

## Efeito da taxa de aquecimento na reversão da martensita induzida por deformação em um aço inoxidável austenítico do tipo ABNT 304

(Influence of heating rate on the reversion of strain-induced martensite in AISI 304 austenitic stainless steel)

Tiago Felipe de Abreu Santos

Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP  
Doutorando em Engenharia Mecânica pela Universidade Estadual de Campinas - Unicamp  
E-mail: tasantos@fem.unicamp.br

Margareth Spangler Andrade

Pesquisadora da Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC  
E-mail: margareth.spangler@cetec.br

Ana Luiza Resende de Castro

Pesquisadora Associada da Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC  
E-mail: ana.luiza.castro@cetec.br

### Resumo

Ensaio de tração foram realizados em corpos-de-prova de aço inoxidável austenítico, nas temperaturas de  $-50$  e  $-10^{\circ}\text{C}$  e quantidades de deformação de 3 a 12%, com a finalidade de se obterem diferentes quantidades de fases martensíticas dos tipos  $\epsilon$  e  $\alpha'$ . As martensitas induzidas por deformação foram caracterizadas quanto a sua morfologia, distribuição e quantidade por meio de análises metalográficas, dilatométrica, e medidas com um detector de ferrita. As temperaturas de transformações reversas,  $\epsilon \rightarrow \gamma$  e  $\alpha' \rightarrow \gamma$ , foram determinadas por ensaios dilatométricos. A reversão das martensitas  $\epsilon$  e  $\alpha'$  foi observada nas faixas de temperaturas de  $50-200^{\circ}\text{C}$  e  $500-800^{\circ}\text{C}$ , respectivamente. A taxa de aquecimento praticamente não influencia as temperaturas de reversão de  $\epsilon \rightarrow \gamma$ . A reversão da martensita  $\alpha'$ , ao contrário, mostrou-se dependente da taxa de aquecimento.

**Palavras-chave:** Aços inoxidáveis austeníticos, martensita induzida por deformação, dilatométrica, diagrama de aquecimento contínuo.

### Abstract

*Austenitic stainless steels specimens were deformed by tension from 0.03 to 0.12 of true strain at  $-50^{\circ}\text{C}$  and  $-10^{\circ}\text{C}$ , in order to obtain different volumetric fractions of  $\epsilon$  and  $\alpha'$  strain induced martensites. The morphology, distribution and volumetric fractions of the strain induced martensites were characterized by metallography and dilatometry analysis and quantified by ferrite detector measurements. The reverse transformation temperatures of  $\epsilon \rightarrow \gamma$  and  $\alpha' \rightarrow \gamma$  were detected by dilatometry tests. The  $\epsilon$  and  $\alpha'$  martensites reversion was observed in the temperature range of  $50-200^{\circ}\text{C}$  and  $500-800^{\circ}\text{C}$ , respectively. The heating rate did not influence the reversing of  $\epsilon \rightarrow \alpha'$  temperatures but did affect the  $\alpha' \rightarrow \gamma$  transformation temperatures.*

**Keywords:** Austenitic stainless steel, strain-induced martensite, dilatometry, continuous heating diagram.

## 1. Introdução

Os aços inoxidáveis austeníticos do tipo ABNT 304 possuem estrutura cúbica de face centrada (CFC) e, quando deformados, exibem fases martensíticas, o que pode aumentar sua resistência mecânica quando trabalhados a frio. O limite de escoamento de um aço inoxidável austenítico no estado recozido é relativamente baixo, cerca de 200MPa (Martins et alii., 1998). Após tratamento termomecânico um aço do tipo ABNT 304 pode ter seu limite de escoamento aumentado para cerca de 1400MPa, com um alongamento acima de 10% (Martins et alii., 1998).

As fases martensíticas que surgem nesse aço são  $\epsilon$  e  $\alpha'$ , de estruturas cristalinas hexagonal compacta (HC) e tetragonal de corpo centrado (TCC), respectivamente. A quantidade e o tipo de fase que aparecem nesse aço dependem da temperatura e da quantidade de deformação (Guy et alii., 1982). A quantidade de martensita  $\epsilon$  em um aço tipo AISI 304 atinge um máximo em 0,05 de deformação (Andrade et alii., 2003). Por outro lado, a quantidade de martensita  $\alpha'$  aumenta de forma contínua com a deformação (Andrade et alii., 2003; De et alii., 2006).

## 2. Materiais e métodos

Foi utilizado um aço inoxidável austenítico do tipo ABNT 304, cuja composição química é mostrada na Tabela 1. O aço, de fabricação industrial, foi fornecido pela Companhia Arcelor Mittal Inox Brasil na forma de chapa com 0,6mm de espessura.

Com o objetivo de se obterem diferentes quantidades de martensitas do tipo  $\epsilon$  e  $\alpha'$ , foram realizados ensaios de tração em corpos-de-prova retirados das chapas na direção paralela à direção de laminação. Os corpos-de-prova foram submetidos a deformações de 3, 6, 9 e 12% nas temperaturas de  $-10^{\circ}\text{C}$  e  $-50^{\circ}\text{C}$ . Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos modelo Instron 1125, com câmara de condicionamento de temperaturas modelo 3111, que utiliza  $\text{CO}_2$  para resfriamento

Tabela 1 - Composição química do aço ABNT 304 (% em peso).

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N	Co	Cu
0,060	0,39	1,31	18,09	8,03	0,040	0,0330	0,10	0,07

e resistências elétricas para aquecimento. A velocidade de deslocamento do cabeçote da máquina de tração foi de 2mm/min. A temperatura dos corpos-de-prova durante o ensaio foi monitorada por um termopar soldado na amostra.

A fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  foi determinada através de um Ferritoscópio<sup>®</sup> Fischer modelo MP3C. Foram feitas 5 medidas em cada corpo-de-prova e o erro das medidas foi inferior a 0,01. Foi utilizado o fator de conversão 2 (Vilela et alii., 2004).

Amostras para os ensaios dilatométricos, medindo 12mmx2,0mmx0,6mm, foram retiradas dos corpos-de-prova deformados, na direção paralela à direção do carregamento em tração. Os ensaios foram realizados em um dilatômetro de têmpera Adamel Lhomargy LK2 na faixa de temperaturas entre, aproximadamente, 40 e 1000 $^{\circ}\text{C}$  para taxas de aquecimento variando de 0,17 a 10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ . As temperaturas de início e fim de transformação  $\alpha' \rightarrow \gamma$  e fim de transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  foram medidas através do método das tangentes (Figura 1). O pico de transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  na derivada da curva de dilatação (Figura 1) corresponde a 50% de fração transformada. Foram obtidos diagramas de aquecimento contínuo para as amostras deformadas de 3 a 12% em  $-50^{\circ}\text{C}$  e de 9% em  $-10^{\circ}\text{C}$ .

Após os ensaios de dilatométrica, as amostras deformadas de 3 a 12% na temperatura de  $-10^{\circ}\text{C}$  foram submetidas à preparação metalográfica convencional, seguida de polimento eletrolítico a fim de retirar a camada de martensita formada durante a etapa de preparação (Burstein et alii., 2000). As amostras foram atacadas com reagente Beraha II. Imagens das amostras foram realizadas por microscopia ótica. As amostras deformadas em  $-10^{\circ}\text{C}$  foram escolhidas pelo fato de possuírem maior quantidade relativa da martensita  $\epsilon$ .

## 3. Resultados e discussão

A Figura 2 mostra uma micrografia do aço tipo ABNT 304 no estado como recebido. Observa-se uma microestrutura constituída de grãos com maclas de recozimento.

Os resultados das medidas da quantidade de martensita  $\alpha'$  realizadas com o ferritoscópio são apresentados na Tabela 2. Verifica-se que a quantidade de martensita  $\alpha'$  aumenta com a deformação em uma mesma temperatura de ensaio de tração e também com a diminuição da temperatura para uma mesma quantidade de deformação.

Uma curva dilatométrica típica das amostras deformadas é mostrada na Figura 3. A amostra foi deformada de 9% na temperatura de  $-50^{\circ}\text{C}$ . Observam-se duas transformações de fase, nas faixas de temperaturas de 50 a 200 $^{\circ}\text{C}$  e 500 a 800 $^{\circ}\text{C}$ , relacionadas às reversões  $\epsilon \rightarrow \gamma$  e  $\alpha' \rightarrow \gamma$ , respectivamente.

A Figura 4 mostra as curvas da derivada da dilatação relativa das amostras deformadas de 9% em  $-50$  e  $-10^{\circ}\text{C}$ , para as taxas de aquecimento de 0,17, 0,50, 1,00, 5,00 e 10,0 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ . Nota-se que a primeira transformação,  $\epsilon \rightarrow \gamma$ , praticamente não é influenciada pela variação da taxa de aquecimento, indicando que a reversão da martensita  $\epsilon$  ocorre predominantemente por um mecanismo adifusional. Por outro lado, observam-se alterações nas temperaturas de reversão durante a segunda transformação reversa,  $\alpha' \rightarrow \gamma$ , em função da taxa de aquecimento. Quanto maior a taxa de aquecimento, mais elevada a temperatura de transformação de  $\alpha'$ . Observa-se, ainda, que a reversão varia também em função da temperatura de deformação: em amostras tracionadas em  $-10^{\circ}\text{C}$ , a reversão ocorre em temperaturas mais elevadas que naquelas tracionadas em  $-50^{\circ}\text{C}$ .

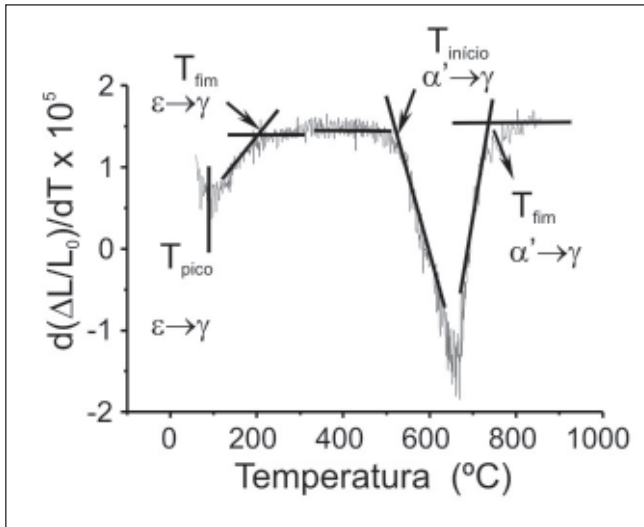


Figura 1 - Método das tangentes para determinação de temperatura de transformação a partir da derivada curva de dilatação.

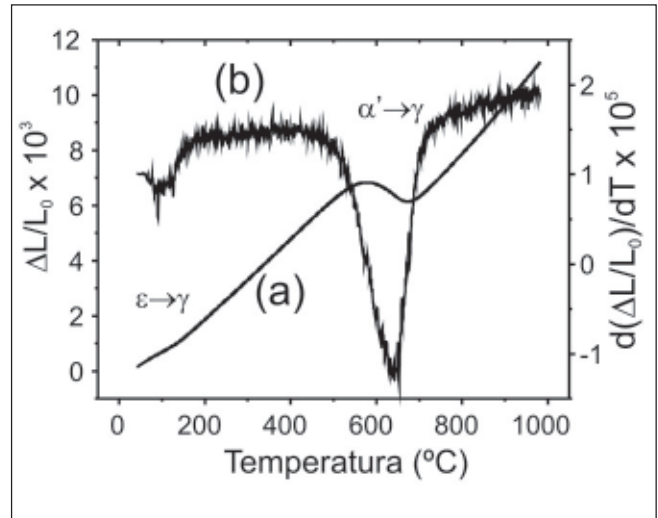


Figura 3 - Curva de dilatação típica (a) e sua derivada (b) de amostra deformada de 9% por tração a -50°C; aço ABNT 304.

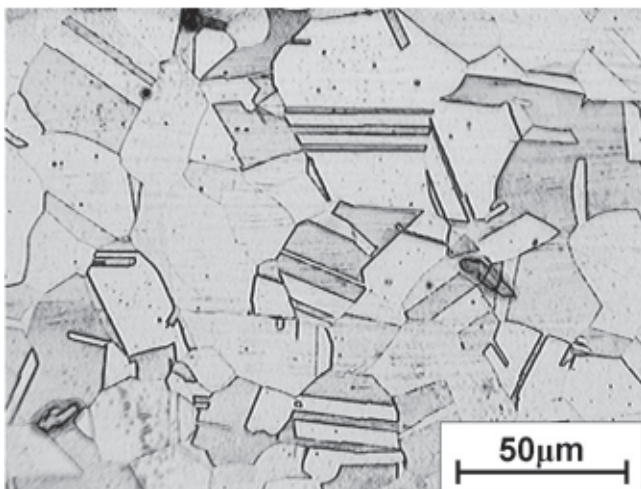


Figura 2 - Micrografia ótica do aço inoxidável austenítico como recebido: grãos austeníticos maclados. Ataque: glicerégia.

Tabela 2 - Quantidade de martensita  $\alpha'$  medida pelo detector de ferrita para deformações verdadeiras de 3 a 12% em -50°C e -10°C.

Temperatura de deformação (°C)	Deformação verdadeira (%)			
	3	6	9	12
-10	0,26	2,46	9,18	15,74
-50	2,25*	14,68*	26,80*	37,00

\* Dados obtidos por Pinto (2002).

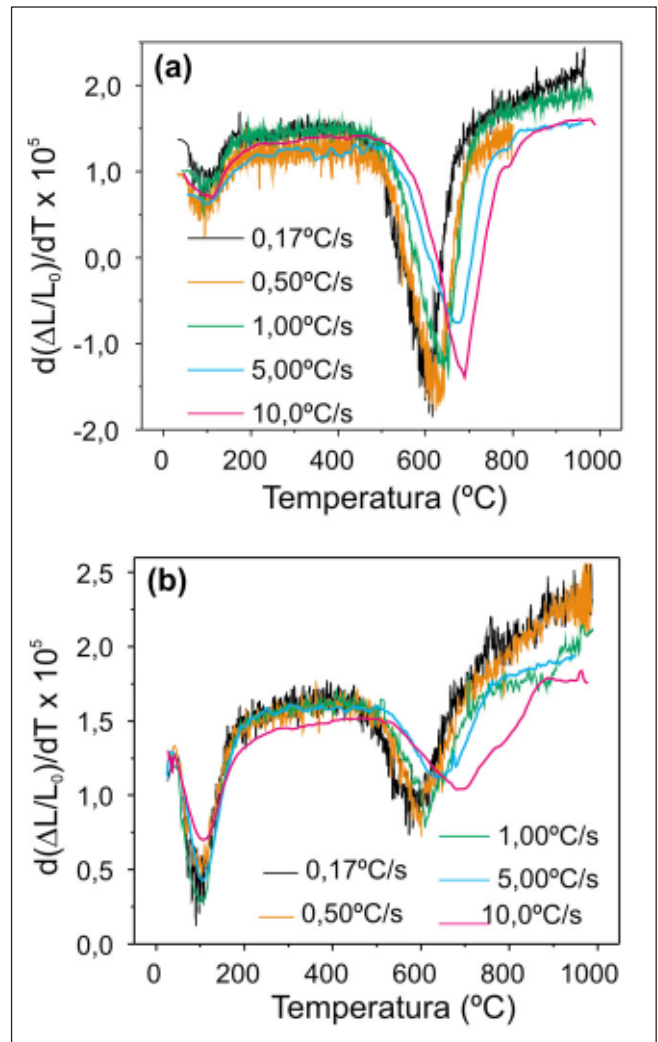


Figura 4 - Derivadas das curvas de dilatação da amostra deformada de 9% com taxas de aquecimento de 0,17 a 10,0°C/s em (a) -50°C e (b) -10°C; aço ABNT 304.

A Figura 5 apresenta os diagramas de aquecimento contínuo para amostras deformadas de 9% em  $-50^{\circ}\text{C}$  e  $-10^{\circ}\text{C}$ . As taxas de aquecimento utilizadas foram 0,17, 0,50, 1,00, 5,00 e  $10,0^{\circ}\text{C/s}$  e, no gráfico, crescem da direita para esquerda em escala logarítmica. A temperatura de início da transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  não foi medida por estar abaixo da temperatura de início do ensaio. Pode-se ver que a temperatura do pico de transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  é praticamente constante com a mudança da taxa de aquecimento. A temperatura de fim de transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  praticamente não varia com a taxa de aqueci-

mento, evidenciando o caráter adifusional da transformação. A variação da temperatura de início de transformação  $\alpha' \rightarrow \gamma$  é pouco pronunciada, indicando que mecanismos adifusionais e difusionais estão envolvidos nessa transformação, enquanto que a temperatura de fim de transformação  $\alpha' \rightarrow \gamma$  mostra uma forte dependência com a taxa de aquecimento, indicando que próximo a essa temperatura a transformação é predominantemente controlada por difusão.

A Figura 6 apresenta os diagramas de aquecimento contínuo das amostras deformadas de 3 e 12%, em  $-50^{\circ}\text{C}$ . Obser-

va-se comportamento semelhante ao da amostra deformada de 9% em  $-50^{\circ}\text{C}$  (Figura 5).

A Figura 7 apresenta micrografias das amostras tracionadas a  $-10^{\circ}\text{C}$  com deformações de 3, 6, 9 e 12%, respectivamente. As regiões escuras correspondem à martensita  $\alpha'$  e as regiões claras correspondem à matriz austenítica. A martensita  $\alpha'$ , que se apresenta na forma de placas paralelas interceptando a superfície da amostra, aumenta com o aumento da deformação. Quando essas placas atingem densidades maiores, elas se juntam, formando um contínuo como se

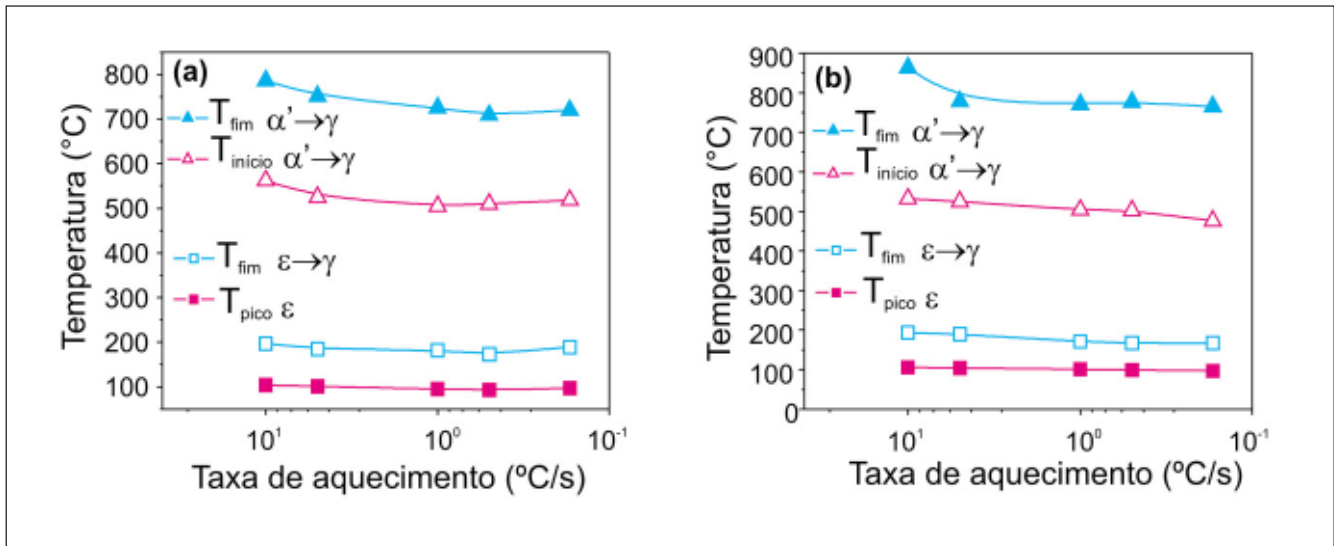


Figura 5 - Diagramas de aquecimento contínuo das amostras deformadas de 9% em (a)  $-50^{\circ}\text{C}$  e (b)  $-10^{\circ}\text{C}$ ; aço ABNT 304.

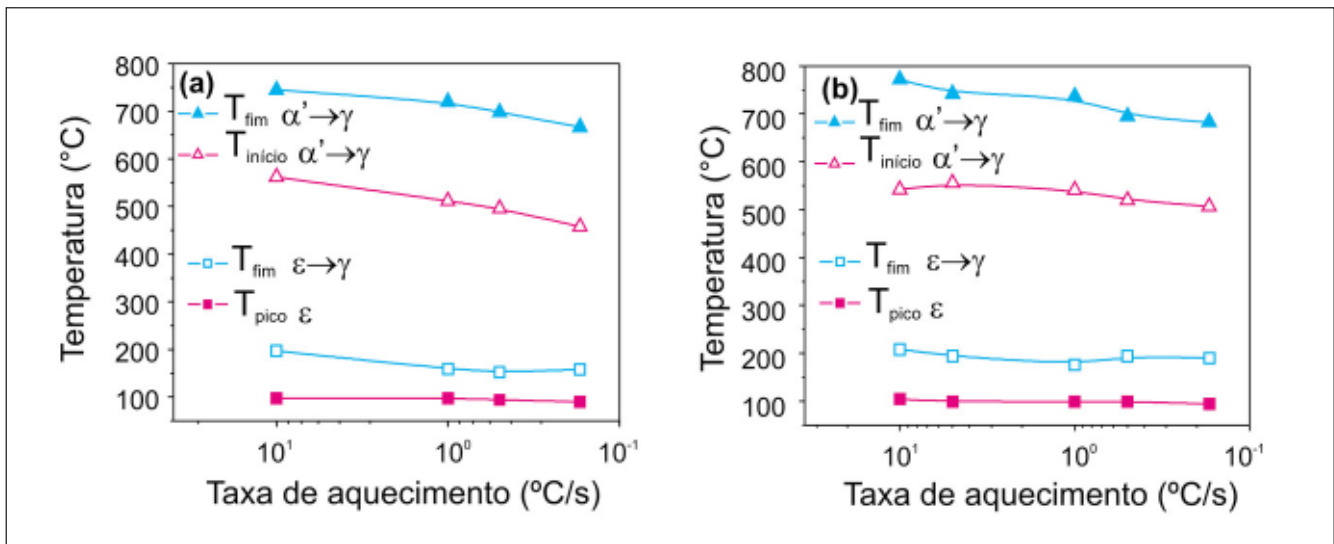


Figura 6 - Diagramas de aquecimento contínuo das amostras deformadas de (a) 3% e (b) 12% na temperatura de  $-50^{\circ}\text{C}$ ; aço ABNT 304.



fossem pacotes de martensita. Essas placas são, na verdade, ripas de martensita  $\alpha'$  que cruzam a superfície da amostra como pequenos pontos. A maioria destas ripas forma-se nas intersecções das placas de martensita  $\epsilon$  de diferentes orientações cristalográficas. Segundo Talonen & Hänninen (2004), a martensita  $\alpha'$  pode também se formar nas placas de martensita  $\epsilon$  fora dessas regiões de intersecções. Essas análises microestruturais indicam que, na temperatura de deformação utilizada,  $-10^\circ\text{C}$ , o principal mecanismo de formação de martensita se dá através da transformação  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ .

A martensita  $\epsilon$  não foi evidenciada pelo ataque utilizado, confundindo-se com a matriz. Essa ineficiência do ataque está associada às reduzidas dimensões

da fase  $\epsilon$  (placas extremamente finas) e à alta densidade de descontinuidades internas (falhas de empilhamento).

#### 4. Conclusões

- A dilatométrica indicou duas transformações, nas faixas de temperaturas de  $50$  a  $200^\circ\text{C}$  e  $500$  a  $800^\circ\text{C}$ , relacionadas às reversões,  $\epsilon \rightarrow \gamma$  e  $\alpha' \rightarrow \gamma$ , respectivamente.
- Resultados do ferritoscópio indicaram que a formação da martensita  $\alpha'$  é tão maior quanto maior a deformação e ocorre mais facilmente em temperaturas mais baixas para esse aço.
- A transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  ocorre por um mecanismo adifusional.

- O mecanismo de formação de  $\alpha'$ , para deformações na temperatura de  $-10^\circ\text{C}$ , se dá, preferencialmente, pela transformação  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ .
- Os diagramas de aquecimento contínuo mostraram que o pico de  $\epsilon$  não varia e que a transformação  $\epsilon \rightarrow \gamma$  varia muito pouco com a taxa de aquecimento. Mostraram, ainda, que a variação da temperatura de início de transformação  $\alpha' \rightarrow \gamma$  é pouco pronunciada e, portanto, mecanismos adifusionais e difusionais estão, provavelmente, contribuindo para a transformação. O fim de transformação mostrou-se fortemente dependente da taxa de aquecimento e, portanto, controlado por difusão.

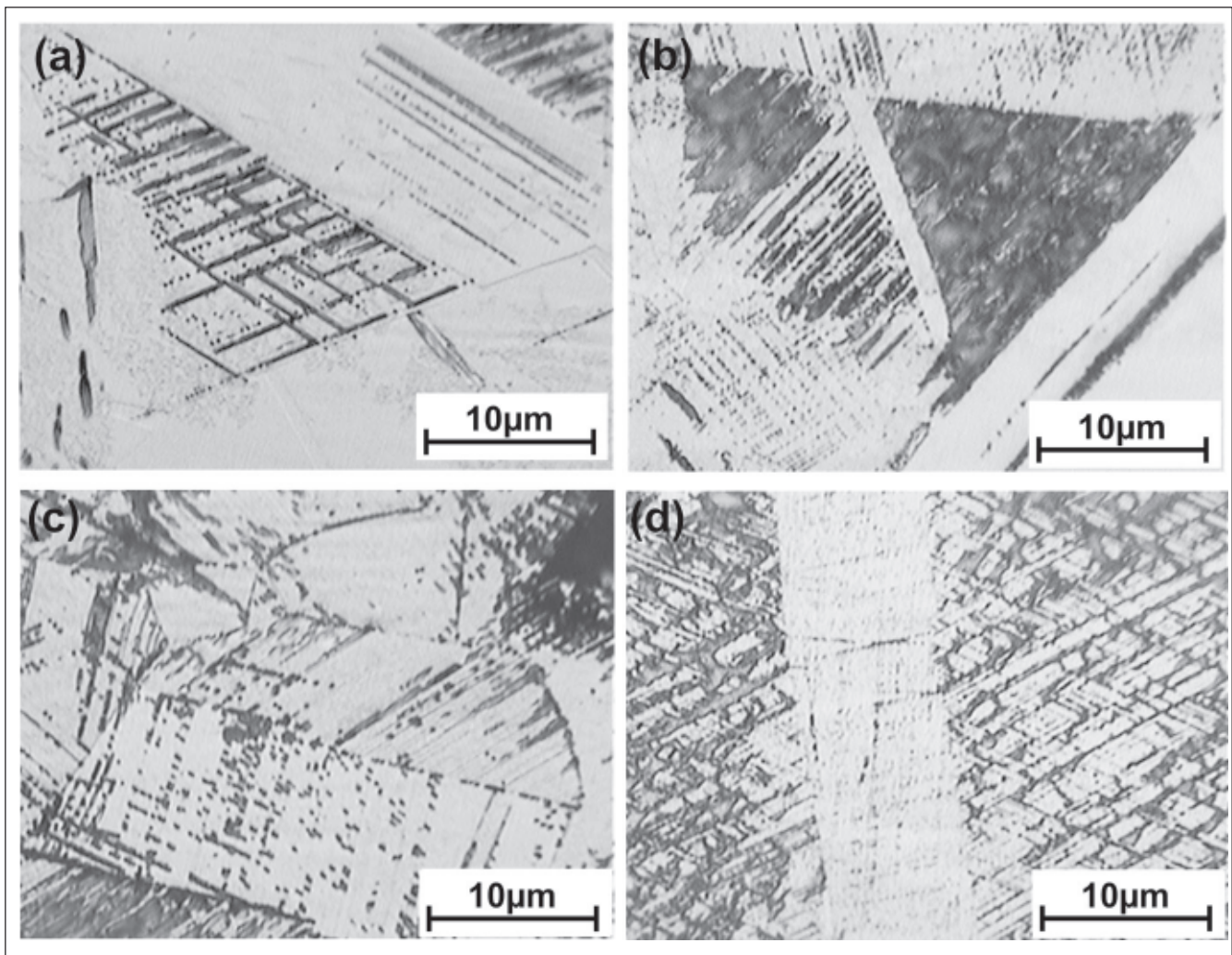


Figura 7 - Micrografias óticas das amostras deformadas: (a) 3%, (b) 6%, (c) 9% e (d) 12% a  $-10^\circ\text{C}$ . Ataque: Beraha II; aço ABNT 304.

## 5. Agradecimentos

À FAPEMIG, pelo apoio financeiro e pela bolsa de Incentivo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Tecnológico, e ao CNPq, pela bolsa de mestrado.

## 6. Referências bibliográficas

ANDRADE, M.S. et alii. Reversão da martensita em aços inoxidáveis tipo ABNT 304. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 58, 2003. Rio de Janeiro. *Anais...* São Paulo: ABM, 2003. p.3155-3164.

BURSTEIN, G.T. et alii. Electrochemically induced annealing of stainless-steel surfaces. *Letters to Nature*, v. 407, p. 885-887, 2000.

DE, A.K. et alii. Deformation-induced phase transformation and strain hardening in type 304 austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.37A, p.1875-1886, 2006.

GUY, K. et alii.  $\epsilon$  and  $\alpha'$  martensite formation and reversion in austenitic stainless steels. *Journal de Physique*, v.43, p. 575, 1982.

MARTINS, L.F.M. et alii. Effect of carbon on the cold-worked state and annealing behavior of two 18wt%Cr-8wt%Ni austenitic stainless steels. *ISIJ International*, v.38, p. 572-579, 1998.

PINTO, T.B. Estudo das transformações de fases e dos mecanismos de deformação de aços inoxidáveis do tipo AISI 304. Belo Horizonte: CETEC. 2002. 22p. (Relatório Técnico).

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

VILELA, J.M.C. et alii. Análise metalográfica em aço inoxidável austenítico após deformação em diferentes temperaturas. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 56, 2001, Belo Horizonte. *Anais...* São Paulo: ABM, 2001. p 510-519, 2004.

Artigo recebido em 11/04/2007 e aprovado em 19/11/2008.

Descubra as muitas informações da:  
**Geologia, Mineração,  
Metalurgia & Materiais  
e Engenharia Civil.**



**Assine e  
publique  
na Rem**

Conheça o nosso novo site: **WWW.rem.com.br**