  (Fig. 4.9 B), indica a sua nucleação na interseção das discordâncias e no contorno das maclas mecânicas. Já a martensita  $\epsilon$  nucleia nas bandas de deformação e interior das maclas, como pode ser visto em seu campo escuro (Fig. 4.9 E). Os campos escuros da martensita  $\alpha'$  e da martensita  $\epsilon$  foram obtidos a partir dos planos (110) e (200), respectivamente, dos seus padrões de difração (Fig.4.9 C e F).



**Figura 4.8 – Microestrutura do aço 304-Cu com deformação de 0,07. Figuras A e D campo claro. B e E campo escuro da martensita  $\epsilon$ , e seus padrões de difração, C e F.**



**Figura 4.9 – Microestrutura do aço 304 com deformação de 0,18. Figuras A e D campo claro. B campo escuro da martensita  $\alpha'$  e C seu padrão de difração. Figura E campo escuro da martensita  $\epsilon$  e F seu padrão de difração.**

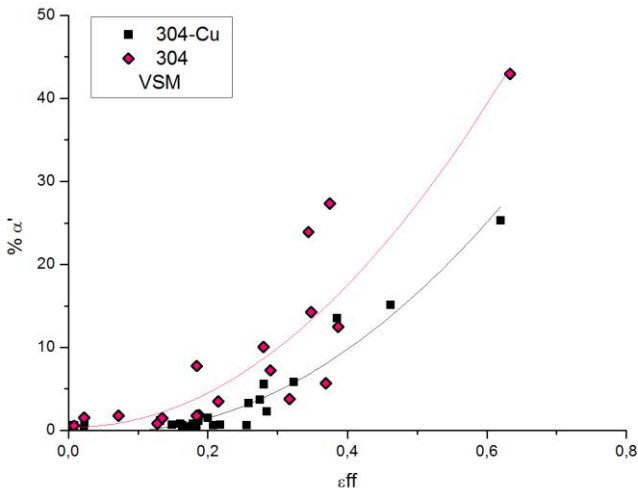
Os resultados obtidos indicam que com baixas deformações a martensita  $\epsilon$  forma-se nas falhas de empilhamento e nas discordâncias acumuladas nos contornos de grão e com maiores deformações, a martensita  $\alpha'$  nucleia nas falhas de empilhamentos. A nucleação da martensita  $\alpha'$  nestes sítios também foram observadas por TALONEN (2007), LEE (2010), TSAKIRIS (1999), BASUKI (1999), HUANG (1996). Em aços metaestáveis, a sequência de formação da martensita induzida por deformação é relatada como austenita ( $\gamma$ )  $\rightarrow$  martensita ( $\epsilon$ )  $\rightarrow$  martensita ( $\alpha'$ ) (TAVARES, 2000), porém, como pode ser visto na análise por microscopia eletrônica de transmissão, a martensita magnética forma-se diretamente a partir da austenita, ou seja:  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . A

mesma sequência de formação também foi observada por Gilapa, (2010).

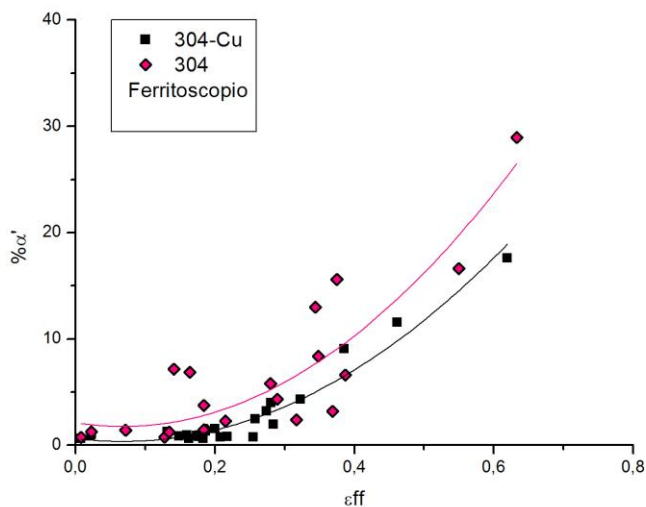
## 4.2. Medidas Magnéticas

### 4.2.1. Análises por Ferritoscópio e Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

As Figuras 4.10 e 4.11 mostram a variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente nos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 para medições feitas por VSM e por ferritoscópio.



**Figura 4.10 - Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da Deformação Equivalente dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 obtidas com VSM.**



**Figura 4.11 - Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da Deformação Equivalente dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 obtidas com Ferritoscópio.**

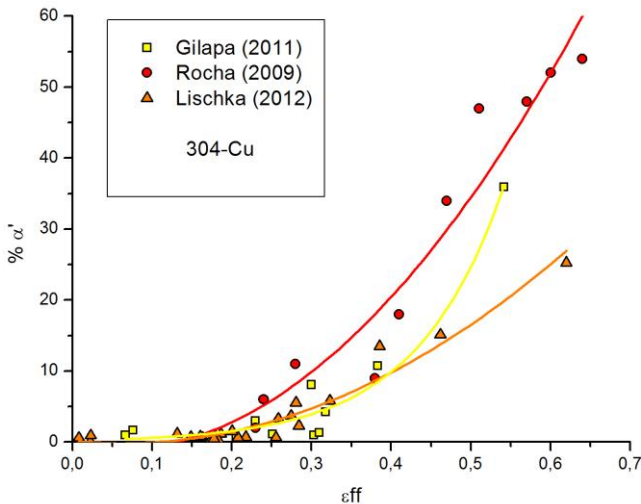
Pode-se perceber que nas medições das duas técnicas magnéticas, o aço 304 apresentou maiores porcentagens de martensita  $\alpha'$  para todas as deformações equivalentes em relação ao aço 304-Cu.

Como visto no decorrer deste trabalho, a adição de cobre no aço inoxidável austenítico metaestável 304 aumenta a energia de falha de empilhamento (CHOI; JIN, 1996). O aumento da energia de falha de empilhamento aumenta a estabilidade da austenita dificultando a formação de martensita  $\alpha'$ .

As Figuras 4.12 e 4.13 apresentam a comparação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente com diferentes caminhos de deformação para os aços 304-Cu e 304, obtida por outros autores, utilizando VSM. Neste trabalho o caminho de deformação estudado foi  $\beta = 1$  enquanto que Rocha (2009) e Gilapa (2011) utilizaram  $\beta = -1/2$ ,  $\beta = 1/2$  e  $\beta = 1$ .

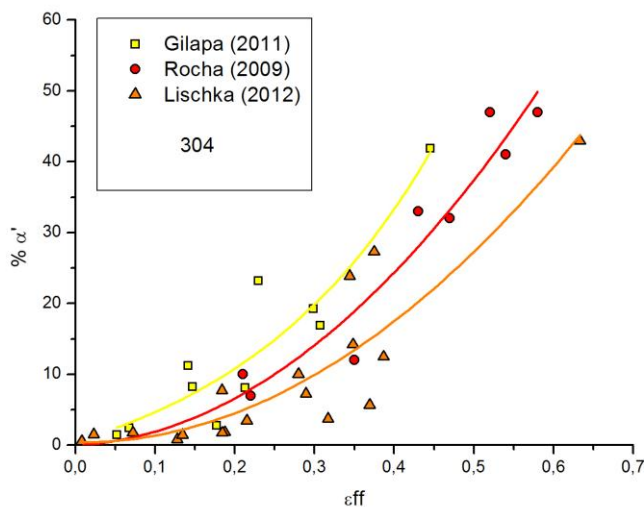
Como pode ser visto, a diferença nos caminhos de deformação resultam em diferentes curvas, ou seja, diferentes porcentagens de martensita  $\alpha'$  de acordo com a deformação equivalente. Embora, o comportamento das curvas seja semelhante.

De acordo com Lichtenfeld (2006), o caminho de deformação biaxial provoca a formação de maior quantidade de martensita, visto que a interseção das bandas de cisalhamento no caminho de deformação biaxial é duas vezes maior que na uniaxial; Raman (1994) observou que os planos onde ocorrem escorregamentos planares são sítios potencialmente maiores para nucleação de martensita magnética que os formados por escorregamentos cruzados; já para Padilha (1996), a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ocorre com maior facilidade em condições que favoreçam a expansão do reticulado cristalino, o que é obtido com carregamento trativo.



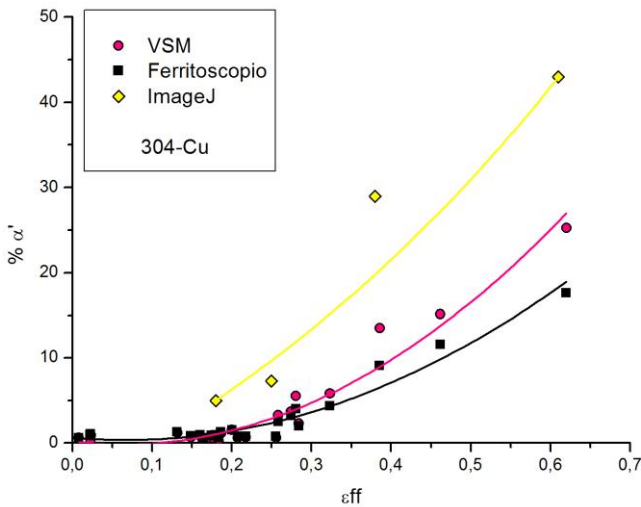
**Figura 4.12 – Comparação da variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função dos caminhos da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304-Cu.**





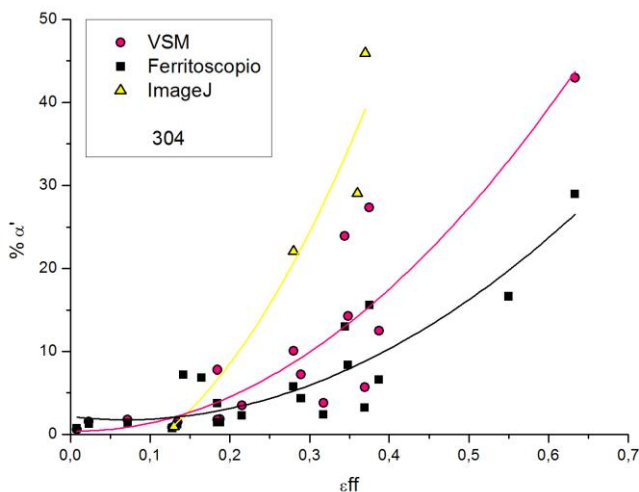
**Figura 4.13 – Comparação da variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função dos caminhos da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304.**

As Figuras 4.14 e 4.15 mostram a variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente para as técnicas de medições utilizadas neste trabalho: metalografia quantitativa e medidas magnéticas (ferritoscópio e VSM) para os aços 304-Cu e 304.



**Figura 4.14 – Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente utilizando as técnicas de metalografia quantitativa e medidas magnéticas para o aço 304-Cu.**

As Figuras 4.14 e 4.15 mostram que a medição feita por metalografia quantitativa apresenta maiores porcentagens de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente em relação à medição por VSM e Ferritoscópio. Uma justificativa para a diferença na medição entre a metalografia quantitativa e as duas técnicas magnéticas é que os resultados da medição por imagem estão relacionados à segmentação da imagem, ou seja, à sua binarização. Em geral, nesta operação a imagem perde muito de sua resolução, dificultando assim a identificação das fases e causando erros cumulativos na análise de imagem. Outro fato é que o pré-processamento da amostra pode influenciar a análise da imagem, já que a contagem é baseada em pixels, podendo ter algumas características realçadas e outras não (DIAS, 2008). Como dito anteriormente, não foi possível diferenciar a martensita  $\alpha'$  da martensita  $\epsilon$  através de metalografia, portanto, a porcentagem de martensita  $\alpha'$  será acrescida deste percentual e a fina morfologia da martensítica  $\alpha'$  também dificulta a avaliação da sua fração volumétrica.



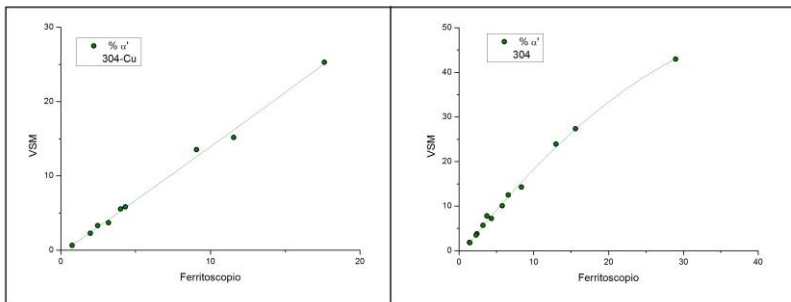
**Figura 4.15 – Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente utilizando as técnicas de metalografia quantitativa e medidas magnéticas para o aço 304.**

Estudo de Talonen et al. (2004) também avaliou a porcentagem de martensita  $\alpha'$  por metalografia quantitativa, através de ataque químico com ferrofluido, comparando com outras técnicas. A avaliação por metalografia quantitativa foi cerca de 6% maior que as outras técnicas de análise magnéticas, porcentagem aproximada do que foi observada neste trabalho.

Nas Figuras 4.14 e 4.15, comparando-se os resultados obtidos por VSM e Ferritoscópio pode-se observar que, para baixas deformações há pouca variação entre as medições dos dois métodos, porém para maiores deformações, (acima de 0,2  $\epsilon_{ff}$  para o aço 304-Cu e acima de 0,18  $\epsilon_{ff}$  para o aço 304), o ferritoscópio apresentou menores porcentagens de martensita  $\alpha'$  em relação às medições obtidas pelo VSM e que quanto maior a deformação maior a diferença entre os métodos magnéticos.

Esta diferença pode ser devida ao princípio de funcionamento do ferritoscópio que é baseado na permeabilidade magnética do material. Isto causa um erro na medição dos valores porque a permeabilidade magnética da martensita  $\alpha'$  é afetada pela deformação (TALONEN, 2004).

Desta maneira, para se obter resultados mais precisos com o ferritoscópio pode-se utilizar curvas de correlação. Para se determinar estas curvas de correção primeiramente foram feitas curvas de correlações entre as porcentagens de martensita  $\alpha'$  obtidas por VSM e ferritoscópio para os aços 304-Cu e 304, Figura 4.16. Como as diferenças na quantidade de martensita mostraram-se significativas somente a partir de um determinado valor de deformação equivalente, foram utilizados, para se obter as curvas de correção, os resultados a partir de 0,2 para o aço 304-Cu e 0,18 para o aço 304 de deformação equivalente.



**Figura 4.16 – Curvas de correlação entre os resultados obtidos por VSM e ferritoscópio da porcentagem de martensita  $\alpha'$  dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304.**

De acordo com as curvas de correlação obtidas, as medições de martensita  $\alpha'$  feitas com ferritoscópio podem ser convertidas em medidas para VSM utilizando as seguintes equações:

Para o aço 304-Cu com  $R^2 = 0,994$ :

$$\% \alpha' = -0,39472 + 1,41313f + 0,00185f^2 \quad (4.1)$$

Para o aço 304 com  $R^2 = 0,997$ :

$$\% \alpha' = -1,28369 + 2,17914f - 0,02241f^2 \quad (4.2)$$

Onde:  $f$  é quantidade de martensita  $\alpha'$  obtida pelo Ferritoscópio.

Estas curvas de correção são válidas a partir de 0,2 para o aço 304-Cu e 0,18 para o aço 304 de deformação equivalente, visto que valores abaixo destas deformações equivalentes não apresentaram diferenças significativas entre os dois métodos de análise.

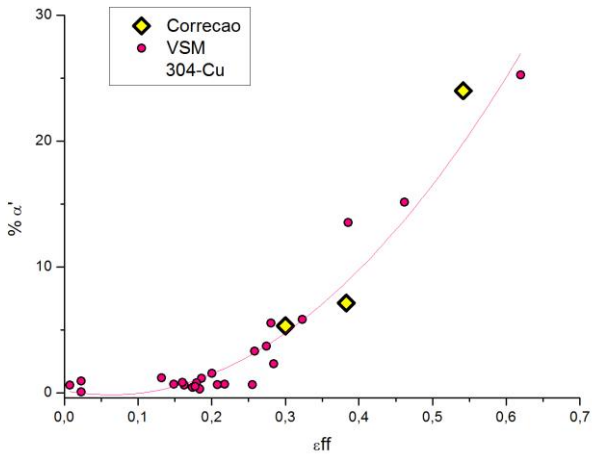
Para validar as equações obtidas, foram medidas com Ferritoscópio cinco amostras de aço inoxidável austenítico, sendo três amostras para o aço 304-Cu e duas do aço 304. Estas amostras foram utilizadas no trabalho de GILAPA (2011), cujas porcentagens de martensita  $\alpha'$  já tinham sido obtidas por medidas com VSM.

Os resultados são mostrados na Tabela 4.2, que apresenta os valores obtidos por VSM e pelo ferritoscópio, com as correções apresentadas nas equações 4.1 e 4.2.

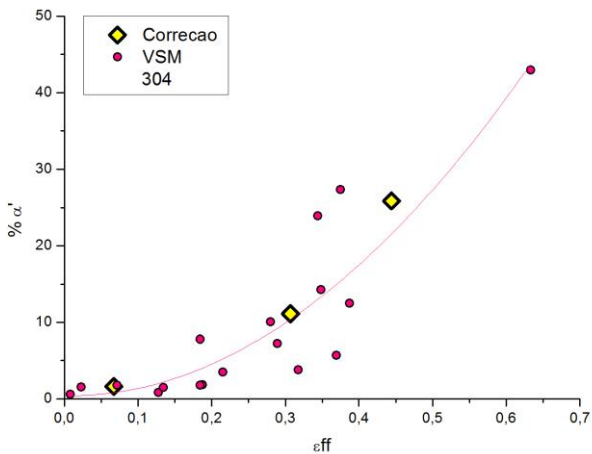
**Tabela 4.2 – Comparação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  obtidas por VSM (GILAPA, 2010) e corrigidos através das equações de correção para medições feitas com ferritoscópio dos aços 304-Cu e 304.**

	Porcentagem de martensita $\alpha'$	
	VSM	Correção
304-Cu	3,0	5
	5	7
	20,0	24
304	12	11
	36	26

Os resultados também são apresentados nas Figuras 4.17 e 4.18, que mostram as curvas obtidas por VSM e os valores corrigidos da tabela 4.2 para os aços 304-Cu e 304, respectivamente.

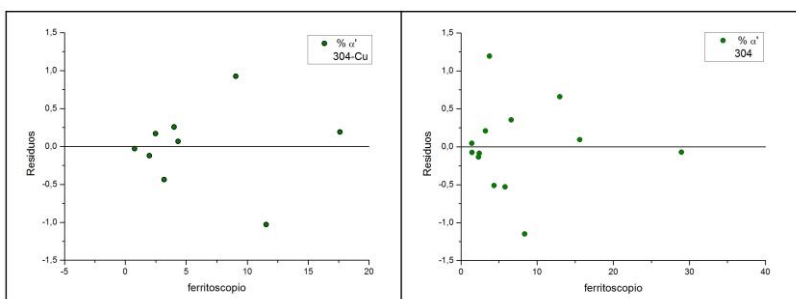


**Figura 4.17 –** Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304-Cu obtidas através de VSM e através da equação de correção (equação 4.1).



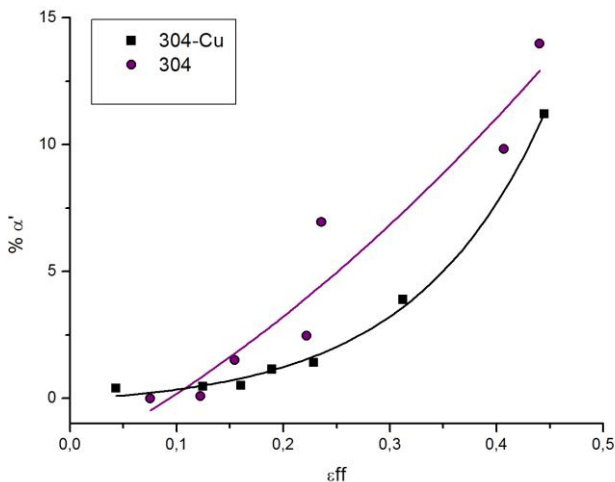
**Figura 4.18 -** Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente do aço inoxidável austenítico 304 obtidas através de VSM e através da equação de correção (equação 4.2).

Apesar dos resultados mostrados na tabela 4.2 apresentarem uma variação entre os valores de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente encontrados por VSM (GILAPA, 2010) e os valores corrigidos pelas equações, pode-se verificar nos gráficos apresentados nas Figuras 4.17 e 4.18 a proximidade dos valores corrigidos com a curva do VSM. Os gráficos dos resíduos também indicam uma situação onde as suposições do modelo estão aparentemente satisfeitas, pois os resíduos apresentam-se distribuídos de forma aleatória em torno da reta de regressão (BARBETTA; REIS; BORNIA, 2009), como pode ser visto na Figura 4.19.



**Figura 4.19 – Análise de resíduos das correlações da porcentagem de martensita  $\alpha'$  entre VSM e ferritoscópico para os aços 304-Cu e 304.**

Utilizando-se das equações 4.1 e 4.2, que apresentam as correções para a porcentagem de martensita  $\alpha'$  medidas pelo ferritoscópico e sabendo que as porcentagens de martensita  $\alpha'$  podem variar com os caminhos de deformação, como mostrado nas Figuras 4.13 e 4.14 foram determinadas, para o ensaio de tração dos aços 304-Cu e 304, a variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente, Figura 4.20.



**Figura 4.20 – Variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304 obtida através de ensaio de tração.**

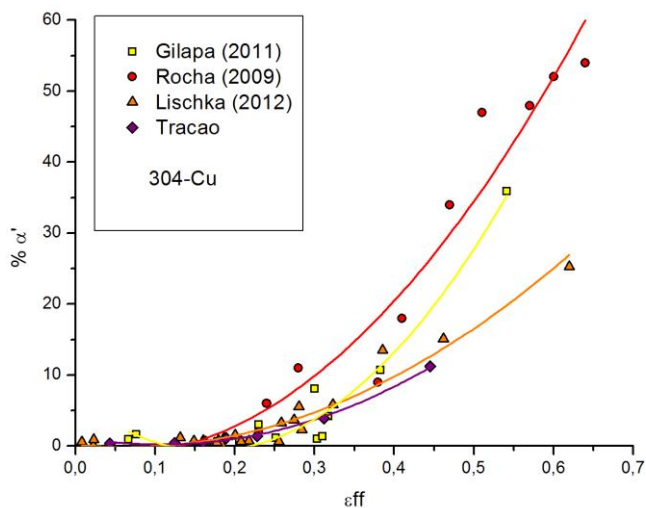
Os dois aços inoxidáveis austeníticos 304 apresentaram aumento da porcentagem de martensita  $\alpha'$  com o aumento da deformação equivalente  $e$ , acima de 0,3  $\epsilon_{ff}$ , grandes quantidades de martensita  $\alpha'$  são formadas. O aço 304 apresenta maiores quantidades de martensita  $\alpha'$  em relação ao aço 304-Cu para as mesmas deformações equivalentes.

A combinação dos resultados das Figuras 4.13 e 4.14 com a Figura 4.20 são mostradas nas Figuras 4.21 e 4.22. Estas Figuras mostram a variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente para diferentes caminhos de deformação nos aços 304-Cu e 304, respectivamente, adicionando-se as curvas obtidas através de ensaio de tração.

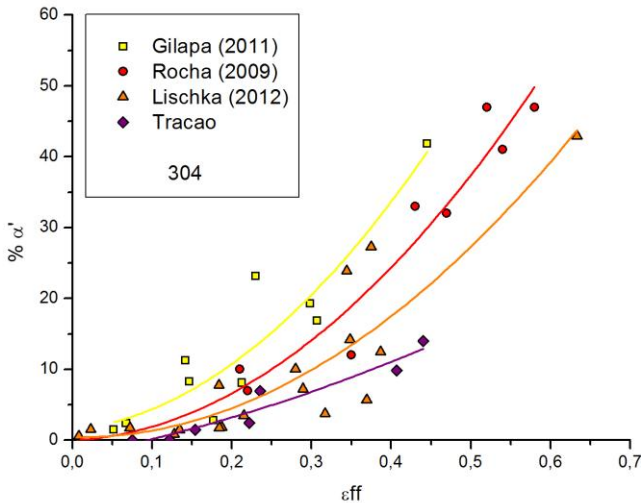
Pode-se perceber que as curvas obtidas por ensaio de tração seguem uma tendência parabólica, contudo, o caminho de deformação uniaxial (tração) possui um crescimento um pouco abaixo em relação ao caminho de deformação biaxial ( $\beta = 1$ ), e esta diferença aumenta para o aço 304. Observa-se ainda que as curvas obtidas para o ensaio de tração por ferritoscopia corrigidas pelas equações 4.1 e 4.2 se localizam abaixo da faixa de variação da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente para os vários caminhos de deformação.



No ensaio de tração, os dois aços mostram um comportamento abaixo das amostras deformadas pelos outros caminhos de deformação, porém dentro da faixa de variação das análises realizadas. Este fato pode ser devido ao restrito número de amostras que não mostra o comportamento dos aços para maiores deformações.



**Figura 4.21 – Comparação da variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da Deformação Equivalente do aço inoxidável austenítico 304-Cu para diferentes caminhos de deformação.**



**Figura 4.22 – Comparação da variação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da Deformação Equivalente do aço inoxidável austenítico 304 para diferentes caminhos de deformação.**

### 4.3. *Propriedades Mecânicas*

#### 4.3.1. Ensaio de Tração

A tabela 4.3 apresenta os resultados obtidos no ensaio de tração para os aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304, como recebidos, para as direções  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $90^\circ$  com a direção de laminação. Os valores de “n” são valores médios, obtidos com deformação de engenharia entre 10 e 17%

**Tabela 4.3 – Propriedades Mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304 como recebidos.**

304-Cu	Limite de Escoamento (MPa)		Limite de Resistência (MPa)		Alongamento (%)		Valor médio de "n"		Razão Elástica	
90°	282	281 ± 0,5	633	632 ± 0,5	64	60 ± 3,5	0,38	0,395 ± 0,01	0,44	0,44
	281		632		57		0,41		0,44	
45°	273	268 ± 5	581	582 ± 0,5	66	72 ± 6,5	0,38	0,385 ± 0,005	0,469	0,46
	262		583		79		0,39		0,449	
0°	268	270 ± 4	602	602 ± 0,5	79	76 ± 2,5	0,40	0,395 ± 0,005	0,445	0,45
	272		603		74		0,39		0,451	

304	Limite de Escoamento (MPa)		Limite de Resistência (MPa)		Alongamento (%)		Valor de "n"		Razão Elástica	
90°	300	300 ± 0,5	716	716 ± 0,5	78	73 ± 5	0,39	0,395 ± 0,01	0,42	0,42
	301		717		68		0,38		0,42	
45°	293	292 ± 2	704	701,5 ± 5	76	76	0,38	0,380	0,42	0,42
	291		699		76		0,38		0,42	
0°	319	313 ± 6	762	758 ± 8	64	65 ± 1	0,41	0,410	0,42	0,42
	307		754		66		0,41		0,41	

Pode-se observar que o aço 304 apresenta alongamentos semelhantes e maiores valores de limite de resistência e de escoamento em relação aos apresentados pelo aço 304-Cu. Comparando as médias dos resultados, os valores são muito próximos dos observados por Rocha (2009), sendo a média das três direções (0°, 45° e 90°), para os aços 304-Cu e 304, respectivamente: 630 e 719 MPa de limite de resistência, 290 e 300MPa de limite de escoamento, e 69 e 60 % de alongamento total. Gonzalez (2002) encontrou resultados ligeiramente acima da média para o limite de resistência (700 MPa) e alongamento (74%) para o aço 304-Cu.

Os valores médios de  $n$  dos dois aços quase não se alteram, mas como visto na revisão bibliográfica,  $n$  para aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis, devido as transformações martensíticas durante a deformação, não é constante, mas uma função da deformação  $\varepsilon$  e das transformações de fases.

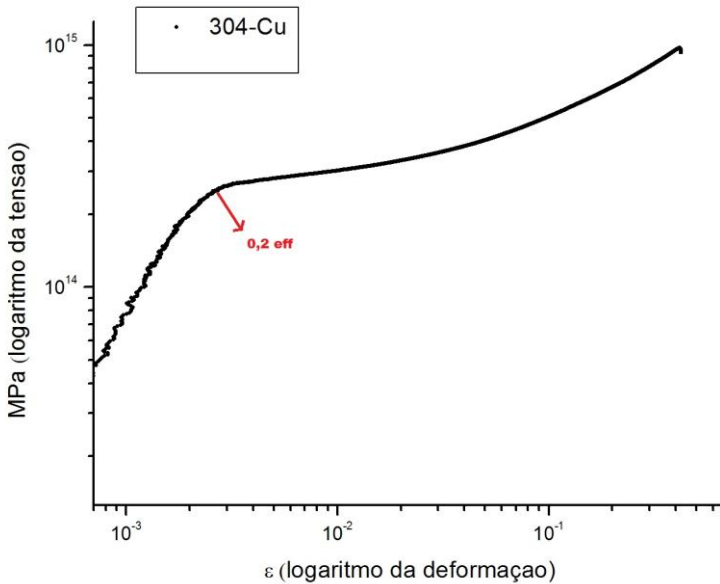
Para estudar o comportamento da deformação plástica dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304, foi utilizada a equação constitutiva de Swift, que relaciona a tensão equivalente,  $\sigma_{eq}$ , com a deformação plástica,  $\varepsilon_p$ , segundo a equação:

$$\sigma_{eq} = K (\varepsilon_0 + \varepsilon_p)^n \quad (4.3)$$

Onde:  $K$ ,  $\varepsilon_0$  e  $n$  são constantes, determinadas pelo ensaio de tração de forma a buscar descrever o comportamento do material durante o ensaio de tração aplicado à curva da variação da tensão verdadeira em função da deformação verdadeira.

A Figura 4.23 mostra uma curva, aplicando logaritmo, típica da variação da tensão verdadeira em função da deformação verdadeira dos

aços estudados. Neste caso, para o aço 304-Cu na direção transversal em relação à laminação, ou seja, a  $90^\circ$ .



**Figura 4.23 – Curva logarítmica da variação da tensão verdadeira em função da deformação verdadeira para o aço 304-Cu na direção transversal em relação à laminação.**

De acordo com a Figura 4.23, estes aços apresentam dois estágios de deformação, o primeiro, associado à movimentação e multiplicação das discordâncias na matriz austenítica, e o segundo estágio, associado à transformação martensítica induzida por deformação, responsável pelo aumento da taxa de encruamento (ANTUNES, 2007).

#### 4.3.2. Coeficiente de Anisotropia

A Tabela 4.4 apresenta os resultados obtidos para os coeficientes de anisotropia planar e normal.

**Tabela 4.4 – Coeficientes de anisotropia planar e anisotropia normal dos aços inoxidáveis austeníticos 304 e 304-Cu.**

304-Cu	Anisotropia planar		304-Cu	Anisotropia normal	
	R	$\Delta R$		R	$\bar{R}$
90°	0,82	- 0,50	90°	0,82	1,05
45°	1,31		45°	1,31	
0°	0,80		0°	0,80	

304	Anisotropia planar		304	Anisotropia normal	
	R	$\Delta R$		R	$\bar{R}$
90°	0,76	- 0,54	90°	0,76	1,13
45°	1,40		45°	1,40	
0°	0,96		0°	0,96	

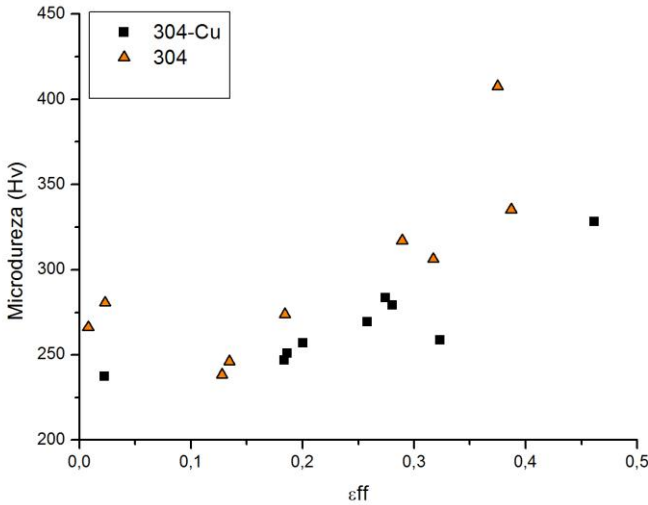
As chapas de aço 304-Cu e 304 apresentaram um coeficiente de anisotropia normal,  $\bar{R}$ , próximo de 1. Estes baixos valores de  $\bar{R}$  indicariam baixa resistência ao afinamento das chapas durante a sua conformação, quando estas são comparadas aos aços de baixo carbono, que comumente apresentam valores de  $\bar{R}$  entre 1,5 e 2 (ASM Handbook v.8, 2002), o que resultaria em baixas deformações uniformes. Entretanto, os baixos valores de  $\bar{R}$  das chapas de aço 304 e 304-Cu são compensados pelas maiores taxas de endurecimento durante o processo de deformação.

Os valores de anisotropia planar ( $\Delta R$ ) mostraram valores negativos, o que indica a formação de orelhamento (*earing*) no processo de estampagem próximo a 45° em relação à direção de laminação.

Os resultados da anisotropia mostram a coerência com os resultados mostrados na Tabela 4.3, onde pode-se ver a existência da variação das propriedades mecânicas de acordo com a direção do ensaio, o que indica a anisotropia dos aços inoxidáveis austeníticos 304-Cu e 304.

### 4.3.3. Microdureza

A Figura 4.24 apresenta a variação da microdureza com a deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304.



**Figura 4.24 – Variação da microdureza com a deformação equivalente para os aços 304-Cu e 304.**

Observa-se que o aço 304 apresentou maiores durezas em relação ao aço 304-Cu. Este resultado, como visto nas análises metalográficas e medidas magnéticas, indica que o aço 304 possui maior quantidade de martensita  $\alpha'$  para uma mesma deformação equivalente, ou seja, maior dureza.

Pode-se perceber que, apesar das diferentes quantidades de martensita  $\alpha'$  induzidas por deformação equivalentes para os dois aços, o comportamento para a formação desta fase apresenta-se semelhante, visto que as curvas apresentam-se crescentes. Estes resultados estão em concordância com as observações de Rocha (2006) e Gilapa (2011), onde foram encontradas, em média, de 180 a 370 Hv para o aço 304-Cu e 210 a 440 microdureza (Hv) para o aço 304 em um intervalo de 0 a 0,6 deformação equivalente.

## 5. CONCLUSÃO

A caracterização microestrutural mostrou aumento da porcentagem de martensita  $\alpha'$  com a deformação equivalente, tendo o aço inoxidável austenítico 304 apresentado maiores porcentagens de martensita  $\alpha'$  de acordo com a deformação equivalente em relação ao aço inoxidável austenítico 304-Cu (com adição de cobre) para o caminho de deformação  $\beta = 1$ . Este comportamento ocorre devido a adição de cobre, que aumenta a estabilidade da austenita e, como consequência, reduz a fração volumétrica de martensita transformada com a deformação. Este comportamento pôde ser observado por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia quantitativa.

As análises realizadas por metalografia eletrônica de transmissão mostraram a presença de austenita, martensita  $\epsilon$  e  $\alpha'$ , e mostra que a nucleação da martensita  $\epsilon$  ocorre nas falhas de empilhamento, contornos de grão e nas discordâncias acumuladas nos contornos de grão. Já a martensita  $\alpha'$  nucleia nas falhas de empilhamento, bordas de macla, bandas de deformação e maclas mecânicas. Como pode ser visto na análise por microscopia eletrônica de transmissão, a martensita magnética forma-se diretamente a partir da austenita.

O comportamento parabólico na relação entre fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  e deformação equivalente foi verificado nas duas técnicas de medição magnética, VSM e Ferritoscópio, tendo o Ferritoscópio apresentado menores valores. As duas técnicas de medição magnética apresentaram medições semelhantes até 0,18 de deformação equivalente, a partir deste valor, as medições entre as duas apresentaram uma diferença entre si crescente. A curva de correção apresentou resultado satisfatório ao ser utilizada com amostras que já possuíam valores conhecidos. E ao comparar as duas técnicas magnéticas com metalografia quantitativa, a metalografia quantitativa mostrou maiores porcentagens de martensita  $\alpha'$  de acordo com a deformação e esta diferença é atribuída à análise da imagem, que pode apresentar erros cumulativos durante a medição.

A comparação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente com diferentes caminhos de deformação para os aços 304-Cu e 304, obtida por outros autores utilizando VSM, mostrou que diferentes caminhos de deformação resultaram em diferentes curvas,

ou seja, diferentes porcentagens de martensita  $\alpha'$  para a mesma deformação equivalente.

O caminho de deformação obtido por ensaio de tração também foi adicionado à comparação da porcentagem de martensita  $\alpha'$  em função da deformação equivalente, e o mesmo, assim como os outros caminhos de deformação estudados, também segue uma tendência parabólica. Contudo, o caminho de deformação uniaxial (tração) possui um crescimento um pouco menor em relação ao caminho de deformação biaxial ( $\beta = 1$ ), e esta diferença aumenta para o aço 304.

A análise das propriedades mecânicas indica que há influência da adição de cobre no aço inoxidável austenítico 304-Cu. As propriedades mecânicas mostraram que o aço 304-Cu é menos resistente em relação ao aço inoxidável austenítico 304. Isto acontece pelo fato de o aço 304-Cu transformar menos martensita  $\alpha'$  em relação ao aço 304 durante a deformação.

Em relação à anisotropia, os índices comparados apresentaram coerência com as propriedades mecânicas estudadas. Esta coerência pode ser vista ao comparar as propriedades de acordo com a direção do ensaio estudada. As análises de anisotropia indicaram também baixa anisotropia normal, o que indica baixa resistência ao afinamento durante a conformação, porém, estes baixos valores de anisotropia normal são compensados pelas maiores taxas de endurecimento durante o processo de deformação.

Os resultados dos ensaios de tração dos dois aços mostraram um comportamento de deformação similar, com dois estágios de deformação. Este fato é devido às transformações martensíticas induzidas por deformação, que alteram a taxa de encrimento.

A influência da adição de cobre também pôde ser vista na análise de dureza, onde, apesar de os dois aços apresentarem dureza crescente, devido às transformações martensíticas induzidas por deformação, o aço 304 mostrou maior dureza em relação ao aço 304-Cu (com adição de cobre), ou seja, maior quantidade de martensita transformada.



## 6. SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

No desenvolvimento deste trabalho alguns assuntos mostraram-se interessantes de serem mais detalhadamente estudados a fim de melhor conhecer os mecanismos envolvidos no processo de deformação de aços inoxidáveis austeníticos com efeito TRIP e a correlação entre microestruturas e propriedades mecânicas. Algumas técnicas experimentais adotadas também mostraram ter grande potencial, necessitando, entretanto, de aperfeiçoamentos. Infelizmente, estes estudos não puderam ser realizados, ficando como sugestões para próximos trabalhos.

- Estudar o efeito do tamanho das amostras para a análise em VSM para todas as deformações realizadas;
- Aumentar o número de amostras para deformações maiores que 0,30 de deformação equivalente, já que as porcentagens de martensita  $\alpha'$  mostraram-se significativas a partir desta deformação;
- Estudar a utilização do Ferritoscópio em amostras com espessura maior que a mínima especificada pelo instrumento, pois assim evitaria o cálculo do fator de correção de espessura e a medição em Número de Ferrita. Desta maneira, a medição poderia ser realizada diretamente em porcentagem para ser comparada aos resultados de VSM e diminuiria erros cumulativos de conversões;
- Pesquisar um software ou uma técnica mais precisa para a microscopia quantitativa de martensita  $\alpha'$ .



## 7. REFERÊNCIAS

AL-QURESHI, H.A. **Conformação de chapas metálicas**. I.T.A.. São José dos Campos, 1985. Apostila.

ALANEME, K.K.; HONG, S.M.; SEN, INDRANI; FLEURY, E.; RAMAMURTY, U. **Effect of copper addition on the fracture and fatigue crack growth behavior of solution heat-treated SUS 304H austenitic steel**. *Materials Science and Engineering: A*. 4600-4604. 2010.

ANTUNES, A. E. B.; ANTUNES, L. M. D., **Comportamento plástico do aço inoxidável austenítico em baixa temperatura/ 2007**.

ASM Handbook. Volume 1: **Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys**, ASM INTERNATIONAL, 2002.

BASUKI, A.; AERNOUDT, E., **Effect of deformation in the intercritical area on the grain refinement of retained austenite**. *Scripta Materialia*, Vol. 40, No. 9, pp. 1003–1008, 1999.

*BARBETTA, P.A.; REIS, M.M., BORNIA, A.C, Estatística para Cursos de Engenharia e Informática*. Atlas, 2004.

BLECK, 2002 **Using the TRIP effect – The Dawn of a promising group of cold formable steels**. *Proceeding of International Conference on TRIP – Aided High Strength Ferrous Alloys*, 2002. pp 13-23.

BLECK, W.; DENG, Z.; PAPAMANTELLOS, K.; GUSEK, C. O.; **A comparative study of the forming-limit diagram models for sheet steels**. 1997.

BRESCIANI FILHO, E.; ZAVAGLIA, C. A. C.; BUTTON, S. T.; GOMES, E.; NERY, F. A. C. **Conformação Plástica dos Metais**. Campinas, 1991.

BRESSAN, J. D.; TIGRINHO, L. M. V.; SANTOS, R. A.; MARCONDES, P.; **Previsão Teórica da Curva CLC e Comparação**

**com Resultados Experimentais de Chapas do Aço DC 06 Obtidos com Ensaios de Nakazima e Marciniak.** 2011.

BROOKS, C. R., **Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys**, 1st printing, ASM, 1982.

BURGEI, W.; PECHAN, M. J.; JAEGER, H.; **A simple vibrating sample magnetometer for use in a materials physics course.** 2003.

CARDARELLI, F. **Materials Handbook: A Concise Desktop Reference.** Springer, London, New York, 2000.

CASTRO, C.S.B., **Efeito da Adição de Cobre nas Propriedades Mecânicas de Aços inoxidáveis Austeníticos.** Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2003. 154p (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos.** São Paulo, 1988.

CHEMIN, R. A.; **Avaliação das Deformações de Chapas Finas e Curvas CLC para diferentes geometrias de punções.** 2004.

CHRISTIAN, J. W., **The Theory of Transformation in Metals and Alloys**, Chapters 21-23 pp. 921-1075, 3rd edition, Elsevier, Oxford, 2002 (ISBN 0-08-044019-3).

COSTA E SILVA, A. L.; MEI, P. R., **Aços e ligas especiais.** São Paulo, 2006.

DIAS, F. C., **Uso do software ImageJ para análise quantitativa de imagens de microestruturas de materiais.** Dissertação de Mestrado. 2008.

DIETER, G.; **Mechanical Metallurgy**, 3. ed., McGraw-Hill, 1986.

FREITAS, M. C. S.; MOREIRA, L. P.; **Implementação do Modelo de Marciniak-Kuczynski para Previsão da Curva Limite de Conformação.** 2011.

GILAPA, L, C, M; **Efeito do teor de cobre e dos caminhos de deformação na conformabilidade e na transformação da martensita induzida por deformação em aços inoxidáveis austeníticos.** 2011. Tese.

GONZALEZ, B. M., CASTRO, C.S.B., BUONO, V. T. L., Vilela, J M C; Andrade, M S; Moraes, J M D; Mantel, M J. **The influence of copper addition on the formability of AISI 304 stainless steel.** Materials Science and Engineering A343 (2003) 51/ 56.

GUIMARÃES, J. R. C., **Conceituação, Cinética e Morfologia da Transformação Martensítica em Aços,**Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol.1 (1981), nº 1, 3-9.

HEDSTROM, P; LIENERT, U; ALMER, J; ODEN, M. **Elastic strain evolution and  $\epsilon$ -martensite formation in individual austenite grains during in situ loading of a metastable stainless steel.** 2008.

HELMUT FISCHER. **Catalogo do Ferritoscopio modelo MP 30E,** 2006.

HERTZBERG, R. W. **Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials.** Wiley, 4. ed., 1995. 816 p.

HOSFORD, W. F.; CADELL R. M. **Metal Forming: Mechanics and Metallurgy.** Cambridge, 2007.

HUANG, H; DING, J.; MCCORMICK, P. **Microstructural evolution of 304 stainless steel during mechanical milling.** Materials Science and Engineering A216 (1996) 178 – 184.

KEELER, Stuart P. The state of the Art. **Understanding sheet metal formability.** 1968.

KOBAYASHI, S.; SAITO, A.; TAKAHASHI, S.; KAMADA, Y.; KIKUCHI, H.; **Characterization of strain-induced martensite phase in austenitic stainless steel using a magnetic minor-loop scaling relation.** 2008.

LEE, T. H.; SHIN, E.; OH, C.; HA, H.; KIM, S.; **Correlation between staking fault energy and deformation microestruture in high-interstitial-alloyed austenitic steels.** 2010.

LICHTENFELD J. A.; MATAYA M. C.; VAN TYNE C. J., **Effect of strain rate on stress–strain behaviour of alloy 309 and 304 austenitic stainless steel.** Metall. Mater. Trans. A, 2006, 37A, 147–161.

MANGONON, L., THOMAS, G., **The martensite phases Transactions in 304 stainless steel,** Metallurgical, v. 1, pp.1577-1586, 1970.

MILAD, M.; ZREIBA, N.; ELHALOUANI, F.; BARADAI, C.; **The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel.** 2007.

MORRIS, C., OLSON, G.B., **Dislocation Theory of Martensitic Transformations in Dislocations in Solids,** Elsevier Science Publishers B. V., 1986.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades.** São Paulo, 1996.

PADILHA, A. F.; **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades.** 2000.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F.; **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura.** São Paulo, 2005.

PERDAHIOGLU, E; GEIJSOLAERS, H; HUETINK, J; **Influence of stress state and strain path on deformation induced martensitic transformations.** 2006

PETIT, B.; GEY, N.; CHERKAOUI, M.; BOLLE, B.; HUMBERT, M. **Deformation behavior and microstructure/texture evolution of an annealed 304 AISI stainless steel sheet. Experimental and micromechanical modeling.** International Journal of Plasticity 23 (2007) 323–341

PORTER, D. A., EASTERLING, K. E., **Phase transformations in metals and alloys.**, Chapter 6, pp. 382-440, 2nd edition, Chapman & Hall, London, 1992 (ISBN 0-412-45030-5)

RAJ, A. K.; KUMAR, J. S.; PADMANABHAN, K. A.; **Martensitic transformation and plastic flow in metastable 2.5 wt% nickel austenitic stainless steel sheets.** 1998.

RAMAN, S. G. S., PADMANABHAN, K. A., MATER, J. Ž. **Tensile Deformation-Induced Martensitic Transformation in AISI 304LN Austenitic Stainless Steel.** Sci. Letters 13 1994 389.

REED-HILL, R.E. **Physical Metallurgy.** Van Nostrand Reinhold, NY, 1984.

ROCHA, M. R. **Estudo da Conformabilidade dos Aços Inoxidáveis Austeníticos 304N E 304H e suas Correlações com as Microestruturas obtidas.** Tese de Doutorado, 2006.

ROCHA, M; OLIVEIRA, C.; **Evaluation of the martensitic transformations in austenitic stainless steels.** 2009

SANTOS, T.F.A; ANDRADE, M.S.; **Avaliação dilatométrica da reversão das martensitas induzidas por deformação em um aço inoxidável austenítico do tipo ABNT 304.** 2008

SCHAEFFER, L; **Conformação dos Metais: metalurgia e mecânica.** Porto Alegre, 1995.

SILVA, A.; **Efeito da Temperatura de Solubilização na Precipitação de Fase Sigma de um Aço Inoxidável Superdúplex.** 2011.

SILVA, C. E.; OTUBO, J.; **The influence of austenitizing and chemical composition microstructures of shape memory stainless steel.** 2010.

SIMONEAU, R. **Cavitation Erosion and Deformations Mechanisms of Ni and Co Austenitic Stainless Steels,** ELSI VII, 1987.

SINHA, A. K. **Physical Metallurgy Handbook**, MacGraw Hill ed., 2003. p.10.50

SME handbook. Society of Manufacturing Engineer, USA, 1978.

SMITH, W. F.; **Principles of Materials Science and Engineering**. 3.<sup>a</sup> edição, New York, 1996

TAKAHASHI, S. et al. Martensitic Transformation Due Plastic Deformation and Magnetic Properties in SUS304 Stainless Steel, **Journal of Materials Processing**, n. 108, p. 213-216, 2001.

TALONEN, J.; ASPERGREN, P.; HÄNNINEN, H.; **Comparison of different methods for measuring strain induced  $\alpha'$ -martensite content in austenitic steels**. 2004.

TALONEN, J.; HÄNNINEN, H.; **Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels** 2007.

TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; DA SILVA, M.J. GOMES; ABREU, H.F.G.; DA SILVA, M.R.. **Deformation induced martensitic transformation in a 201 modified austenitic stainless steel**. 2009.

TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; GUERREIRO, J.L.; GOMES, A.M.; DA SILVA, M.R. **Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) L29–L33.

TSAKIRIS, V.; EDMONDS, D. V. Martensite and deformation twinning in austenitic steels. **Materials Science Engineering A**, n. 273-275, p. 430-436, 1999.

ZHAO, L.; DIJK, N. H.; BRÜCK, E.; SIETSMA, J.; ZWAAG, S.; **Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels**. 2000.



## 8. APÊNDICE

Neste trabalho foram realizadas medidas magnéticas através de dois métodos, Ferritoscópio e Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM), que posteriormente foram comparados entre si. Para fazer esta comparação, foi necessário transformar todas as medidas em porcentagem de martensita  $\alpha'$ . Os cálculos utilizados e o procedimento são descritos a seguir:

### Cálculo da porcentagem de martensita $\alpha'$ pelo Ferritoscópio

Para determinar a porcentagem de martensita  $\alpha'$  foi realizado o seguinte procedimento:

1 – A medição no Ferritoscópio é feita em FN (Número de Ferrita);

2 – Calcular o Fator de Correção (FC) da espessura através da equação:

$$FC = -0,158 \times \text{Log}(FN_{\text{medido}}) + 1,309$$

3 – Calcular o Número de Ferrita corrigido através da equação:

$$FN_{\text{final}} = FN \times FC$$

4 – Transformar Número de Ferrita em %Fe (martensita  $\alpha'$ ) através da equação:

$$\%Fe = 0,30475 + 1,0533 \times (FN) - 0,00438 \times ((FN)^2)$$

Como exemplo, são mostrados, em uma amostra do aço 304-Cu com deformação equivalente de 0,3856 eff, os cálculos a seguir:

Medição Ferritoscópio:

7,37 FN

Fator de Correção:

$$FC = -0,158 \times \text{Log}(7,37) + 1,309$$

$$FC = 1,17194$$

Número de Ferrita corrigido:

$$FN_{\text{final}} = 7,37 \times 1,17194$$

$$FN_{\text{final}} = 8,637199 \text{ FN}$$

Porcentagem de ferrita (martensita  $\alpha'$ ):

$$\%Fe = 0,30475 + 1,0533 \times (FN) - 0,00438 \times ((FN)^2)$$

$$\%Fe = 0,30475 + 1,0533 \times (8,637199) - 0,00438 \times ((8,637199)^2)$$

$$\%Fe = 9,075\%$$

### **Cálculo da porcentagem de martensita $\alpha'$ pelo Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)**

Para determinar a porcentagem de martensita  $\alpha'$  a partir dos resultados obtidos na caracterização magnética, foi utilizada a equação sugerida por SHIMOZONO (1978):

$$V_{\alpha'}(\%) = (4 \cdot \pi \cdot \sigma'_s) \cdot 100 / 10^4 \sigma_s$$

1 – Para encontrar  $\sigma'_s$  é necessário, primeiro, dividir o peso da amostra pela densidade da martensita  $\alpha'$ , como mostram os cálculos a seguir:

$$X = \frac{\text{Peso da amostra (gramas)}}{\text{densidade da martensita } \alpha' (g / cm^3)}$$

E então encontrar a saturação magnética final:

$$\sigma'_s = \frac{\text{saturação magnética (emu)}}{X (cm^3)}$$

3 –  $\sigma_s$  é a saturação magnética da amostra considerando-se a sua total transformação para martensita  $\alpha'$ .  $\sigma_s$  foi calculada utilizando a equação:

$$\sigma_s = \{2,2 \cdot (1 - x - y) + 0,6x\} \cdot 1,003$$

Onde: x e y são as frações molares de Ni e Cr, respectivamente.

Para se calcular as frações molares, deve-se iniciar pelo cálculo das massas do Cr e Ni, que pode ser feito através da multiplicação da porcentagem dos mesmos por mil:

$$\text{massa (x/y)} = \%(\text{Cr/Ni}) \times 1000$$

4 – Após calcular a massa, deve-se calcular o número de mol:

$$n = \frac{\text{massa (Cr/Ni)}}{\text{massa atômica (Cr/Ni)}}$$

5 – O número de mol deve ser calculado para todos os outros elementos da composição química estudada. Em seguida, deve-se somar o número de moles de todos os elementos e obter o número de moles total.

6 – E, finalmente, calcular a fração molar através da equação:

$$\text{fração molar} = \frac{n(\text{Cr/Ni})}{n_{\text{total}}(\text{Cr/Ni})}$$

7 – Calculadas as frações molares, encontra-se  $\sigma_s$ .

8 – Encontrado  $\sigma_s$ , finalmente calcula-se a porcentagem de martensita  $\alpha'$ .

Como exemplo, são mostrados, em uma amostra do aço 304-Cu com deformação equivalente de 0,6198  $\epsilon_{ff}$ , os cálculos a seguir:

Para encontrar  $\sigma'_s$ :

$$X = \frac{\text{Peso da amostra (gramas)}}{\text{densidade da martensita } \alpha' \text{ (g / cm}^3\text{)}} = \frac{0,1227 \text{ g}}{7,09 \text{ g / cm}^3} = 0,01730 \text{ cm}^3$$

$$\sigma'_s = \frac{\text{saturação magnética (emu)}}{X \text{ (cm}^3\text{)}} = \frac{5,806 \text{ emu}}{0,01730 \text{ cm}^3} = 335 \text{ emu / cm}^3$$

Para encontrar  $\sigma_s$ :

88

a)

$$\text{massa (x/y)} = \%(\text{Cr/Ni}) \times 1000 = 18,02 / 8,06 \times 1000 = 18020 / 8060$$

b)

$$n = \frac{\text{massa (Cr/Ni)}}{\text{massa atômica (Cr/Ni)}} = \frac{18020 / 8060}{52 / 58} = 346,5385 / 138,9655$$

c)

$$n_{\text{total}} = 1836,689$$

d)

$$\text{fração molar} = \frac{n(\text{Cr/Ni})}{n_{\text{total}}(\text{Cr/Ni})} = \frac{346,5385 / 138,9655}{1836,689} = 0,188676 / 0,075661$$

e)

$$\sigma_s = \{2,2 \cdot (1 - x - y) + 0,6x\} \cdot 1,003$$

$$\sigma_s = \{2,2 \cdot (1 - 0,188676 - 0,075661) + 0,6x\} \cdot 1,003$$

$$\sigma_s = 1,6688$$

Para encontrar a porcentagem de martensita  $\alpha'$ :

$$V_{\alpha'}(\%) = (4 \cdot \pi \cdot \sigma'_s) \cdot 100 / 10^4 \sigma_s$$

$$V_{\alpha'}(\%) = (4 \times 3,14 \times 335) \times \frac{100}{10^4 \times 1,6688}$$

$$V_{\alpha'}(\%) = 25\%$$