

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

JUCIANE MARIA ALVES

**ANÁLISE DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E TENSÃO RESIDUAL
EM UM AÇO INOXIDÁVEL 304L**

**Rio de Janeiro
2014**

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

JUCIANE MARIA ALVES

**ANÁLISE DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E TENSÃO
RESIDUAL EM UM AÇO INOXIDÁVEL 304L**

Dissertação de Mestrado apresentada ao curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão, D.C.

**Rio de Janeiro
2014**

c2014

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do autor e do orientador.

669-95 Alves, Juciane Maria
A474a Análise da Transformação Martensítica e Tensão Residual em um Aço Inoxidável 304L / Juciane Maria Alves; orientada por Luiz Paulo Mendonça Brandão. – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2014.

112p. il.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia Rio de Janeiro, 2014.

1. Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Metalografia. 3. Difração de Raios-X. I. Brandão, Luiz Paulo Mendonça. II Título. III. Instituto Militar de Engenharia.

669.95

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

JUCIANE MARIA ALVES

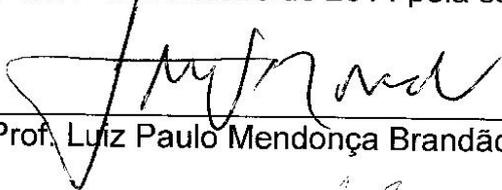
**ANÁLISE DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E TENSÃO
RESIDUALEM UM AÇO INOXIDÁVEL 304L**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

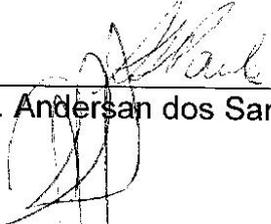
Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C.

Prof^a. Andersan dos Santos Paula – D.C.

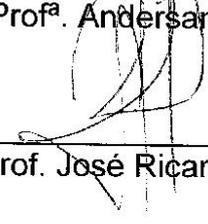
Aprovada em 7 de fevereiro de 2014 pela seguinte Banca Examinadora:



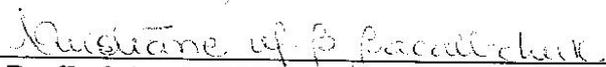
Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C. do IME - Presidente



Prof^a. Andersan dos Santos Paula - D.C. da UFF



Prof. José Ricardo Gomes Matheus - D.C. do IME



Prof^a. Cristiane Maria Basto Bacaltchuk - D.Sc. do CEFET

Rio de Janeiro
2014

*“O valor de nosso sonho é medido por
tudo aquilo que abrimos mão para realizá-lo.”
(Mahatma Gandhi)*

À minha mãe por me mostrar que a meio mais nobre de se alcançar

O êxito é através do esforço, da retidão e da perseverança.

Às minhas amadas e queridas irmãs.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus por me fortalecer a cada dia na busca pela realização de meus objetivos, sem Ele nada seria possível. Obrigada meu Deus por tudo.

À minha família, minha mãe Luciene e minhas irmãs Rita de Cássia e Aparecida. Meu muito obrigada por todo amor, por sempre estarem ao meu lado e por toda compreensão em meus momentos de ausência. Amo minha família, minha estrutura.

Ao meu amor Felipe Reis por todo amor, companheirismo, incentivo e compreensão. Mesmo à distância estamos sempre juntos.

Ao professor Luiz Paulo Brandão pela honra de ter sua orientação em meu mestrado. Sou grata pela convivência ao longo desse período e por toda sua contribuição à minha vida acadêmica.

À minha co-orientadora Andersan dos Santos pela honra de ter sua orientação. Fico muito grata por toda sua amabilidade, dedicação e contribuição à minha vida acadêmica.

Ao professor Brant da UERJ, à Valéria e o Flávio do CBPF, ao Luciano Gobbo da Panalytical, à Isabela mestranda da UFF e ao Joel do laboratório de microscopia do IME por todo apoio e gentileza nos momentos em que precisei.

Aos meus sogros Leila e Ronaldo por todo carinho e apoio.

Aos meus amigos Talita Gama, Fábio Lima, Cleison Paiva e Elson Renato por todos os momentos que vivenciamos durante o mestrado.

Aos meus amigos Willian Hermógenes e Fernanda Souza por suas presenças em minha vida, por mantermos nossa amizade desde os tempos da graduação.

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| LISTA DE ILUSTRAÇÕES | 9 |
| LISTA DE TABELAS | 14 |
| LISTA DE ABREVIATURAS SÍMBOLOS | 16 |
| LISTA DE SIGLAS | 18 |
| 1 INTRODUÇÃO | 21 |
| 1.1 Objetivos | 23 |
| 1.1.1 Objetivo Principal..... | 23 |
| 1.1.2 Objetivo Específico | 23 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 24 |
| 2.1 Transformação de Fase..... | 24 |
| 2.2 Transformação Austenita Metaestável | 25 |
| 2.3 Cinética e Termodinâmica da Transformação de Fase..... | 28 |
| 2.3.1 Cinética..... | 28 |
| 2.3.2 Termodinâmica..... | 29 |
| 2.4 Correspondência entre as Fases..... | 30 |
| 2.5 Análise Quantitativa da Transformação Martensítica | 33 |
| 2.5.1 Ferritoscopia | 33 |
| 2.5.2 Difração de Raios-X | 37 |
| 2.5.2.1 Método de Rietveld | 37 |
| 2.5.2.2 Metodologia de Refinamento por Rietveld | 39 |
| 2.5.2.3 Aplicações da Técnica e Difração de Raios-X | 41 |
| 2.6 Tensão Residual..... | 43 |
| 2.6.1 Origem das Tensões Residuais | 44 |
| 2.6.2 Mecanismos Geradores de Tensões Residuais | 45 |
| 2.6.3 Tipos de Tensões Residuais..... | 45 |
| 2.6.4 Efeitos da Tensão Residual..... | 45 |
| 2.6.5 Métodos de Medição da Tensão Residual | 46 |
| 2.6.5.1 Avaliação da Tensão Residual por DRX..... | 46 |
| 2.6.5.2 Tensão Residual em Função $\sin^2\psi$ | 53 |
| 2.6.5.3 Avaliações de Tensões Residuais | 55 |
| 2.7 Aço TRIP..... | 59 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 3 | MATERIAIS E MÉTODOS | 71 |
| 3.1 | Material..... | 71 |
| 3.2 | Métodos | 71 |
| 3.2.1 | Ensaio de Tração | 71 |
| 3.2.2 | Preparação Metalográfica | 73 |
| 3.2.3 | Quantificação de Fase por Ferritoscopia | 75 |
| 3.2.4 | Quantificação de Fase por DRX..... | 76 |
| 3.2.5 | Quantificação de Tensão Residual por Difração de Raios-X | 79 |
| 3.2.6 | Ensaio de Dureza Vickers..... | 84 |
| 4 | RESULTADOS | 86 |
| 4.1 | Quantificação de Fase por Ferritoscopia | 86 |
| 4.2 | Quantificação de Fase por Difração de Raios-X | 87 |
| 4.3 | Quantificação de Tensão Residual por DRX..... | 90 |
| 4.4 | Dureza Vickers | 92 |
| 5 | DISCUSSÃO DE RESULTADOS | 93 |
| 5.1 | Preparação Metalográfica | 93 |
| 5.2 | Quantificação de Fase por Ferritoscopia | 93 |
| 5.3 | Quantificação de Fase por Difração de Raios-X | 96 |
| 5.4 | Quantificação de Tensão Residual por DRX..... | 101 |
| 5.5 | Dureza Vickers | 105 |
| 6 | CONCLUSÃO | 107 |
| 7 | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 108 |
| 8 | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 109 |

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|---|----|
| FIG 2.1 Representação esquemática da tensão-assistida e deformação-induzida na transformação martensítica mecanicamente induzida (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972)..... | 26 |
| FIG 2.2 Curva de transformação atérmica da martensita (BHADESHIA, H.K.D.H., <i>et al.</i> , 2006)..... | 28 |
| FIG 2.3 Dependência da temperatura com a energia livre de Gibbs das fases austenita e martensita em relação à transformação martensítica (FUNAKUBO, H., 1987)..... | 30 |
| FIG 2.4 Ilustração do plano de hábito entre (γ) e (α') (BHADESHIA, H. K. D. H., <i>et al.</i> , 2006)..... | 30 |
| FIG 2.5 Deformação de Bain transformação CFC \rightarrow CCC (BHADESHIA, H.K.D.H., <i>et al.</i> , 2001). | 32 |
| FIG 2.6 O mecanismo de Bain para a transformação da $\gamma \rightarrow \alpha$. (a), (b) e (c) representam as três direções nas quais o eixo tetragonal pode ser acomodado na estrutura γ original (BHADESHIA, H.K.D.H., <i>et al.</i> , 2006). | 32 |
| FIG 2.7 Conjunto de amostras padrão de ferrita para calibração do ferritoscópio (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008)..... | 33 |
| FIG 2.8 Fator de correção - influência da espessura da amostra (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008) | 34 |
| FIG 2.9 Fator de correção - influência da distância do local de medição para a borda (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008)..... | 35 |
| FIG 2.10 Fator de correção - influência de curvaturas convexas na amostra (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008)..... | 35 |
| FIG 2.11 Fator de correção - influência de curvaturas côncavas na amostra (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008)..... | 36 |
| FIG 2.12 Refinamento perfeito (MCCUSKER, L.B., <i>et al.</i> , 1999)..... | 40 |

| | |
|--|----|
| FIG 2.13 Pico calculado (a) alta intensidade; (b) baixa intensidade. O perfil da diferença pode ser positivo ou negativo concentrado aproximadamente no centro do pico (MCCUSKER, L.B., et al., 1999). | 41 |
| FIG 2.14 Pico calculado (c) maior largura à meia-altura e menor intensidade; (d) menor largura à meia altura e menor intensidade (MCCUSKER, L.B., et al., 1999)..... | 41 |
| FIG 2.15 Difrátogramas (a) pó de austenita; pós transformados no trabalhado a frio em(b) Tamb, (c) 150 K, (d) 175 K, (e) 190 K, (f) 210 K (SAHU, P., et al., 2002)..... | 42 |
| FIG 2.16 Fração volumétrica de α' versus teor de Mn (SAHU, P., et al., 2002)..... | 43 |
| FIG 2.17 Definição do tensor das tensões (DIETER, G.E., 1981). | 44 |
| FIG 2.18 Tensão, tensor de segunda ordem (DIETER, G.E., 1981). | 44 |
| FIG 2.19 Distâncias interplanares em material isento de tensões (LU, J., 2005)..... | 48 |
| FIG 2.20 Distâncias interplanares de grãos com diferentes orientações, corpo sob campo de tensão (LU, J., 2005) | 48 |
| FIG 2.21 Esquema da medição de tensão residual por DRX (GOBBO, L.A. e REKHI, S.; 2009) Adaptada. | 51 |
| FIG 2.22 Representação gráfica da EQ. da tensão (GUIMARÃES, L.R., 1990)..... | 53 |
| FIG 2.23 Relação $\varepsilon_{\phi\psi}$ versus $\text{sen}^2\psi$ (LU, J., 2005). | 54 |
| FIG 2.24 Perfil de tensões residuais para diferentes materiais e diferentes condições de jateamento por partículas (SOARES, M.C.B.V., 1998)..... | 55 |
| FIG 2.25 Análise de tensão residual por DRX na superfície da amostra de aço ABNT 52100 (CFC) sem remoção de camada (MARTINS, C.O.D., et al., 2004). | 58 |
| FIG 2.26 Análise de tensão residual por DRX em amostra de aço ABNT 52100 (CFC) após polimento eletrolítico (MARTINS, C.O.D., et al., 2004)..... | 58 |
| FIG 2.27 Efeitos da deformação por laminação na dureza do material e sobre o nível de ruído magnético (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005)..... | 61 |

| | |
|---|----|
| FIG 2.28 Conteúdo de martensita versus tensão aplicada em função da deformação plástica (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005)..... | 61 |
| FIG 2.29 Diferentes curvas da evolução do conteúdo de martensita em função da deformação plástica a diferentes temperaturas (POST, <i>et al.</i> , 2008)..... | 62 |
| FIG 2.30 Ensaios de tração a diferentes taxas de deformação até a ruptura (a). Fração volumétrica de α' em função da deformação verdadeira (b) (ARPAN, <i>et al.</i> , 2008)..... | 62 |
| FIG 2.31 Micrografia de fratura dúctil por MEV de amostras com taxa de deformação de: (a) 0.0001s^{-1} e (c) 1.0 s^{-1} e rede de microvazios (b) e (d) (ARPAN, <i>et al.</i> , 2009)..... | 63 |
| FIG 2.32 Fração volumétrica de α' em função da temperatura e deformação (SITKO, M., <i>et al.</i> , 2010)..... | 64 |
| FIG 2.33 Efeito do conteúdo de Ni nas curvas tensão-deformação verdadeiras a T_{amb} (RYOO, Do Y., <i>et al.</i> , 2011)..... | 65 |
| FIG 2.34 Fração volumétrica de α' induzida por deformação em função do teor de Ni e da deformação na T_{amb} (RYOO, Do Y., <i>et al.</i> , 2011). | 65 |
| FIG 2.35 Difractogramas de amostras com 8,3 e 12,0% Ni após ensaio de tração a -60°C . (a) picos γ , α' e ϵ . Em (b) picos γ e ϵ (RYOO, Do Y., <i>et al.</i> , 2011)..... | 65 |
| FIG 2.36 Evolução da dureza com base no incremento da carga de parada nos ensaios de tração associados às taxas de deformação plástica de $5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ (VIEIRA, T.F., 2011)..... | 66 |
| FIG 2.37 Relação tensão-verdadeira deformação-verdadeira em função de duas diferentes taxas de deformação. (a) Ensaio até a ruptura; (b) Zona elástica e início da zona de deformação plástica (PAULA, A.S., <i>et al.</i> , 2012) | 67 |
| FIG 2.38 Difractogramas das amostras após ensaio de tração, sob distintas taxas de deformação: (a) $5,55 \times 10^{-4}$ e (b) $5,55 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$. ($A=\gamma$ e $M=\alpha'$) (PAULA, A.S., <i>et al.</i> , 2012) | 68 |

| | |
|---|-----|
| FIG 2.39 Avaliação das propriedades mecânicas em relação ao teor de α' . (a) 23,57% α' ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), (b) 11,94% α' ($5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) (PAULA, A.S., <i>et al.</i> , 2012)..... | 69 |
| FIG 2.40 Evolução da dureza a partir da superfície da chapa e de camadas internas (OLIVEIRA, <i>et al.</i> , 2013) | 70 |
| FIG 3.1 Representação esquemática de cortes dos corpos de tração (VIEIRA, T.F., 2011)..... | 74 |
| FIG 3.2 Representação esquemática da quantificação de fase por ferritoscopia..... | 75 |
| FIG 3.3 Configuração utilizada para quantificação de fase por DRX..... | 76 |
| FIG 3.4 Refinamento por Rietveld - TOPAS versão acadêmica..... | 78 |
| FIG 3.5 Configuração utilizada para a medição de tensão residual por DRX..... | 80 |
| FIG 3.6 Análise de tensão residual pelo método geometria psi utilizando o software X'Pert Sress..... | 81 |
| FIG 4.1 Evolução da transformação martensítica nas diferentes condições de parada (10, 25, 50, 75 e 90%) com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 88 |
| FIG 4.2 Evolução da transformação martensítica nas diferentes condições de parada (10, 25, 50, 75 e 90%) com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 89 |
| FIG 5.1 Conteúdo de martensita do primeiro grupo de amostras antes do ensaio de tração | 94 |
| FIG 5.2 Quantificação de fase por Ferritoscopia de amostras do primeiro grupo de ensaio de tração com taxas de deformação de: (a) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (b) $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 95 |
| FIG 5.3 Quantificação de fase por Rietveld de amostras do primeiro grupo de ensaio de tração com taxas de deformação de: (a) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (b) $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 97 |
| FIG 5.4 Quantificação de fase Rietveld versus Ferritoscopia do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração com taxas de deformação de: (a) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (b) $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 100 |

FIG 5.5 Tensão residual da fase austenita de amostras com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ referentes a: (a) tensão residual em σ_{11} e (b) tensão residual em σ_{22} ... 102

FIG 5.6 Tensão residual da fase austenita de amostras com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ referentes a: (a) tensão residual em σ_{11} e (b) tensão residual em σ_{22} 103

FIG 5.7 Dureza Vickers na superfície da chapa versus condição de parada das amostras deformadas nas duas diferentes taxas de deformação plástica..... 105

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| TAB 2.1 Relação de orientação entre as fases γ e α (VIANA, C.S.C., et al., 2001)..... | 31 |
| TAB 2.2 Percentagens da fase ferromagnética após laminação a frio | 60 |
| TAB 2.3 Medição da fração martensítica para cada condição de ensaio (PAULA, A.S., et al., 2012)..... | 68 |
| TAB 2.4 Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tração à Tamb até a ruptura (PAULA, A.S., et al., 2012). | 69 |
| TAB 3.1 Composição química do material em estudo..... | 71 |
| TAB 3.2 Condições dos ensaios de tração no presente estudo (VIEIRA, T.F., 2011)..... | 72 |
| TAB 4.1 Quantificação de fase por Ferritoscopia da amostra como-recebida sem preparação metalográfica. | 86 |
| TAB 4.2 Quantificação de fase por Ferritoscopia após preparação metalográfica do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração. | 86 |
| TAB 4.3 Quantificação de fase por Ferritoscopia da amostra como-recebida e do segundo grupo de amostras de ensaio de tração..... | 87 |
| TAB 4.4 Quantificação de fase por Rietveld da amostra como-recebida sem preparação metalográfica..... | 87 |
| TAB 4.5 Quantificação de fase por Rietveld após polimento mecânico das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração | 87 |
| TAB 4.6 Quantificação de fase por Rietveld da amostra como-recebida e das amostras do segundo grupo de ensaio de tração..... | 90 |
| TAB 4.7 Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica da amostra como-recebida. | 90 |

| | |
|--|----|
| TAB 4.8 Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração | 90 |
| TAB 4.9 Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração | 91 |
| TAB 4.10 Tensão residual da fase martensita após preparação metalográfica da amostra referente ao primeiro grupo de ensaio de tração | 91 |
| TAB 4.11 Tensão residual da fase martensita após preparação metalográfica de amostras do primeiro grupo de ensaio de tração | 91 |
| TAB 4.12 Tensão residual da fase austenita da amostra como-recebida sem preparação metalográfica..... | 91 |
| TAB 4.13 Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica da amostra como-recebida e das amostras do segundo grupo de ensaio de tração..... | 92 |
| TAB 4.14 Dureza Vickers da amostra como-recebida após preparação metalográfica | 92 |
| TAB 4.15 Dureza Vickers de amostras primeiro grupo de ensaio de tração após preparação metalográfica | 92 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

| | | |
|------------------|---|--|
| CR | - | Como-recebida |
| cm | - | Centímetros |
| CCC | - | Cúbico de corpo centrado |
| CFC | - | Cúbico de face centrada |
| Exp. | - | Experimental |
| GOF | - | Goodness of fit |
| GPa | - | Gigapascal |
| HC | - | Hexagonal compacta |
| HV | - | Dureza Vickers |
| IN-L | - | Amostra de aço inoxidável associada à direção de Laminação |
| Kgf | - | Quilograma força |
| kN | - | Quilonewton |
| kV | - | Quilovolts |
| LE | - | Limite de escoamento |
| LR | - | Limite de resistência |
| MPa | - | Megapascal |
| mm | - | Milímetros |
| mm ² | - | Milímetros quadrados |
| rpm | - | Rotações por minuto |
| T _{amb} | - | Temperatura ambiente |
| TCC | - | Tetragonal de corpo centrado |
| K | - | Kelvin |
| µm | - | Micrômetro |

SÍMBOLOS

| | | |
|----|---|----------|
| Al | - | Alumínio |
| Å | - | Angström |
| B | - | Boro |
| C | - | Carbono |
| Co | - | Cobalto |

| | |
|--------------|--|
| Cu | - Cobre |
| Cr | - Cromo |
| °C | - Graus Celsius |
| Mn | - Manganês |
| Mo | - Molibdênio |
| Nb | - Nióbio |
| Ni | - Níquel |
| Pb | - Chumbo |
| P | - Fósforo |
| S | - Enxofre |
| Si | - Silício |
| Sn | - Estanho |
| Ti | - Titânio |
| V | - Vanádio |
| γ | - Fase austenítica, cúbica de face centrada |
| α' | - Fase martensítica, cúbica de corpo centrado |
| ϵ | - Martensita épsilon, hexagonal compacta |
| % | - Percentual |
| M_d | - Temperatura acima da qual não ocorre formação de α' por deformação plástica |
| M_{d30} | - Temperatura na qual 30% da tensão aplicada transforma 50% de γ em α' |
| M_i | - Temperatura de início de formação α' |
| M_i^σ | - Temperatura onde ocorre nucleação de α' por deformação plástica |
| σ_y | - Tensão de escoamento de γ da austenita |

LISTA DE SIGLAS

| | |
|------|--|
| CBPF | Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas |
| DRX | Difração de Raios-X |
| EBSD | Difração de Elétrons Retroespalhados |
| IME | Instituto Militar de Engenharia |
| SEM | Scanning Electron Microscope |
| TRIP | <i>Transformation Induced Plasticity</i> |
| UFF | Universidade Federal Fluminense |

RESUMO

A relação entre a deformação plástica e a transformação de fase induzida, caracterizando o efeito TRIP “*Transformation Induced Plasticity*”, oferece um meio prático para o desenvolvimento de novos materiais de engenharia com excelentes propriedades mecânicas. Dentre os aços inoxidáveis o aço austenítico metaestável 304L é suscetível à transformação de fase austenita-martensita a partir de ensaios de tração a temperatura ambiente por incrementos da deformação plástica. É de grande interesse tecnológico e científico o conhecimento da evolução da transformação de fase e tensão residual a partir de diferentes níveis e taxas de deformação plástica imposta ao material, como também conhecer se ocorre interferência do tipo de preparação metalográfica em análises quantitativas desse aço. As principais técnicas adotadas neste estudo consistiram em Difração de Raios-X e Ferritoscopia para a quantificação de fase, e a primeira para análise de tensão residual. Como observado, o andamento da quantificação da transformação de fase não sofreu significativa influência da preparação metalográfica e evoluiu a partir de incrementos da deformação plástica em função de diferentes cargas de parada e taxas de deformação, levando a um maior reforço da matriz austenita. A avaliação da tensão residual resultante da transformação martensítica foi suscetível aos efeitos da preparação metalográfica mecânica resultando em um estado de tensão compressiva decrescente com o acréscimo da fração de martensita transformada.

Palavras-chave: Efeito TRIP, Tensão Residual, DRX, Ferritoscopia, Preparação Metalográfica.

ABSTRACT

The relationship between plastic deformation and the strain induced phase transformation, that provides a practical route to the development of new engineering materials with excellent mechanical properties, characterize the TRIP effect “Transformation Induced Plasticity”. Among the stainless steels, the metastable 304 L austenitic steel is susceptible to transformation of austenite-martensite phase from tensile tests at room temperature by increments of plastic deformation. It is of great technological and scientific interest the knowledge of the evolution of phase transformation and residual stress from different levels and rates of plastic deformation imposed to the material. It is also important to evaluate the interference of metallographic preparation in quantitative analyzes of this steel. The main techniques used in this study consisted of X-rays diffraction and Ferritescopy for the quantitation phase, and DRX to residual stress analysis also. As observed, the phase transformation quantification has not suffered significant influence of the metallographic preparation and evolved from increments of plastic deformation due to different stop charges and strain rates, leading to a further strengthening of the austenite matrix. The evaluation of residual stress resulting from the martensitic transformation was susceptible to the metallographic preparation and increased its value on comparison to sample without metallographic preparation. It was also observed that the residual stress decreased with the increase of the fraction of transformed martensite.

Keywords: TRIP effect, Residual Stress, XRD, Ferritescopy probe, Metallographic Preparation.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis, de acordo com a microestrutura presente à temperatura ambiente, podem ser classificados como austeníticos, martensíticos, ferríticos, endurecíveis por precipitação e duplex. Os aços inoxidáveis austeníticos, são aqueles que possuem teores de cromo e níquel entre 18-25% e 8-20%, respectivamente, e apresentam estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) à temperatura ambiente.

Existe uma grande variedade de aços inoxidáveis austeníticos separada em dois grandes grupos, pela AISI “*American Iron and Steel Institute*”, denominados de série 200 e série 300. Alguns aços inoxidáveis comerciais da série 300 passam por transformação de fase quando submetidos à deformação plástica. Dentre todos os aços austeníticos, desta série, o tipo 304 é o mais utilizado devido a características particulares como excelentes propriedades mecânicas, alta resistência à corrosão, tolerância a elevadas temperaturas por longos períodos de tempo e por possuir o menor custo econômico. Sua utilização se estende à biomedicina, plantas petrolíferas, indústrias química, alimentícia, farmacêutica, entre outras (COSTA, R.C.S., *et al.*, 2005). Muitas dessas aplicações exigem um material que ofereça um bom desempenho durante as severas condições de operação as quais são submetidos. Devido a isto, muitos estudos têm sido desenvolvidos com o objetivo de avaliar as propriedades mecânicas e microestruturais desses aços. Apesar da existência de um grande número de trabalhos divulgados na literatura este é um universo que ainda necessita de maiores esclarecimentos (ROCHA, M.R., *et al.*, 2007; IAWAMOTO, T., *et al.*, 1998).

Alguns aços austeníticos metaestáveis como o 304L podem sofrer transformação martensítica a temperaturas próximas ou inferiores a ambiente, por trabalho mecânico, caracterizando o efeito TRIP “*Transformation Induced Plasticity*”. Esta transformação provoca modificações microestruturais no material conferindo-lhe características importantes à sua aplicação, uma vez que refletem em suas propriedades mecânicas (IAWAMOTO, T., *et al.*, 1998).

Os fatores que influenciam na transformação de fase em aços TRIP são temperatura, composição química da liga, taxa e nível de deformação e natureza da sollicitação mecânica (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005; POST, J., *et al.*, 2008).

Em decorrência da transformação de fase, tensões adicionais podem ser introduzidas ao material devido às mudanças microestruturais. Estas tensões resultantes

são designadas tensões residuais e sua evolução na transformação martensítica por deformação plástica necessita de uma maior investigação. Devido a isto foi despertado o interesse no estudo quantitativo da transformação de fase em função da deformação plástica do aço inoxidável austenítico 304L sob tração uniaxial a temperatura ambiente, como também o estudo da evolução da tensão residual.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 OBJETIVO PRINCIPAL

O presente trabalho teve por principal objetivo a avaliação da transformação martensítica induzida por deformação em aço inoxidável austenítico 304L, a partir de ensaios de tração uniaxial a temperatura ambiente.

1.1.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

No que diz respeito a condição estrutural do material em estudo, no estado como-recebido e após deformação mecânica a partir de ensaio de tração uniaxial a temperatura ambiente, objetivou-se a:

- Quantificar a fração volumétrica das fases presentes via Ferritoscopia e Difração de Raios-X;
- Quantificar a tensão residual por Difração de Raios-X;
- Avaliar a influência da preparação metalográfica sobre análises quantitativas;
- Avaliar a dureza através do ensaio de dureza Vickers.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 TRANSFORMAÇÃO DE FASE

A transformação martensítica pode ocorrer de forma praticamente instantânea, por mudanças na temperatura, a partir do resfriamento brusco da fase austenita no processo de têmpera, como também devido ao sub-resfriamento de alguns aços que possuem composição química suscetível a este fenômeno. A transformação de fase induzida por deformação plástica, efeito TRIP, leva à transformação de fase austenita-martensita, (CFC) Cúbico de Face Centrada a (CCC) Cúbico de Corpo Centrado, à temperaturas próximas ou inferiores a ambiente. Neste caso, é promovido um aumento na temperatura de início de formação da martensita desencadeando a transformação de fase. Como pode ser visto a transformação martensítica pode ser induzida por apenas mudanças na temperatura como também por aplicação de tensões externas (CHERKAOUI, M., *et al.*, 1998).

Aços TRIP são aços austeníticos metaestáveis de alta resistência que sofrem transformação martensítica quando deformados plasticamente. A martensita promove um mecanismo de reforço adicional à estrutura resultante do processo de transformação pelo fato de ser intrinsecamente mais resistente do que a austenita. Devido a transformação de fase ($\gamma \rightarrow \alpha'$) ocorre uma expansão volumétrica de aproximadamente 3% (ZACKAY, V.F., *et al.*, 1974).

O aço inoxidável metaestável 304L pode sofrer facilmente transformação de fase ($\gamma \rightarrow \alpha'$) induzida por esforços mecânicos a temperaturas próximas ou inferiores a ambiente. Esta reação é de caráter atérmico, adifusional e a força termodinâmica deriva da força mecânica aplicada ao material. O produto resultante desta transformação possui excelentes combinações de resistência, ductilidade e tenacidade (IAWAMOTO, T. *et al.*, 1998). Estas propriedades são adquiridas devido ao mecanismo de reforço da martensita (ZACKAY, V.F., *et al.*, 1974).

De maneira geral, a transformação martensítica pode ser entendida da seguinte forma:

- é uma reação adifusional, processo resultante da nucleação termicamente ativada;
- é assistida por tensões cisalhantes;

- a martensita se forma ao longo de planos cristalográficos bem definidos denominados invariantes ou planos de hábito, comuns às duas fases;
- devido à diferença de volume entre as fases observa-se a diferença de relevo na superfície polida.

2.2 TRANSFORMAÇÃO AUSTENITA METAESTÁVEL

A transformação de fase austenita-martensita metaestável ocorrem uma faixa de temperatura definida entre a temperatura de início de formação da martensita (M_i) na qual a austenita é termodinamicamente instável na presença de tensão e a temperatura (M_d) temperatura acima da qual não ocorre a formação de martensita induzida por deformação plástica. Logo, os aços austeníticos metaestáveis que possuem a temperatura M_i abaixo da temperatura ambiente e a temperatura M_d acima da ambiente tornam possível manter a austenita à temperatura ambiente e levá-la à transformação de fase por forças externas - efeito TRIP. A temperatura M_i^σ é aquela onde ocorre o processo de nucleação por deformação plástica (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972). A FIG 2.1 mostra a representação esquemática em detalhes do processo de nucleação da transformação martensítica assistida por tensão e induzida por deformação. Neste esquema pode-se observar as importantes temperaturas, já mencionadas, envolvidas neste fenômeno (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972). Cabe ressaltar que a transformação de fase inicia-se a baixas tensões por deformação elástica até ser alcançada a magnitude de escoamento da austenita por deformação plástica, após ser alcançada a tensão de escoamento da austenita. A partir da análise do gráfico da FIG 2.1 pode-se destacar que:

- entre as temperaturas M_i e M_i^σ : quando o material é submetido a uma tensão mínima inicia-se o processo de nucleação assistida por tensão. A partir daí, os núcleos formados inicialmente irão crescer em paralelo aos novos núcleos que surgem com o aumento da tensão. Este processo irá ocorrer até que seja atingida a tensão de escoamento da austenita em uma dada temperatura (M_i^σ). Isto fará com que qualquer austenita não transformada por deformação elástica sofra deformação plástica;

- entre as temperaturas M_i^σ e M_d : quando se atingem os níveis de tensão associados a tensão de escoamento da austenita (σ_y) na temperatura M_i^σ , por deslizamento de discordâncias, inicia-se o processo de nucleação da martensita induzida por deformação plástica, trecho BC. Com o progresso da deformação plástica a transformação martensítica irá ocorrer até as proximidades de M_d . Ao se ultrapassar esta temperatura a austenita se estabiliza e não irá mais ocorrer a transformação de fase por efeitos da deformação plástica. É importante ressaltar que a transformação de fase que ocorre abaixo da tensão de escoamento da austenita é denominada transformação assistida por tensão e aquela que ocorre na tensão de escoamento é denominada induzida por deformação plástica.

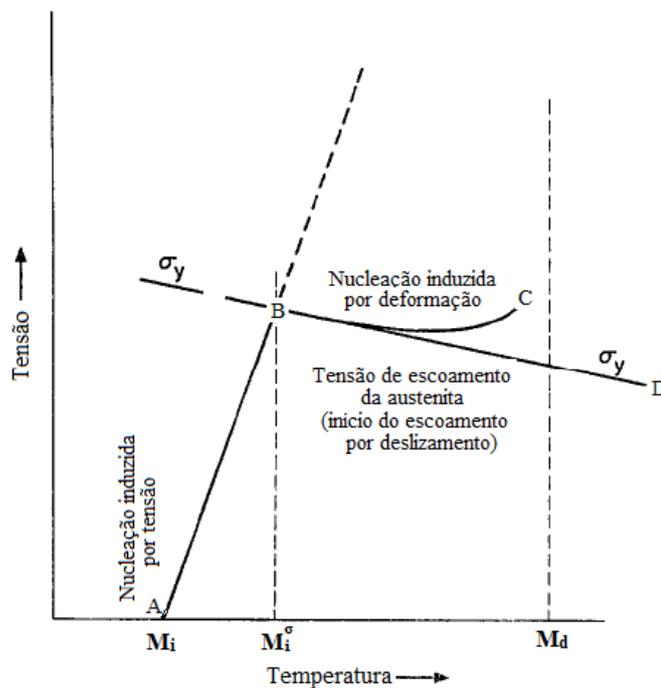


FIG 2.1: Representação esquemática da tensão-assistida e deformação-induzida na transformação martensítica mecanicamente induzida.
(OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972)

Para a transformação martensítica a temperatura na qual 50% de austenita se transforma em martensita é a temperatura M_{d30} , que mais precisamente significa que 30% da deformação plástica por tensão induz a transformação de 50% de martensita (BLECK, W., 2002).

Assim como a temperatura os fatores tensão-deformação, composição química da liga, taxa e nível de deformação e natureza da sollicitação mecânica influenciam na

evolução da transformação de fase (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005, POST, J. *et al.*, 2008).

Elementos como carbono, níquel e manganês estabilizam a austenita em ligas ferrosas e com isso diminuem tanto a temperatura M_i quanto a temperatura M_d . Em particular, variações no teor de níquel podem levar à formação de martensita α' ou ϵ (HC - hexagonal compacta) para um menor ou maior teor, respectivamente. Quanto menor o teor de níquel (entre 8,3 e 9,0) maiores as contribuições para melhores propriedades mecânicas do aço TRIP (RYOO, Do Y., *et al.*, 2011). Já os elementos molibdênio e cromo reduzem apenas temperatura de início de formação da martensita (M_i) contribuindo para o aumento da força motriz termodinâmica necessária para iniciar a transformação martensítica nesta temperatura (HONEYCOMBE, R.W.K., *et al.*, 1981).

A taxa de deformação plástica aplicada ao material durante a transformação, dependendo de sua magnitude, pode vir a influenciar na eficiência e/ou até mesmo suprimir a transformação de fase induzida (ARPAN, *et al.*, 2008). Cabe ressaltar que as variáveis macroscópicas tensão e temperatura envolvidas no efeito TRIP influenciam nos processos termodinâmico e cinético da transformação de fase (CHERKAOUI, M., *et al.*, 1998).

A transformação martensítica por deformação plástica não ocorre de forma homogênea e, desta forma, tensões adicionais serão introduzidas durante o processo de transformação. As tensões residuais surgem a partir das variações volumétricas das fases presentes devido a acomodação e crescimento da nova fase. Consequentemente a transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) é caracterizada por expansão volumétrica. Este aumento significativo de volume leva a grandes tensões residuais de natureza compressiva, na microestrutura cristalina e desta forma a matriz austenítica tenderá a sofrer estabilização por um estado tensão compressiva hidrostática (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005; BLECK, W., 2002).

Os cristais da fase martensita resultantes da transformação apresentam-se sob a forma de placas ou agulhas e possuem tonalidade mais escura e maior rigidez em relação à matriz austenítica. Devido ao ferromagnetismo da martensita, uma intensa transformação de fase que leva a grandes frações volumétricas de α' , produz uma estrutura cristalina altamente suscetível a campo magnético a temperatura ambiente.

2.3 CINÉTICA E TERMODINÂMICA DA TRANSFORMAÇÃO DE FASE

2.3.1 CINÉTICA

Durante a transformação a fase produto martensita cresce muito rapidamente a partir da nucleação na matriz austenítica, fenômeno característico do processo atérmico assistido por cargas externas. As tensões externas de sentido uniaxial provocam aumento na temperatura M_i , ativando a reação nesta temperatura, devido a instabilidade da austenita e a sobreposição desses campos de tensão reforçam o processo de nucleação. No efeito TRIP a transformação de fase induzida, pelo processo mecânico de tração uniaxial, segue a direção da taxa de tensão aplicada no carregamento externo.

Na transformação martensítica atérmica, a qual não apresenta dependência do tempo, o percentual da fase produto é função apenas da temperatura como pode ser observado na FIG 2.2. Para esta transformação de fase quanto menor a temperatura maior será a fração volumétrica transformada (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2006). A rapidez com a qual a reação se desencadeia está relacionada ao fato da mesma ser de natureza adifusional, uma vez que as reações adifusionais se processam com maior rapidez em relação às que envolvem difusão atômica.

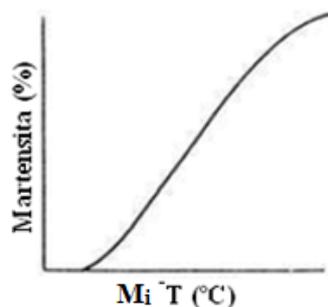


FIG 2.2: Curva de transformação atérmica da martensita (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2006).

As reações atérmicas podem envolver a teoria clássica da nucleação homogênea, onde núcleos se formam rapidamente na temperatura de início de formação da martensita (M_i) e os subcríticos pré-existentes se tornam supercríticos nesta mesma temperatura. Cálculos realizados considerando o fator de energia de deformação, a energia livre por unidade de área na interface austenita-martensita e a mudança na energia livre por unidade de volume revelam que a nucleação durante a transformação

ocorre de forma heterogênea a partir de núcleos embrionários pré-existentes. A nucleação pode ocorrer nos contornos de grão, contornos de macla incoerentes e interfaces de partículas de inclusão. O número de nucleação inicial na fase matriz influencia diretamente a fração volumétrica da fase produto obtida (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2006; YANG, J.B., *et al.*, 2010).

2.3.2 TERMODINÂMICA

Para que ocorra a transformação martensítica deve haver uma diminuição na energia livre de Gibbs total do sistema (FIG 2.3). Logo, a energia de transformação está associada a um máximo de variação da energia interfacial entre as fases austenita-martensita e ao aumento da energia de deformação associada à variação volumétrica. O aumento destas energias corresponde à força motriz necessária para iniciar a transformação martensítica em M_i . Na temperatura M_i tem-se uma máxima diferença entre as energias das fases que oferece a mínima diferença de energia ($\Delta G_{\text{crítica}}$) para que a transformação se inicie.

A variação da energia livre de Gibbs total devido à nucleação do cristal de martensita pode ser descrita conforme a EQ. (2.1) (FUNAKUBO, H., 1987).

$$\Delta G = \pi r^3 t \Delta g_c + 2\pi r^2 \sigma + \pi t r^3 (A + B) \quad (2.1)$$

Onde:

$\pi r^3 t$ = volume aproximado do cristal de martensita;

Δg_c = variação da energia livre química por unidade de volume;

$2\pi r^2$ = área aproximada da superfície;

σ = energia de interface por unidade de área;

$A(\pi t r^3)$ = energia de distorção elástica por unidade de volume;

$B(\pi t r^3)$ = energia de deformação plástica dentro do cristal de martensita por unidade de volume.

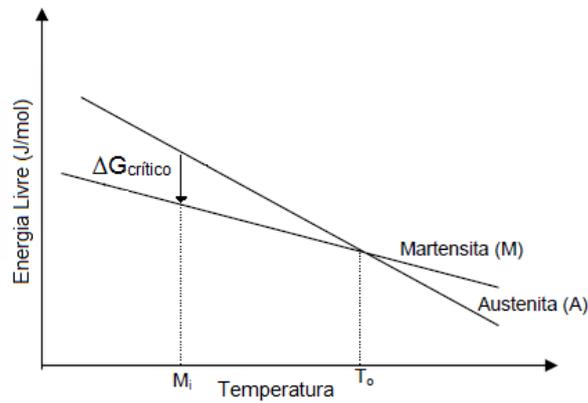


FIG 2.3: Dependência da temperatura com a energia livre de Gibbs das fases austenita e martensita em relação à transformação martensítica (FUNAKUBO, H., 1987).

2.4 CORRESPONDÊNCIA ENTRE AS FASES

No decorrer da transformação, a fase produto mantém correspondência com a fase matriz através de planos cristalográficos bem definidos denominados invariantes ou planos de hábito, comuns às duas fases, que não sofrem rotação sobre a sua normal original nem distorções com a transformação de fase ($\gamma \rightarrow \alpha'$), FIG 2.4. Durante a transformação de fase, devido deformação na rede, uma superfície inicialmente plana torna-se inclinada, de maneira uniforme, sobre o plano de interface entre as duas fases (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2006).

Em função do teor de elementos intersticiais, a austenita pode se transformar em uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) para baixos teores de carbono, nitrogênio, entre outros, ou tetragonal de corpo centrado (TCC) para incrementos no teor destes elementos. Pois maior será o efeito de distorção na estrutura CCC e, por consequência, ocorre um aumento no parâmetro que define a altura do cubo cristalino (FIG 2.5) (COHEN, M., *et al.*, 1979; BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2001).

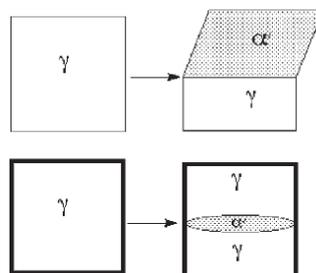


FIG 2.4: Ilustração do plano de hábito entre (γ) e (α'). (BHADESHIA, H. K. D. H., *et al*, 2006)

Esta relação de orientação entre as fases matriz e produto através de planos e direções cristalográficas, que mantém certo paralelismo, também descreve a textura resultante da transformação de fase. Determinados planos da fase mãe são aproximadamente paralelos aos planos da fase produto e o mesmo ocorre com as direções (VIANA, C.S.C., *et al.*, 2001), conforme ilustrado abaixo:

$$\{h_1k_1l_1\} // \{h_2k_2l_2\}, \langle u_1v_1w_1 \rangle // \langle u_2v_2w_2 \rangle$$

Quatro mecanismos envolvendo a relação de orientação entre as fases foram propostos por alguns pesquisadores Bain: (B), Kurdjumov e Sachs (KS), Nishiyama e Wassermann (NW) e Greninger e Troiano (GT). A principal diferença entre estas propostas está no número total de variantes. Os mecanismos de maior abordagem são apresentados na TAB 2.1, uma vez que a proposta de Greninger e Troiano é considerada intermediária entre as propostas de (KS) e (NW) (VIANA, C.S.C., *et al.*, 2001).

TAB 2.1: Relação de orientação entre as fases γ e α (VIANA, C.S.C., *et al.*, 2001).

| Relação de Orientação | Correspondência entre as estruturas | n° de alternativas | n° de variantes |
|------------------------------------|--|--------------------|-----------------|
| Bain (B) | $\{001\}_\gamma // \{001\}_\alpha$ | 3 | 3 |
| | $\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$ | 1 | |
| Kurdjumov e Sachs (KS) | $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ | 4 | 24 |
| | $\langle 011 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ | 3 | |
| | (variantes de relação de maclas) | 2 | |
| Nishiyama e Wassermann (NW) | $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ | 4 | 12 |
| | $\langle 112 \rangle_\gamma // \langle 011 \rangle_\alpha$ | 3 | |

O mecanismo de Bain é o mais simples a descrever a transformação austenita-martensita por uma simples deformação homogênea da fase matriz. Ele considerou um estado de compressão paralela no eixo Z (a_3) e uma expansão que ocorre ao longo dos eixos X (a_1) e Y (a_2) da estrutura cristalina (FIG 2.5). Para minimizar a energia de deformação, a martensita se forma sob o formato de placas finas ao longo dos planos cristalográficos (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2001).

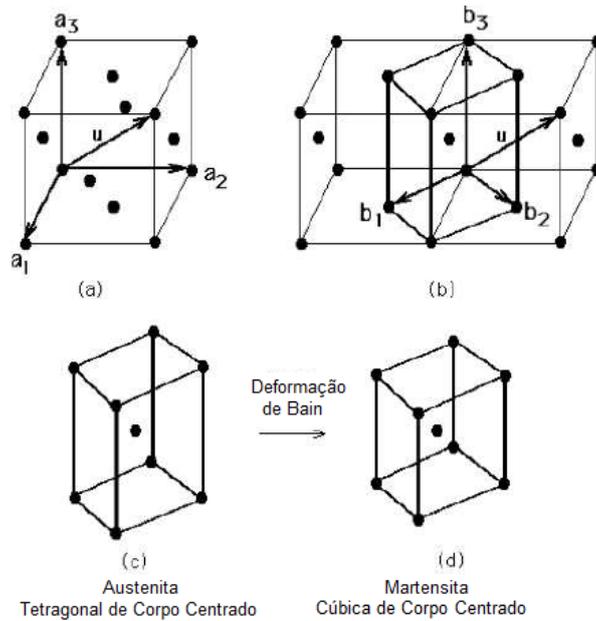


FIG 2.5: Deformação de Bain transformação CFC \rightarrow CCC.
(BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2001)

No mecanismo de Bain também estão representadas as três alternativas de acomodação da fase TCC nas quais o eixo tetragonal pode ser acomodado na matriz austenítica de estrutura cristalina CFC. Isto pode ser visto em função dos planos e direções aproximadamente paralelos entre as fases austenita-martensita apresentados na FIG 2.6 (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2006; VIANA, C.S.C., *et al.*, 2001).

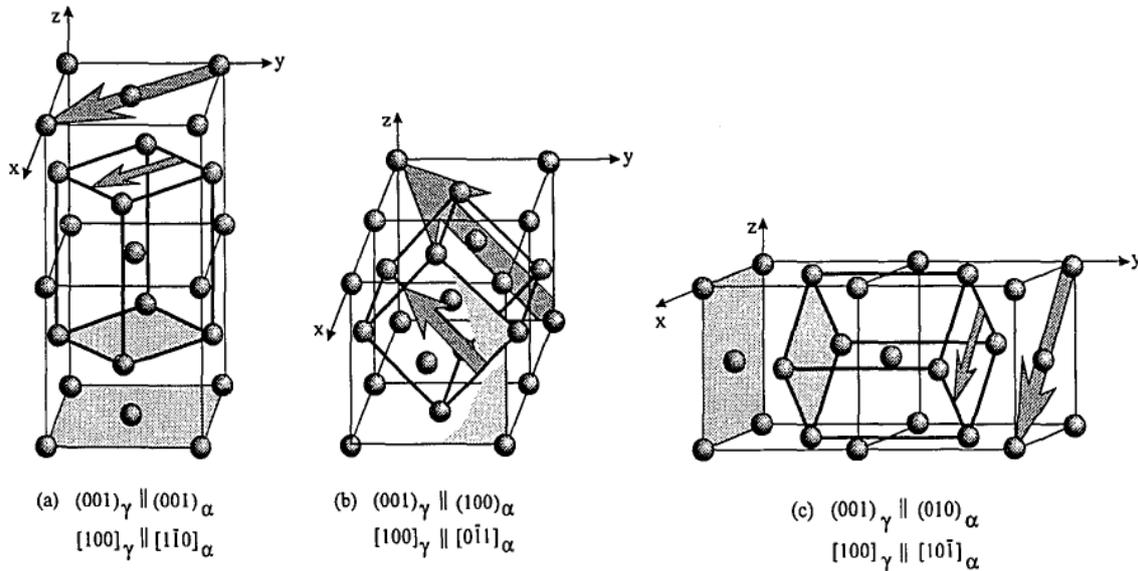


FIG 2.6: O mecanismo de Bain para a transformação da $\gamma \rightarrow \alpha$. (a), (b) e (c) representam as três direções nas quais o eixo tetragonal pode ser acomodado na estrutura γ original (BHADESHIA, H.K.D.H., *et al.*, 2006).

2.5 ANÁLISE QUANTITATIVA DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

Várias são as técnicas existentes para a quantificação da fase martensítica, os métodos mais comuns envolvem o ferromagnetismo, baseado no campo magnético do material, e a Difração de Raios-X, baseada na análise do padrão difratométrico. Estas serão descritas a seguir.

2.5.1 FERRITOSCOPIA

A quantificação da fração volumétrica martensítica por Ferritoscopia é baseada no ferromagnetismo desta fase e o princípio de funcionamento consiste no método de indução magnética, capacidade do material ser magnetizado. Erros são introduzidos na leitura quando a microestrutura apresenta deformações na rede cristalina, como é o caso de α' (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008; TALONEN, J., *et al.*, 2004). Para realizar a quantificação de fase, submete-se o material a um campo magnético que irá interagir com a fase ferromagnética e as mudanças provocadas no campo magnético induzem uma tensão proporcional ao percentual volumétrico da fase ferromagnética em uma segunda bobina (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

O ferritoscópio foi desenvolvido, a princípio, para avaliar a quantidade de ferrita em solda de aço inoxidável. Porém, devido ao fato da martensita possuir características magnéticas similares à ferrita esta também pode ser quantificada, assim como qualquer outra fase que possua características adequadas ao princípio de medição do aparelho. A leitura é realizada em apenas alguns segundos a partir do posicionamento vertical da sonda do aparelho sobre a amostra, o que ocorre de modo não destrutivo (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008). Antes de proceder às medições o instrumento necessita ser calibrado com amostras padrão de ferrita, conforme apresentadas na FIG 2.7.



FIG 2.7: Conjunto de amostras padrão de ferrita para calibração do ferritoscópio (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

Os fatores que podem influenciar na exatidão da leitura de quantificação são curvaturas, espessura do material e de revestimento, rugosidade superficial e distância da borda para o local de medição. A correção torna-se necessária quando o diâmetro de curvatura côncava e convexa é inferior a 80 e 50 mm, respectivamente. A correção também se faz necessária caso a espessura da amostra e de revestimento e a distância do local de medida para a borda seja inferior a 2mm. Os valores dos fatores de correção da influência da espessura da amostra, da distância da borda ao local de medição e de curvaturas côncava e convexa para ferrita, são apresentados nas FIGs 8, 9, 10 e 11. Cabe ressaltar que o tamanho da área de referência, geometria, condutividade elétrica e magnética da amostra, assim como o manuseio da sonda pelo operador também podem levar a erros durante a medição (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

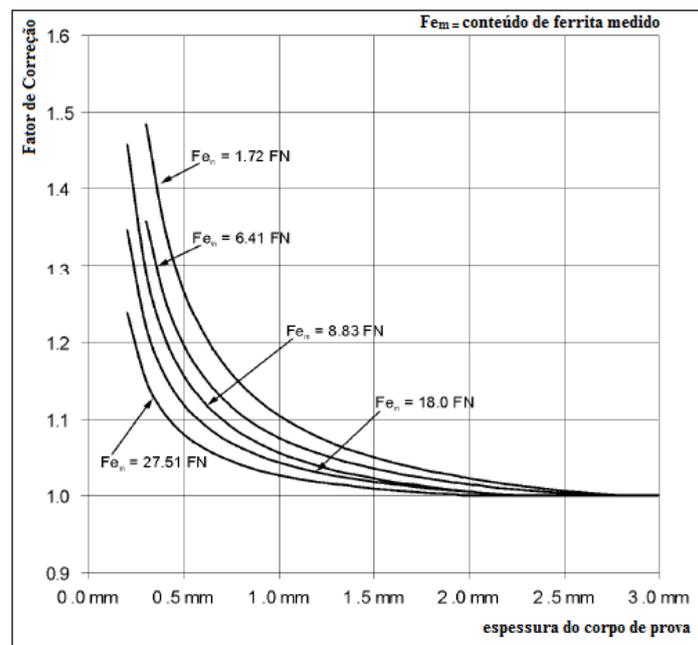


FIG 2.8: Fator de correção - influência da espessura da amostra (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

A espessura da amostra influencia na quantificação de fase através de medidas com ferritoscópio conforme apresentado na FIG 2.8, porque o sinal de retorno gerado entre a sonda do ferritoscópio e a base do material é convertido para leitura proporcional à espessura. Para uma mesma leitura do conteúdo de fase o fator de correção é maior para amostras de menor espessura devido a um maior erro introduzido durante a leitura.

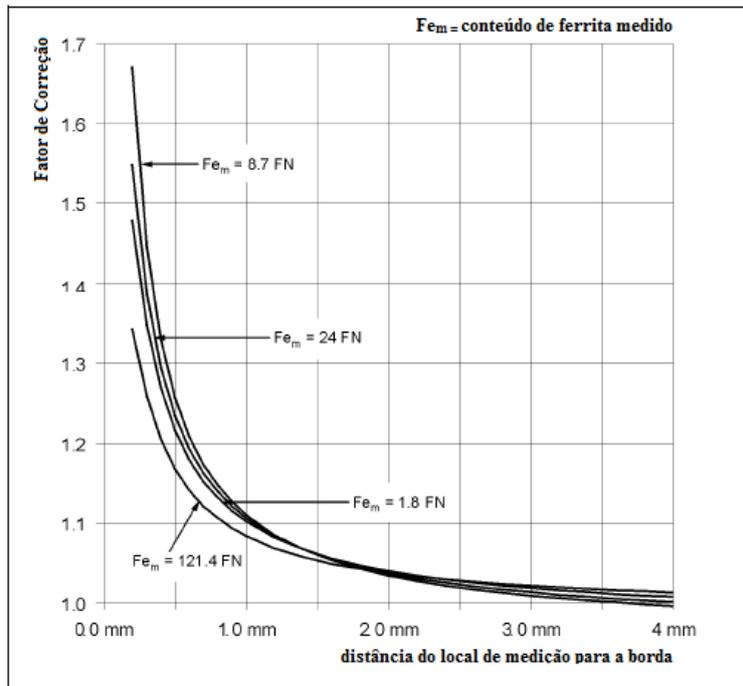


FIG 2.9: Fator de correção - influência da distância do local de medição para a borda. (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

As leituras se desviam do valor verdadeiro do percentual da fase ferromagnética conforme diminuem as distâncias dos pontos de medição em relação à borda do material, aonde o fator de correção é maior, conforme FIG 2.9.

De acordo com a FIG 2.10 a influência de curvaturas convexas é maior para amostras que possuem curvaturas com diâmetro menor do que 50 mm.

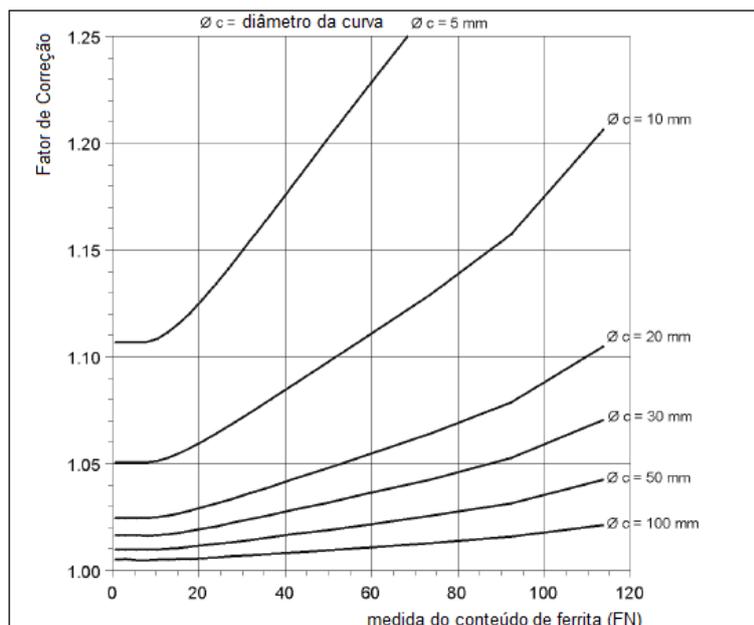


FIG 2.10: Fator de correção - influência de curvaturas convexas na amostra (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

Conforme apresentado na FIG 2.11 a influência de curvaturas côncavas é maior para medidas de ferritoscopia em amostras que possuem diâmetro de curvatura côncava menor do que 80 mm.

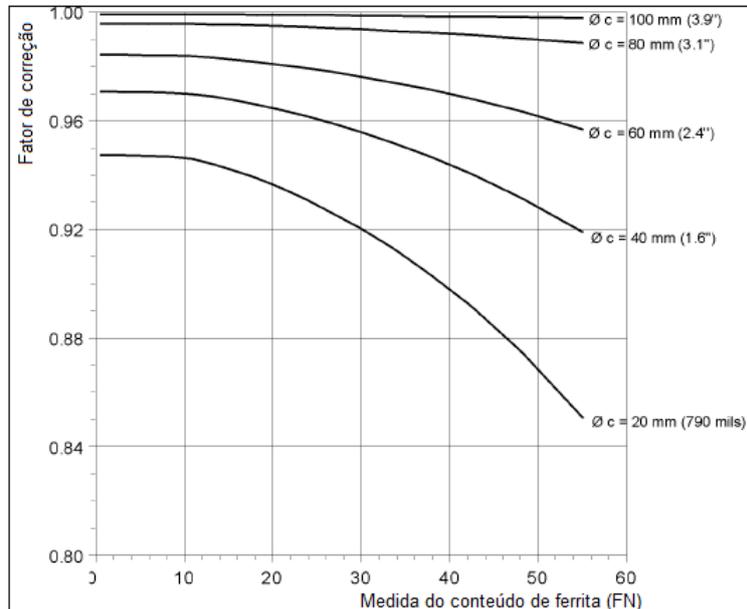


FIG 2.11: Fator de correção - influência de curvaturas côncavas na amostra (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

Os desvios de valores da quantificação real gerados pela influência dos fatores citados anteriormente são corrigidos através da multiplicação do teor da fase ferromagnética medida pelo fator de correção, conforme EQ. (2.2) (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

$$Fe_w = Fe_m \times \text{fator de correção} \quad (2.2)$$

Onde:

Fe_w = teor da fase ferromagnética real (verdadeiro);

Fe_m = teor da fase ferromagnética medida.

O desvio padrão (s) resultante EQ. (2.3) depende do valor médio de todas as leituras ($Fe.$), das leituras individuais (Fe_i) e do número de leituras realizadas (N) (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30, 2008).

$$s = \sqrt{\frac{(Fe. - Fe_1)^2 + (Fe. - Fe_2)^2 + \dots + (Fe. - Fe_N)^2}{(N - 1)}} \quad (2.3)$$

2.5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A análise quantitativa por Difração de Raios-X, que segue a metodologia da Lei de Bragg, é baseada no princípio de que a intensidade total integrada de cada um dos picos é proporcional à fração volumétrica de cada uma das fases presentes na mistura policristalina. Porém, a relação entre a intensidade e a concentração dos componentes da mistura não segue uma distribuição linear, devido ao fato da intensidade da fase cristalina depender do coeficiente de absorção da mistura, e esta varia de acordo com a percentagem volumétrica (AMAR, K. De, *et al.*, 2004). É importante mencionar que a presença de textura pode influenciar na quantificação por DRX devido a maior intensidade dos picos (TALONEN, J., *et al.*, 2004).

Como a análise de DRX é realizada próxima à superfície, a profundidade de penetração em unidades de micrometros (μm), do feixe de raios-X depende do tipo de anodo utilizado (TALONEN, J., *et al.*, 2004), da inclinação do feixe na amostra e do coeficiente de absorção do material.

2.5.2.1 MÉTODO DE RIETVELD

O método de Rietveld foi desenvolvido a princípio para refinar a estrutura de materiais policristalinos utilizando-se dados da difração de nêutrons em amostras na forma de pó. Através de sua aplicação bem sucedida ao longo dos anos, tem sido aplicado também ao refinamento e determinação de estruturas moleculares. Este método permite que sejam realizadas análises qualitativa e quantitativa de uma mistura de fases cristalinas. Hoje, sua utilização não se restringe apenas a pesquisas acadêmicas sendo utilizado também em alguns setores fabris e industriais.

O processo de refinamento de estruturas cristalinas consiste no ajuste, através do método dos mínimos-quadrados, entre os difratogramas observado (experimental) medido em intervalos angulares e o difratograma teórico (calculado). A comparação entre os difratogramas é feita ponto a ponto e a diferença entre eles ajustada. Este processo se tornou possível devido ao crescimento tecnológico na área da informática levando ao desenvolvimento de softwares de grande potencial. A partir daí tornou-se possível a análise de estruturas cristalinas mais complexas e não apenas as monocristalinas (RIETVELD, H.M., 1967, 1969). A partir do refinamento das

diferentes fases presentes em um material policristalino se obtém a proporção de cada uma dessas fases na mistura.

O método desenvolvido por Rietveld permite que o máximo de informações sejam retiradas dos difratogramas a partir da análise de todo o padrão de difração, utilizando as intensidades individuais medidas em cada passo angular. Devido a isto, vem sendo aplicado à quantificação de fases apresentando boa precisão. Esta metodologia possibilita o refinamento não só dos parâmetros geométricos das fases contidas na amostra como também considera suas características cristalográficas. Por ser um método de refinamento, necessita da sugestão da estrutura da amostra cristalina com o máximo de aproximação, como também, da utilização de difratogramas de boa qualidade. Por conseguinte, o operador que conduzir a análise de refinamento precisa ter dados, a partir de fichas cristalográficas, sobre a simetria do cristal como os parâmetros da célula unitária, posições angulares e a natureza de cada um dos átomos que compõem o material (RIETVELD, H.M., 1969; GOBBO, L. A., 2009). MCCUSKER, L.B. e colaboradores (1999) desenvolveram um roteiro apresentando as contribuições de cada parâmetro para o refinamento de Rietveld. Os tópicos abordados incluem: coleta de dados, contribuição do background, função da forma de pico, refinamento dos parâmetros de perfil, refinamento dos parâmetros estruturais e restrições geométricas.

No processo de refinamento da estrutura cristalina pelo método de Rietveld os parâmetros como: parâmetro de rede, fator escala, tamanho de grão, orientação preferencial, perfil de pico, parâmetro da célula unitária, fator de estrutura, deslocamento, orientação preferencial, acerto da linha de base e deformação na rede podem ser calculados e refinados em relação aos dados do padrão de difração. De maneira geral, os parâmetros refinados estão relacionados aos modelos da estrutura cristalina, efeitos ópticos de difração, fatores instrumentais e outras características da amostra (GOBBO, L.A., 2009).

Hoje existem disponíveis vários bancos de dados cristalográficos com milhares de fichas cristalográficas onde pode-se pesquisar a ficha do material em estudo, inserir no software de refinamento e ajustar os parâmetros refináveis pertinentes ao material analisado. Como exemplos podem ser citados ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*), ICDD (*International Centre for Diffraction Data*), CSD (*Cambridge Structural Database*), COD (*Crystallography Open Database*), entre outros. As fichas podem ser encontradas em várias extensões de arquivo dentre elas a extensão (CIF - *Crystallographic Information File*). Dentre as empresas que desenvolveram softwares

de refinamento podem ser citadas a Panalytical, software X'Pert High Score Plus, e a Bruker, software TOPAS.

No refinamento por Rietveld o difratograma refinado é obtido por DRX com as intensidades proporcionais ao volume de cada fase na mistura, porém após o refinamento a quantificação de fase é dada em fração mássica.

2.5.2.2 METODOLOGIA DE REFINAMENTO POR RIETVELD

No processo inicial de refinamento se faz necessário a utilização de um difratograma com o máximo de qualidade, para que seja alcançada uma melhor precisão no refinamento, e a inserção de modelos atômicos, através das fichas cristalográficas, para cada uma das fases da mistura policristalina. A função residual (S_y) correspondente à quantidade minimizada no refinamento é obtida através da EQ. (2.4). Como o difratograma é composto por milhares de pontos, a variação de um ponto para outro é feita em passos “i” e cada intensidade calculada no iésimo passo (y_i) é medida diretamente pelo detector em uma posição angular $2\theta_i$ (GOBBO, L.A., 2009).

$$S_y = \sum W_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (2.4)$$

Onde:

$W_i = 1/y_i$ = intensidade observada no iésimo passo;

y_{ci} = intensidade calculada no iésimo passo;

i = iésimo passo.

As intensidades calculadas y_{ci} EQ. (2.5) são apontadas através dos valores do fator estrutura para a reflexão de Bragg, $|F_K|^2$, obtidos a partir de um modelo estrutural mais o background. No final, o perfil de um pico composto pode ser considerado como a soma total de picos que representam os constituintes de uma Gaussiana por reflexões de Bragg individuais (RIETVELD, H.M., 1967; GOBBO, L.A., 2009).

$$y_{ci} = s \sum_K^A L_K |F_K|^2 \delta(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A S_r E + y_{bi} \quad (2.5)$$

Onde:

s = fator escala global;

K = representa os índices de Miller, $h k l$ para a reflexão de Bragg;

L_K = contém os fatores de Lorentz, polarização e multiplicidade;

\emptyset = função perfil de reflexão;

P_K = função orientação preferencial;

A = fator absorção;

S_r = fator superfície de rugosidade;

E = fator extinção;

F_K = fator estrutura para a reflexão de Bragg;

y_{bi} = intensidade do background no passo “ i ”.

Um refinamento perfeito consiste na seguinte observação: a linha que representa o pico calculado deve ficar sobreposta à linha do pico observado e a diferença de ajuste entre estes picos deve ser equivalente a uma reta abaixo dos mesmos no difratograma, conforme apresentado na FIG 2.12. Os círculos representam o difratograma observado e a linha o calculado. Alguns picos característicos de diferentes casos de ajustes imperfeitos são apresentados nas FIGs 2.13 e 2.14 em função de fatores físicos, instrumentais ou de preparação da amostra (MCCUSKER, L.B., *et al.*, 1999; GOBBO, L.A., 2009). No final do refinamento além do indicador gráfico, sobreposição dos picos observado e calculado, deve-se observar também os valores estatísticos, qualidade do ajuste (GOF – *Goodness of fit*) e erro experimental.

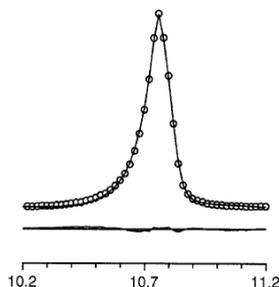


FIG 2.12: Refinamento perfeito (MCCUSKER, L.B., *et al.*, 1999).

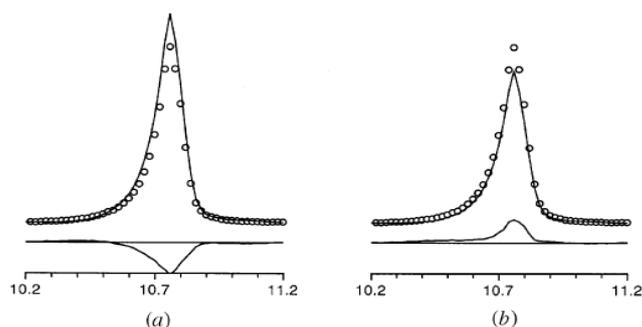


FIG 2.13: Pico calculado (a) alta intensidade; (b) baixa intensidade. O perfil da diferença pode ser positivo ou negativo concentrado aproximadamente no centro do pico (MCCUSKER, L.B., *et al.*, 1999).

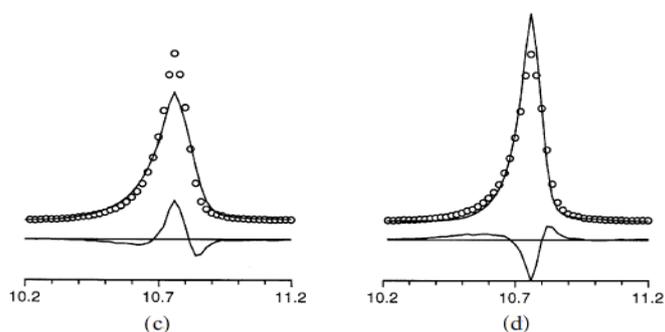


FIG 2.14: Pico calculado (c) maior largura à meia-altura e menor intensidade; (d) menor largura à meia altura e menor intensidade (MCCUSKER, L.B. *et al.*, 1999).

2.5.2.3 APLICAÇÕES DA TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

O método de Rietveld foi aplicado no trabalho de WANG e colaboradores (2001) para o refinamento de estruturas cristalinas, uma vez que dentre as aplicações do método destaca-se a identificação de fases. O material submetido à análise consistiu em uma amostra de dióxido de zircônio (ZrO_2). A primeira amostra a ser analisada continha duas fases: zircônia tetragonal e monoclinica; e a segunda três fases: tetragonal, pseudo-tetragonal e monoclinica. De acordo com este trabalho, nem sempre é possível identificar todas as fases presentes em uma amostra cristalina devido, por exemplo, ao tamanho de grão. Isso porque quando o material é constituído por grãos muito pequenos, na ordem de nanômetros, pode ocorrer o fenômeno de coexistência entre as fases produzindo linhas de difração que dificultam o refinamento, conduzindo a grandes desvios entre as intensidades experimentais e calculadas. Neste caso a identificação de fases só é possível quando um refinamento satisfatório é obtido.

O método de Rietveld também foi aplicado à quantificação de fase no trabalho SAHU e colaboradores (2002). Os pesquisadores realizaram a transformação martensítica induzida por deformação, a temperatura ambiente, através de lixamento imposto às amostras, ligas de Fe-Mn-C com diferentes teores de Mn (5,6; 5,8 e 6,0%). A fração martensítica resultante desta transformação foi de 47, 43 e 42%, respectivamente aos distintos teores de Mn. Posteriormente os pós trabalhados a frio foram submetidos a temperaturas baixas próximas a M_s relacionadas a 150, 175 e 190 K por cerca de 30 minutos. A fração máxima de martensita nestas temperaturas foi de 60, 68 e 62% para os respectivos teores de manganês. O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da temperatura sobre a transformação de fase, bem como a influência do teor de manganês. A partir destes resultados verificou-se que a maior transformação de fase ocorreu a 175 K para a liga com 5,8% de Mn (FIG 2.15).

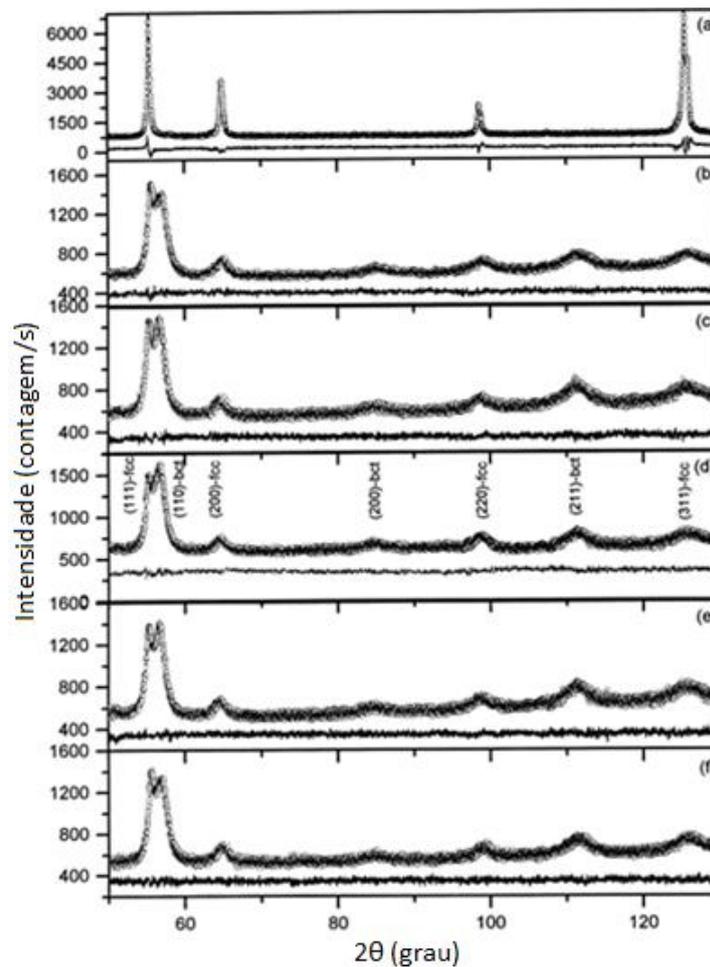


FIG 2.15: Difratogramas (a) pó de austenita; pós transformados no trabalhado a frio em (b) T_{amb} , (c) 150 K, (d) 175 K, (e) 190 K, (f) 210 K (SAHU, P. *et al.*, 2002).

Para cada pó trabalhado a frio, nas diferentes temperaturas, os valores máximos de transformação foram identificados pela comparação da intensidade relativa integrada dos picos austenítico (111) e martensítico (110). A fração máxima transformada *versus* concentração de Mn é apresentada na FIG 2.16.

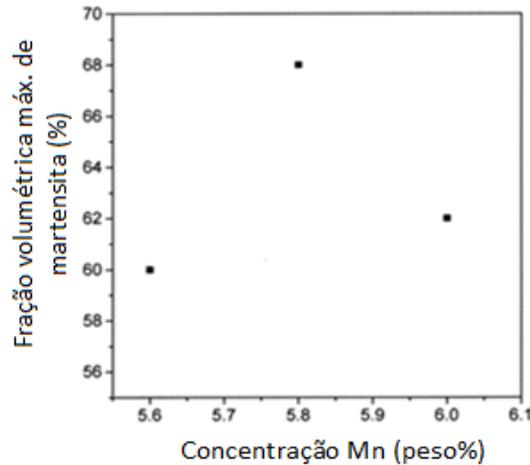


FIG 2.16: Fração volumétrica de α' *versus* teor de Mn (SAHU, P., *et al.*, 2002).

O presente estudo de transformação martensítica revelou pontos importantes, a alta concentração de martensítica em baixa temperatura apresenta elevado valor de falha de empilhamento e alta densidade de discordância, que age como sítios favoráveis à nucleação martensita. Concluiu-se também que a transformação martensítica através da deformação por pó necessita de uma menor correção de orientação preferencial devido à ausência de textura e foi possível avaliar a influência do teor de elemento de liga na transformação de fase.

2.6 TENSÃO RESIDUAL

São tensões residuais as tensões que permanecem atuando em um corpo na ausência de forças externas e/ou gradientes de temperatura. Em função da escala na qual se distribuem podem ser classificadas como macro ou microtensões. O campo de tensão pode atuar de maneira benéfica ou maléfica no desempenho do material, o que depende de sua magnitude, extensão e natureza (MARTINS, C.O.D., *et al.*, 2004).

Devido ao fato das tensões serem quantidades tensoriais as mesmas devem ser representadas em três dimensões eixos x , y e z , conforme apresentado na FIG 2.17. As

tensões normais são identificadas por um subíndice e a cisalhante por dois (DIETER, G.E., 1981).

A tensão assim como outras quantidades físicas, deformação, é um tensor de segunda ordem e suas componentes, tensão normal (σ) e cisalhante (τ), são descritas na forma de uma matriz 3x3 com nove componentes de tensão, FIG 2.18 (DIETER, G.E., 1981).

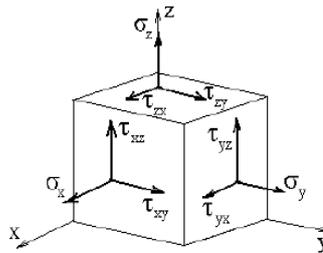


FIG 2.17: Definição do tensor das tensões (DIETER, G.E., 1981).

$$\hat{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{bmatrix}$$

FIG 2.18: Tensão, tensor de segunda ordem (DIETER, G.E., 1981).

2.6.1 ORIGEM DAS TENSÕES RESIDUAIS

As tensões residuais podem ser geradas por processos de natureza térmica ou mecânica, como por exemplo, transformação de fase, soldagem, tratamentos mecânico superficial e termoquímico, processos de conformação, entre outros. Também podem ser provocadas durante os processos de instalação e montagem de peças e/ou equipamentos e por ação de cargas mecânicas externas impostas ao material (PITELLA, R.M., 2003).

Durante a transformação de fase, tensões adicionais podem ser introduzidas no material devido às mudanças microestruturais. As tensões residuais são provenientes da diferença volumétrica entre as fases matriz e produto o que causa distorções na rede para que ocorra acomodação entre as mesmas. Durante a expansão da fase produto a matriz austenita pode sofrer tensão de compressão e o estado de tensão final resultante da transformação austenita-martensita é influenciado pela fração volumétrica de martensita.

2.6.2 MECANISMOS GERADORES DE TENSÕES RESIDUAIS

Em função dos processos geradores do campo de tensão residual podem ser citados deformação mecânica, contração ou expansão térmica, variações volumétricas devido à transformação de fase, variações volumétricas devido à heterogeneidade de microconstituintes e diferenças estruturais em uniões mecânicas (PITELLA, R.M., 2003).

2.6.3 TIPOS DE TENSÕES RESIDUAIS

De acordo com a dimensão, as tensões residuais podem ser classificadas como macro ou microscópicas. A denominação micro é subdividida em microscópica e submicroscópica.

As macrotensões residuais são denominadas do tipo I e se estendem por vários grãos, variam ao longo de grandes distâncias quando comparadas com o tamanho de grão do material. Devido a isto, as mesmas têm caráter praticamente uniforme para muitos grãos da superfície. A grandeza da dimensão específica das macrotensões é da ordem do tamanho da amostra (CULLITY, B.D., 1978).

As microtensões residuais são do tipo II, podem variar de ponto para ponto ao longo da rede cristalina e atuam em áreas do tamanho de um grão ou parte de sua extensão. Podem surgir, por exemplo, entre grãos de materiais bifásicos. A grandeza de sua dimensão é da ordem do tamanho grão do material (CULLITY, B.D., 1978).

As submicrotensões residuais são denominadas do tipo III, se estendem por distâncias atômicas e são resultantes de imperfeições da rede cristalina. A grandeza de sua dimensão é de ordem atômica (CULLITY, B.D., 1978).

2.6.4 EFEITOS DA TENSÃO RESIDUAL

As tensões residuais podem ser de natureza trativa ou compressiva, sendo consideradas maléficas ou benéficas para o material. As tensões trativas podem diminuir o tempo de vida em fadiga, uma vez que aceleram a taxa de crescimento de trincas e o material fica mais vulnerável à corrosão sob tensão. Também podem provocar a

iniciação precoce de trincas e sua propagação que pode levar à ocorrência de falhas da peça e/ou equipamento. A tensão residual compressiva, considerada benéfica, pode retardar o índice de propagação de trincas por fadiga na microestrutura cristalina (PITELLA, R.M., 2003).

2.6.5 MÉTODOS DE MEDIÇÃO DA TENSÃO RESIDUAL

A partir do conhecimento dos efeitos da tensão residual sobre o desempenho dos materiais, seu monitoramento tornou-se essencial em relação ao comportamento destes materiais. Devido a isto, foram desenvolvidos alguns métodos de medição conforme apresentados a seguir, os mesmos são escolhidos a partir do critério de cada análise.

- Remoção de Material (*slitting*);
- Furo Cego (*hole-drilling*);
- Difração de Nêutrons;
- Difração de Raios-X.

Os métodos podem ser de natureza destrutiva, semidestrutiva ou não destrutiva os quais permitem análise qualitativa ou quantitativa. Cada um deles possui suas vantagens, desvantagens e particularidades. A escolha do método adequado e a realização de ajustes corretivos para minimizar o efeito de erros experimentais, será algo de extrema importância para a credibilidade dos resultados obtidos (MARTINS, C.O.D., *et al.*, 2004). O nível de complexidade de manipulação e de metodologia será de acordo com a escolha de cada método.

2.6.5.1 AVALIAÇÃO DA TENSÃO RESIDUAL POR DRX

Esta técnica permite realizar medições de micro e macrotensões de modo não destrutivo. As macro e microtensões são caracterizadas por provocarem deslocamento e alargamento, respectivamente. Quando uma estrutura cristalina é submetida à deformação elástica e a tensão se distribui de maneira uniforme ao longo de grandes

extensões, as distâncias interplanares sofrem variações correspondentes à magnitude da tensão aplicada, caracterizando um estado de macrotensão que provoca deslocamento do pico de DRX. Por outro lado, as deformações plásticas provocam distorções na rede de tal forma que o espaçamento de qualquer conjunto particular de planos hkl varia de um grão para outro ou de parte de um grão para outro, caracterizando as microtensões. Logo, quando um material metálico é submetido a deformações plásticas as macro e microtensões são geralmente sobrepostas, onde as linhas de difração são tanto deslocadas quanto alargadas, porque não só os espaçamentos interplanares sofrem variações de grão para grão, mas seu valor médio difere da distância interplanar do metal não deformado. De maneira geral, podem ocorrer variações no pico de difração devido à presença de tensões residuais, como também devido ao tamanho de grãos (CULLITY, B.D., 1978).

Esta técnica baseia-se na medição da variação do espaçamento interplanar devido a mudanças provocadas por deformações geradas pela presença do campo de tensão. Sendo assim, é possível quantificar a tensão residual presente em metais e ligas (PREVÉY, P.S., 1986). O método de geometria *psi*, utilizado na difração de raios-X para a quantificação de tensão residual, consiste em realizar a medição da variação das distâncias interplanares do material a partir de diferentes posições angulares de *psi* relacionando-as ao sen^2 desses ângulos.

É de fundamental importância a escolha e precisão da posição do pico para a análise de tensão. Deve-se escolher o pico de maior 2θ com base na EQ. (2.6), a qual mostra que a medição realizada em um pico de alto 2θ tem maior precisão para detectar a presença de um campo devido a qualquer variação deste pico. Quanto maior o 2θ , maior a tangente θ e conseqüentemente maior a sensibilidade para qualificar e quantificar a tensão presente na rede cristalina.

A utilização de uma geometria de feixes paralelos melhora a precisão da posição do pico, devido a uma menor desfocagem, e também diminui a intensidade do *background*. Logo, a baixa intensidade de *background* combinada a uma menor desfocagem, com utilização de foco ponto, resulta em uma melhor medição da tensão residual.

$$\Delta 2\theta = -2\varepsilon \cdot \tan \theta \quad (2.6)$$

Configura, conforme a prática, que materiais policristalinos compostos por uma fina granulometria e isentos de tensão (FIG 2.19) não apresentam mudanças no espaçamento interplanar com a orientação desses planos. No entanto, a presença de um campo de tensão provoca alterações nestas distâncias interplanares devido à deformação na rede. Quando o estado de tensão é trativo irá ocorrer um aumento no espaçamento entre os planos perpendiculares à tensão aplicada e uma diminuição entre os planos paralelos a esta tensão (FIG 2.20) (LU, J., 2005). Para o caso da tensão aplicada ser paralela aos espaçamentos interplanares é provocada uma contração elástica perpendicular no coeficiente de Poisson e uma ligeira redução no ângulo de difração 2θ (PREVÉY, P.S., 1986).

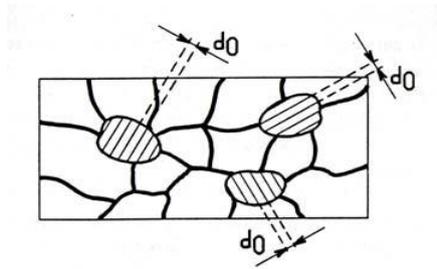


FIG 2.19: Distâncias interplanares em material isento de tensões (LU, J., 2005).

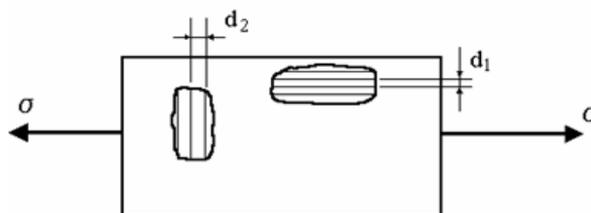


FIG 2.20: Distâncias interplanares de grãos com diferentes orientações, corpo sob campo de tensão (LU, J., 2005).

A tensão residual não é medida diretamente, mas a partir da medição das variações das distâncias interplanares. A técnica de Difração permite a medição dessas variações, tornando possível a determinação do estado de tensão atuante na estrutura cristalina. A relação da deformação da rede cristalina com a presença de tensões residuais é possível devido à teoria clássica da elasticidade. De acordo com a Lei de Hooke a tensão em uma determinada direção (σ_x) está relacionada com a deformação (ϵ_x) nesta mesma direção através do Módulo de Elasticidade (E) EQ. (2.7). Ou seja, quando um corpo está sob tensão na direção x , região de deformação elástica linear, irá ocorrer deformação na direção (ϵ_x) e deformações nas direções ortogonais (ϵ_y e ϵ_z). A

relação estabelecida entre estas deformações fornece o Coeficiente de Poisson (ν), EQ. (2.8) (GUIMARÃES, L.R., 1990).

$$\sigma_x = E \cdot \varepsilon_x \quad (2.7)$$

$$\nu = -\frac{\varepsilon_x}{\varepsilon_z} = -\frac{\varepsilon_y}{\varepsilon_z} \quad (2.8)$$

A partir da relação estabelecida entre tensão e deformação pela teoria da elasticidade, ao se considerar as deformações ortogonais nas direções dos eixos principais (x e y) o estado de tensão resultante na microestrutura cristalina é dito triaxial (GUIMARÃES, L.R., 1990):

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu(\sigma_2 + \sigma_3)] \quad (2.9)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu(\sigma_1 + \sigma_3)] \quad (2.10)$$

$$\varepsilon_3 = \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)] \quad (2.11)$$

Com isto é possível determinar as deformações principais para a condição de tensão plana ou biaxial $\sigma_3=0$ (GUIMARÃES, L.R., 1990):

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} (\sigma_1 - \nu\sigma_2) \quad (2.12)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} (\sigma_2 - \nu\sigma_1) \quad (2.13)$$

$$\varepsilon_3 = \frac{\nu}{E} (\sigma_2 - \sigma_1) \quad (2.14)$$

Onde:

σ_1, σ_2 e σ_3 são as tensões principais;

$\varepsilon_1, \varepsilon_2$ e ε_3 são as deformações principais.

Como pode ser observado na EQ. (2.14), mesmo não havendo tensão no eixo perpendicular a amostra ($\sigma_3=0$) a mesma não estará ausente de deformação neste eixo ($\varepsilon_3=0$), isto somente irá ocorrer para o caso em que as tensões principais (σ_1 e σ_2) forem iguais (GUIMARÃES, L.R., 1990).

Para o caso de deformação plana, com deformação nula no eixo z, ($\varepsilon_3=0$) se obtém as EQs. (2.15 e 2.16) (GUIMARÃES, L.R., 1990). Neste caso mesmo a deformação sendo nula existe tensão no eixo z (σ_3) correspondendo ao somatório de σ_1 mais σ_2 , isto pode ser visto na EQ. (2.11).

$$\varepsilon_1 = \frac{1+\nu}{E} [(1-\nu)\sigma_1 - \nu\sigma_2] \quad (2.15)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1+\nu}{E} [(1-\nu)\sigma_2 - \nu\sigma_1] \quad (2.16)$$

Devido à penetração dos raios-X ser muito pequena ($< 10 \mu\text{m}$) o fenômeno de difração ocorre apenas próximo à superfície do material. Devido a isto, assume-se um estado de tensão plana, onde a tensão normal à superfície é nula. Sendo assim, considera-se a atuação das tensões principais σ_1 e σ_2 uma vez que a tensão σ_3 é considerada nula, conforme visto nas equações anteriores. A FIG 2.21 representa este estado de tensão em uma amostra cristalina e a determinação da deformação $\varepsilon_{\phi\psi}$ ocorre através da EQ. (2.17) (GUIMARÃES, L.R., 1990; PREVÉY, P.S., 1986).

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_1\alpha_1^2 + \sigma_2\alpha_2^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.17)$$

A partir da utilização dos cossenos diretores dos vetores tensão σ_1 e σ_2 , conforme EQs. (2.18 e 2.19), e efetuando-se as substituições necessárias, a EQ. (2.17) passa a ser escrita segundo a EQ. (2.20) (PREVÉY, P.S., 1986):

$$\alpha_1 = \cos \phi \sin \psi \quad (2.18)$$

$$\alpha_2 = \sin \phi \sin \psi \quad (2.19)$$

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.20)$$

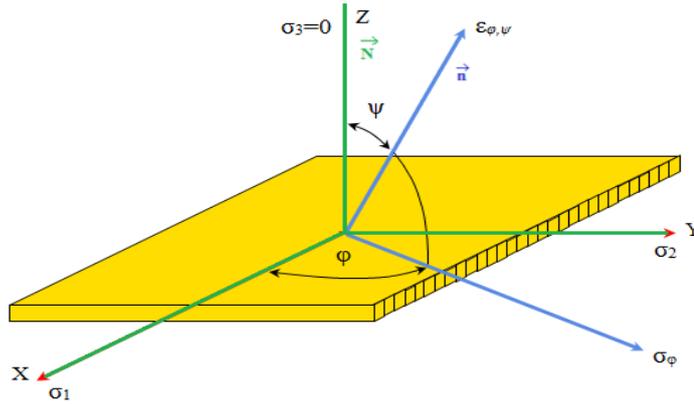


FIG 2.21: Esquema da medição de tensão residual por DRX.
(GOBBO, L.A. e REKHI, S.; 2009) Adaptada.

A FIG 2.21 mostra que elevando-se o ângulo ψ para 90° a componente da tensão próxima à superfície (σ_ϕ) é calculada conforme EQ. (2.21), e desta forma a deformação na rede EQ. (2.20) passa a ser reescrita segundo a EQ. (2.22) (GUIMARÃES, L.R., 1990; PREVÉY, P.S., 1986).

$$\sigma_\phi = \sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi \quad (2.21)$$

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_\phi \sin^2 \psi) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.22)$$

A EQ. (2.22) refere-se à tensão próxima à superfície do material (σ_ϕ) em qualquer direção definida pelo ângulo entre a normal à superfície do material e a normal aos planos cristalinos, ângulo ψ , para a deformação (ε) na direção ($\phi\psi$) considerando as tensões principais σ_1 e σ_2 . Desta forma, se obtém a EQ. básica que relaciona o fenômeno da Difração de Raios-X com a relação tensão-deformação (GUIMARÃES, L.R., 1990).

Com a distância interplanar ($d_{\phi\psi}$) medida na direção definida por (ϕ e ψ) a deformação pode ser expressa em termos de mudanças nas dimensões lineares da rede cristalina. É importante mencionar que ao realizar-se a medição da distância interplanar (d) na região de retroespalhamento, com o feixe de raios-X incidente perpendicular à superfície do material, os planos cristalográficos refletoras da microestrutura estão aproximadamente paralelos à superfície do material. Logo, com a medição de (d) próxima a normal à superfície, mais a distância interplanar livre de tensão residual (d_0) a deformação da rede pode ser escrita da seguinte forma (GUIMARÃES, L.R., 1990):

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d-d_0}{d_0} = \frac{\Delta d}{d_0} \varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_1 = \frac{d-d_0}{d_0} \quad (2.23)$$

ε_1 = deformação na direção perpendicular ao sistema de planos atômicos difratores;
 d_0 = distância interplanar da rede cristalina sem tensões.

Quando $\psi=0$ os cossenos diretores das tensões principais σ_1 e σ_2 serão nulos EQs. (2.18 e 2.19), a deformação na rede passará a ser escrita em função dessas tensões conforme EQ. (2.14) (GUIMARÃES, L.R., 1990):

$$\varepsilon_1 = -\frac{\nu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.24)$$

Ao submeter a amostra a medições com o feixe incidente perpendicular ($\psi=0$) e inclinando-a nas diferentes posições angulares pré-determinadas de ψ , substituindo-se a EQ. (2.24) na da tensão superficial, EQ. (2.22), encontram-se as seguintes equações (GUIMARÃES, L.R., 1990):

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi + \varepsilon_1 \quad (2.25)$$

Logo:

$$\sigma_{\phi} = (\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon) \frac{E}{(1+\nu)} \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (2.26)$$

Logo ao substituir a EQ. (2.23) na EQ. (2.26) finalmente se obtém a EQ. da tensão em função das distâncias interplanares da rede cristalina EQ. (2.27):

$$\sigma_{\phi} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (2.27)$$

Onde:

σ_{ϕ} = Tensão na direção ϕ ;

ϕ = Ângulo rotação da amostra;

d_{ψ} = Distância entre os planos difratores inclinados;

ψ = Ângulo de inclinação da amostra – formado entre a normal à superfície do material e a normal aos planos cristalinos (hkl);

E = Módulo de elasticidade específico do material;

ν = Coeficiente de Poisson específico do material;

d_0 = Distância interplanar livre de tensão.

2.6.5.2 TENSÃO RESIDUAL EM FUNÇÃO $\text{sen}^2\psi$

A EQ. (2.25) representa a relação fundamental da deformação ($\varepsilon_{\phi,\psi}$) nas direções ϕ e ψ em função de $\text{sen}^2\psi$, mostrando a relação de linearidade entre as deformações da rede e o $\text{sen}^2\psi$ (FIG 2.21). O método de geometria *psi* utilizado na difração de raios-X, para a quantificação de tensão residual, consiste em realizar a medição da variação das distâncias interplanares a partir de diferentes posições angulares de *psi* e relacioná-las ao sen^2 desses ângulos. Desta forma, pode-se determinar o estado de tensão residual presente na rede cristalina. Ou seja, o ângulo ψ varia em relação ao ângulo de incidência, isto torna-se possível a partir da utilização de um goniômetro de textura. A FIG 2.22 é característica de amostras isotrópicas e homogêneas sem a presença de tensão de cisalhamento (PREVÉY, P.S., 1986).

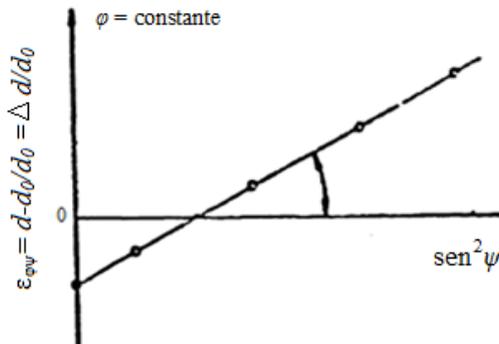


FIG 2.22: Representação gráfica da EQ. da tensão (GUIMARÃES, L.R., 1990).

Ao se plotar a deformação da rede em função do $\text{sen}^2\psi$ se obtém a reta dos mínimos quadrados. A inclinação da reta (m) pode ser obtida através da EQ.28 e a mesma leva diretamente ao componente de tensão (σ_ϕ), EQ. (2.29). O ponto de interseção da reta com o eixo $\varepsilon_{\phi\psi}$ onde $\psi=0$ é dada pela EQ. (2.30) (GUIMARÃES, L.R., 1990).

$$m = \frac{\partial \varepsilon_{\phi\psi}}{\partial \text{sen}^2 \psi} = \left(\frac{1+\nu}{E} \right) \sigma_\phi \quad (2.28)$$

$$\sigma_{\phi} = m \left(\frac{E}{1+\nu} \right) \quad (2.29)$$

$$\varepsilon_{\phi\psi} = -\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.30)$$

Dependendo do estado de tensão podem ser gerados diferentes gráficos ($\varepsilon_{\phi\psi}$ versus $\sin^2\psi$). A FIG 2.23 é característica de amostras isotrópicas homogêneas sem a presença de tensão de cisalhamento, já a amostra com a presença de tensão de cisalhamento possui curva de caráter elíptico conforme FIG 2.23b. Materiais que possuem orientação preferencial cristalina apresentam curva semelhante à encontrada na FIG 2.23c (LU, J., 2005).

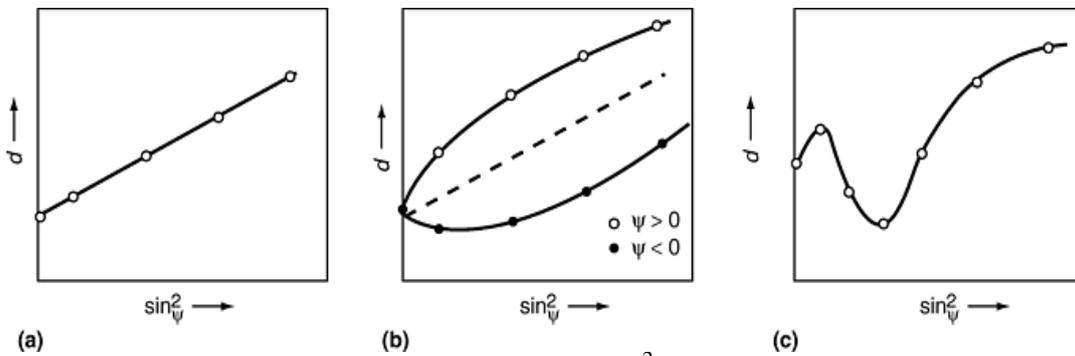


FIG 2.23: Relação $\varepsilon_{\phi\psi}$ versus $\sin^2\psi$ (LU, J., 2005).

Como limitações da técnica podem ser citados vazios e impurezas, tamanho de grão, presença de forte textura na área analisada e gradiente de tensão. Para se alcançar uma maior precisão nas medições, o material deve possuir granulometria fina, comportamento linear elástico, ser homogêneo e isotrópico, pelo menos na região analisada. Além dessas características particulares da amostra, a confiabilidade dos resultados também é função da técnica e do equipamento utilizados, do preparo da amostra e da interpretação dos mesmos.

A avaliação da tensão residual por DRX foi discutida por LUO e JONES (2010) no trabalho intitulado “Determinação de alta precisão da tensão residual de revestimentos policristalinos” utilizando técnica de DRX - $\sin^2\psi$. Neste trabalho, os autores abordaram o fato de que são relatados na literatura alguns poucos resultados envolvendo a técnica de DRX na avaliação de tensão residual. Enfatizaram que a precisão da análise depende da minimização dos erros que derivam do próprio material como presença de forte textura, superfície irregular e granulometria grosseira, da

configuração do instrumento e do processamento de dados, como também da precisão exata da posição do pico.

2.6.5.3 AVALIAÇÕES DE TENSÕES RESIDUAIS

No trabalho de SOARES (1998) investigou-se a introdução de tensões compressivas na superfície de diferentes materiais pelo processo de jateamento de partículas, em diferentes condições, a fim de aumentar a resistência do material à fratura, à iniciação e ao crescimento de trinca. Os materiais em estudo consistiram em duas ligas de níquel Udimet 720 (CFC) e Waspaloy (CFC), uma liga de titânio IMI 834 (HC) e o aço Jethete (CCC). O processo de jateamento por partículas é um processo de trabalho a frio no qual a superfície do material é bombardeada por jatos de partículas esféricas que podem ser aço comum, aço inoxidável, vidro ou cerâmica. Neste processo ocorre deformação plástica na superfície do material e também a uma pequena profundidade abaixo da superfície, onde gera-se uma camada uniforme de tensão residual compressiva. As análises de tensão foram realizadas por difração de nêutrons de alta resolução. De acordo com os resultados obtidos (FIG 2.24) as tensões residuais apresentaram um perfil típico do processo de jateamento por partículas e todos os materiais apresentaram a mesma tendência. Observou-se a presença de tensão compressiva em uma pequena camada próxima à superfície, como também a presença de tensões trativas que se estenderam sobre uma maior região.

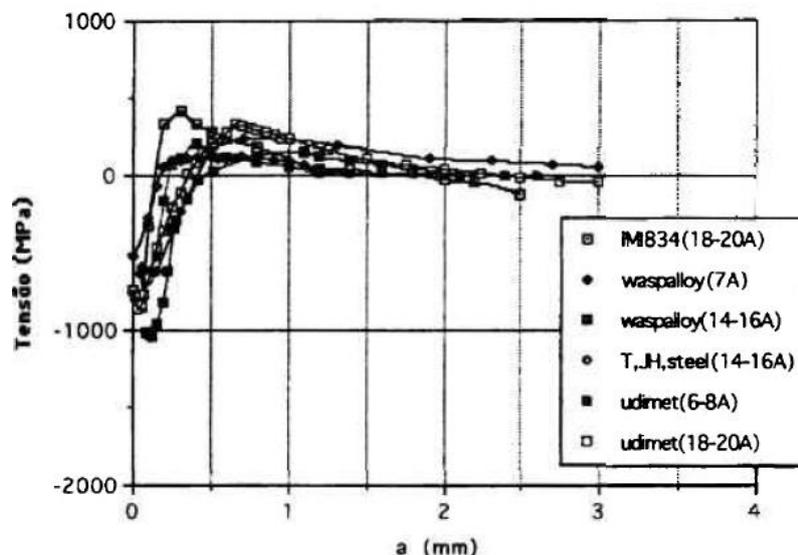


FIG 2.24: Perfil de tensões residuais para diferentes materiais e diferentes condições de jateamento por partículas (SOARES, M.C.B.V., 1998).

Foi notado, que a profundidade da camada sob tensão compressiva depende das condições de jateamento como também das propriedades do material. Logo, para um mesmo material quanto maior a intensidade de jateamento maior a profundidade da camada compressiva e maior a tensão compressiva na superfície devido a deformação plástica.

A ocorrência de tensão residual no processo de têmpera devido ao resfriamento diferencial e variação volumétrica por transformação de fase foi investigada por GUR (2002). Estas tensões foram estudadas através da técnica de DRX utilizando-se o método geometria *psi*. Foram analisados cilindros maciços de aço C60 (0,6%C, 0,25% Si, 0,75% Mn). Todas as amostras sofreram pré-aquecimento a 200°C, por 20 minutos, para evitar o risco de distorção e rachadura. Depois foram submetidas a banho de sal também a 200°C por 30 minutos para garantir a homogeneização térmica. Na sequência, foram aquecidas a 830°C, resfriadas bruscamente a 60°C em banho de sal e posteriormente submetidas ao processo de revenido a 200°C por 1,5 h. De acordo com os resultados experimentais, a amostra sem qualquer transformação de fase apresentou tensão de compressão em sua superfície devido à expansão térmica. Já na amostra que passou por têmpera e revenido observou-se uma tensão residual compressiva de menor magnitude. Enquanto a amostra que não passou pelo processo de revenido apresentou tensão residual de tração superficial. Estes resultados mostram que o gradiente térmico e a evolução microestrutural provocam alterações consideráveis no tipo e distribuição das tensões residuais determinando se estas serão benéficas ou maléficas para o material.

LINGAMANAIAK e CHEN (2011) estudaram a tensão residual na transformação martensítica em rodas ferroviárias após o material ser submetido à têmpera, com o objetivo de agregar propriedades mecânicas favoráveis à sua aplicação. No processo de têmpera são geradas tensões compressivas que aumentam o tempo de vida útil do material retardando o desenvolvimento de trinca, prevenindo falhas catastróficas. No entanto, altas tensões de compressão são obtidas quando o processo de têmpera é altamente eficiente. As rodas ferroviárias convencionais são confeccionadas de aços de médio e alto carbono com microestrutura perlítica-ferrítica, porém o desenvolvimento de aço baixo carbono bainítico-martensítico tem sido promissor para esta aplicação, pois possuem resistência, tenacidade e ductilidade superiores em comparação aos aços perlíticos convencionais. As amostras em estudo consistiram em cilindros de aço com comprimento de 0,01 m, raio externo de 5 mm e raio interno de 3,5 mm. Este material foi aquecido a uma taxa de 1°C/s até 920°C e manteve-se nesta temperatura por 10

minutos, em seguida sofreu resfriamento controlado ao ar até a temperatura ambiente. O resfriamento foi a diferentes taxas a fim de avaliar a influência desse efeito no desenvolvimento da tensão residual. A avaliação da tensão residual, mostrou que algumas amostras apresentaram forte tensão compressiva na superfície e de menor magnitude abaixo da superfície, enquanto outras além da tensão compressiva também apresentaram tensão de tração mais no interior. Os autores concluíram que o processo de desenvolvimento de tensão residual por têmpera é afetado pelo coeficiente de transferência de calor que não segue uma linearidade com a temperatura da superfície, devido às diferentes fases, como também sofre influência da duração da têmpera.

Segundo SOARES (1998) quando o aço é submetido ao processo de têmpera sua superfície transforma-se em martensita, com expansão de volume, enquanto que no seu interior permanece a estrutura ferrítica de menor volume. Devido a isto, surgem tensões residuais compressivas na superfície das peças temperadas, uma vez que a tentativa da superfície de expandir é impedida pelo núcleo no qual aparecem tensões residuais de tração.

VILLA e colaboradores (2012) investigaram a tensão residual da transformação martensítica parcial à baixa temperatura do aço AISI 52100. As amostras foram austenitizadas a 1323 K por 15 minutos, para dissolução dos carbonetos e depois temperadas em óleo por 3 minutos na temperatura de austêmpera de 413 K. As amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente e posteriormente sub-resfriadas. A transformação martensítica iniciou por volta de 60 K e prosseguiu até aproximadamente 140 K. As análises de DRX mostraram acúmulo de tensão residual de natureza compressiva na austenita durante a transformação sub-zero devido a diminuição volumétrica da austenita e expansão da fase martensita. A transformação martensítica a 60 K levou ao estado à tensão de compressão na austenita e após reaquecer a amostra até a temperatura ambiente o estado de compressão permaneceu no material e a magnitude dessa compressão remanescente demonstrou depender da direção cristalográfica.

MARTINS e colaboradores (2004) realizaram a análise de tensão residual em anéis usinados de aço ABNT 52100 (CFC) pelos métodos de Difração de raios-X e Micromagnético. Primeiramente foram realizadas medidas apenas na superfície do material como-recebido e em seguida este foi submetido ao polimento eletrolítico para a realização de medidas mais profundas. Ao todo foram realizadas 36 medidas com distâncias angulares constantes de 10°. Nas medidas superficiais (FIG 2.25) observou-se

um comportamento típico de distribuição de tensão residual em peças usinadas com um estado de tensão trativa. Este estado de tensão é devido ao aquecimento da peça durante o processo de usinagem e percebe-se que estas não apresentam grandes variações em profundidades se distribuindo mais superficialmente.

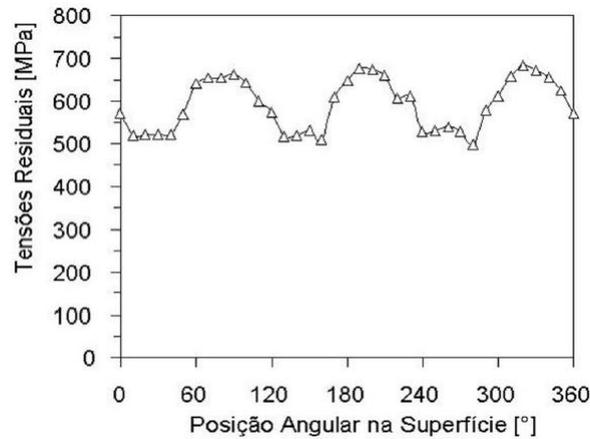


FIG 2.25: Análise de tensão residual por DRX na superfície da amostra de aço ABNT 52100 (CFC) sem remoção de camada (MARTINS, C.O.D., *et al.*, 2004).

Os resultados da análise após remoção de camada por polimento eletrolítico são apresentados na FIG 2.26. A amostra foi desbastada até uma profundidade de 300 μm e realizou-se as medições nas posições angulares de 160 e 210°. Nestas medições observou-se um comportamento de tensão compressiva devido à superposição das tensões residuais proveniente da deformação plástica localizada, causada pela remoção de material e pelo contato da ferramenta com a peça, e às tensões residuais pré-existentes na estrutura cristalina.

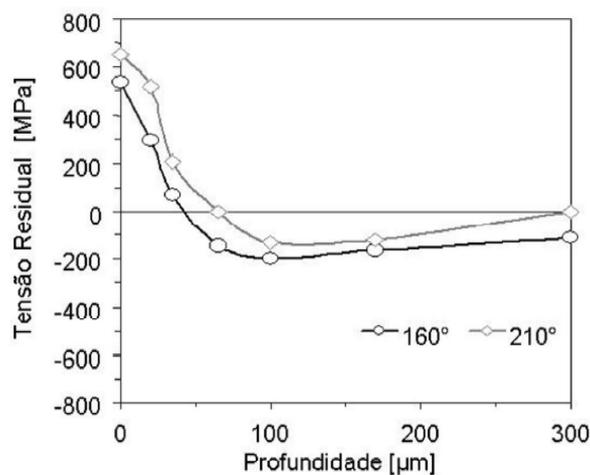


FIG 2.26: Análise de tensão residual por DRX em amostra de aço ABNT 52100 (CFC) após polimento eletrolítico (MARTINS, C.O.D., *et al.*, 2004).

De posse desses resultados foi concluído que o real perfil de tensão só pode ser determinado após uma remoção de camada superficial do material através de um método de remoção eficiente para que este não leve a resultados indesejados.

2.7 AÇO TRIP

KUZ'MIN (1986) estudou as tensões residuais provenientes da transformação martensítica em aços ferramenta. As amostras foram aquecidas entre 860-900°C e posteriormente submetidas à flexão elastoplástica em acessório especial em banho de óleo. Os resultados das análises de tensão mostraram que as tensões de tração aceleram a transformação martensítica devido às deformações elásticas que ocorrem durante o processo de transformação, enquanto que as tensões compressivas retardam a transformação de fase. O autor aborda o fato de que no estado transiente, onde as ligações atômicas da fase austenita se encontram enfraquecidas e novas ligações atômicas são formadas originando a nova fase, o sistema se encontra sob o estado de tensão externa e a transformação ocorre de maneira direcional em relação à direção de tensão. Para diminuir o estado de tensão tratativa realizou-se um resfriamento rápido em banho de água durante o processo de transformação. Assim, observou-se um estado de tensão compressiva na superfície do material.

FOURLARIS e GLADMAN (1997) analisaram a transformação martensítica de um aço austenítico metaestável 302 quando submetido ao processo de laminação a frio, em quatro distintas temperaturas (-35, -20, 0 e +20°C) para diferentes percentuais de deformação plástica. O objetivo desta transformação era a obtenção de um material com melhor propriedade mecânica, no sentido de obter maiores níveis de limite de escoamento para utilização na construção naval. Para acompanhar a evolução da transformação de fase, por deformação plástica, as amostras foram submetidas à avaliação quantitativa da fase martensita ferromagnética por ferritoscopia (TAB 2.2).

TAB 2.2: Percentagens da fase ferromagnética após laminação a frio (FOURLARIS e GLADMAN 1997).

| Temperatura de laminação a frio | Redução da laminação a frio (%) | Ferromagnetismo fase α' (%) |
|---------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| -35°C | 11,0 | 17,5 |
| | 16,5 | 24,5 |
| -20°C | 13,0 | 14,0 |
| | 16,0 | 24,2 |
| | 18,5 | 27,5 |
| 0°C | 14,0 | 14,0 |
| | 20,0 | 16,0 |
| +20°C | 17,0 | 4,1 |
| | 21,0 | 6,8 |
| | 25,0 | 13,5 |

De acordo com os resultados, avaliando-se as temperaturas extremas (-35° e +20°C) com deformações de 16,5% e 25%, respectivamente, foram obtidas quantidades significativas de martensita transformada (24,5% e 13,5%). Pode-se verificar que a maior fração volumétrica entre estas duas temperaturas foi a -35°C, logo este material terá maior limite de escoamento. Observando-se os percentuais volumétricos de martensita nas temperaturas de (-20 e -35°C) percebe-se que a menor temperatura já não tem tanta influência sobre a transformação devido ao fato da temperatura de início da martensita já ter sido alcançada a (-20°C). O que pode ser verificado pelas deformações de 16,5% a (-35°C) levando a 24,5% de martensita e 16% de deformação a (-20°C) resultando em 24,2% da fase transformada.

Os pesquisadores MÉSZÁROS e PROHÁSZKA (2005) avaliaram a influência de dois diferentes métodos de deformação plástica na evolução da transformação martensítica, esses métodos foram laminação e ensaio de tração, ambos à temperatura ambiente. O material em estudo consistiu em chapas de aço inoxidável austenítico AISI 304. Como o esperado, a quantidade de martensita aumentou conforme aumentou o nível de deformação plástica, o que foi verificado pela técnica de Barkhausen, baseada na medição do campo magnético da fase ferromagnética, conforme FIG 2.27. A fase ferromagnética foi detectada para deformações acima de 28% de deformação no processo de laminação e houve um aumento na dureza do material, de 160 a 413 HV, devido ao aumento do conteúdo de martensita na microestrutura cristalina. As amostras deformadas por tração apresentaram o perfil conforme a FIG 2.28. A transformação de fase evoluiu de acordo com o aumento da tensão aplicada chegando a um conteúdo de 48% de martensita. O aumento do conteúdo desta fase na região altamente deformada, pode ser explicado pela variação de volume, uma vez que o volume específico da

martensita é 2,83% maior do que o da austenita. Neste trabalho foi demonstrado que o processo de deformação pode influenciar na evolução da transformação de fase por deformação plástica, o que pode ser visto pela tendência das curvas nas FIGs 27 e 28.

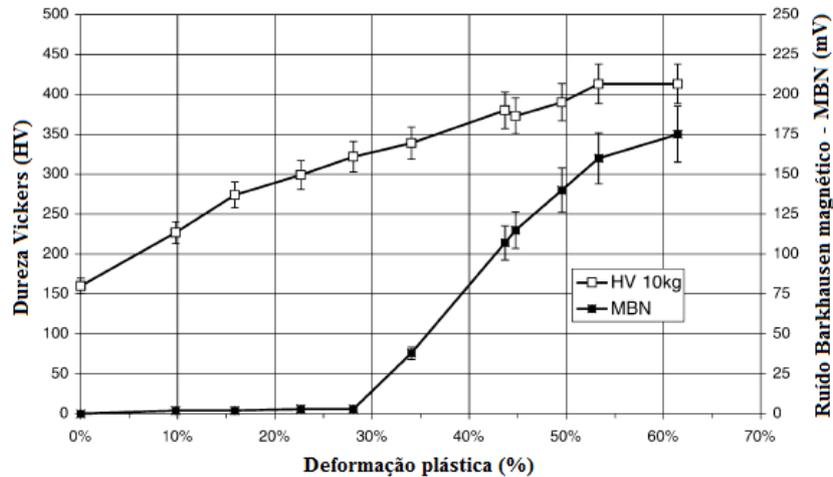


FIG 2.27: Efeitos da deformação por laminação na dureza do material e sobre o nível de ruído magnético (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005).

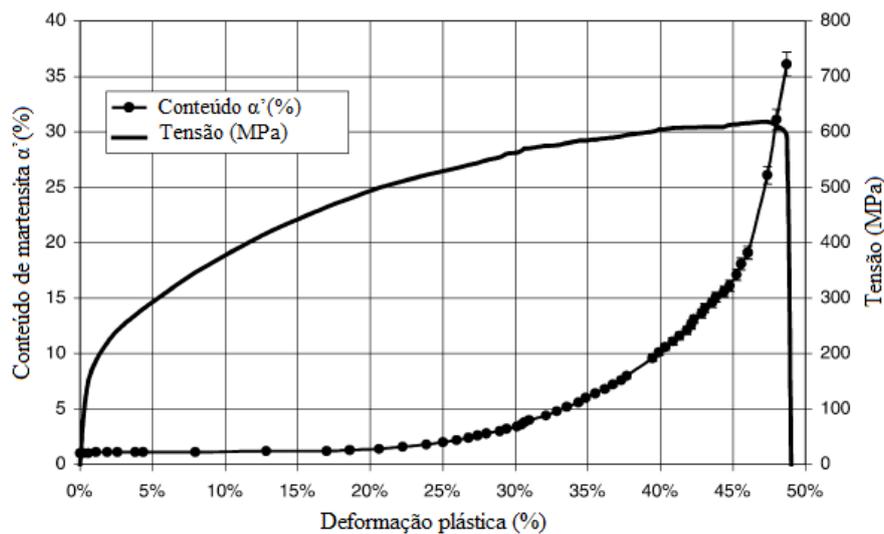


FIG 2.28: Conteúdo de martensita *versus* tensão aplicada em função da deformação plástica (MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZHA, J., 2005).

No estudo de POST e colaboradores (2008) sobre um modelo capaz de descrever a transformação martensítica em um aço austenítico metaestável, Sandvik Nanoflex, pode-se observar a influência das variáveis sobre a evolução da transformação de fase induzida por deformação plástica. Na FIG 2.29 pode-se observar que o conteúdo de martensita em função da deformação a diferentes temperaturas pode ter diferente comportamento, curvas experimentais *versus* modelo teórico. Isto porque, assim como a

temperatura outras variáveis como taxa e nível de deformação e composição química do aço podem influenciar diretamente no efeito TRIP.

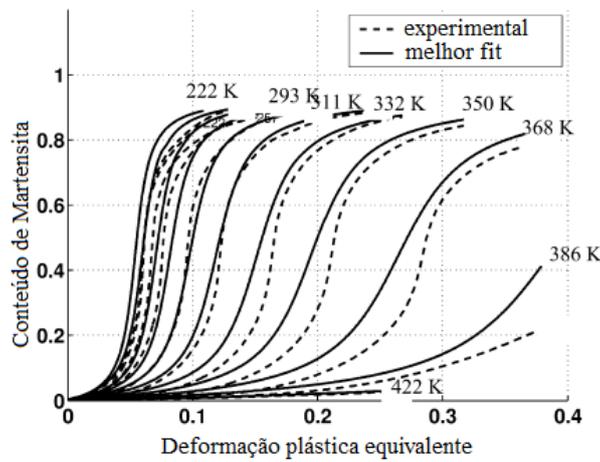


FIG 2.29: Diferentes curvas da evolução do conteúdo de martensita em função da deformação plástica a diferentes temperaturas (POST, J., *et al.*, 2008).

ARPAN *et al.* (2008) investigaram a influência de diferentes taxas de deformação plástica sobre a transformação martensítica no aço 304L a temperatura ambiente. De acordo com a composição química do material foi calculada a sua M_{d30} , que para este caso, foi de $2,756^{\circ}\text{C}$. Isso mostra que as temperaturas M_i e M_{d30} do aço 304L variam de acordo com sua composição química e por isso deve ser calculada em cada caso. Quanto aos ensaios de tração, estes foram realizados nas taxas de deformação de $1; 0,1; 0,01; 0,001$ e $0,0001 \text{ s}^{-1}$ conduzidos até a ruptura. Pode-se acompanhar a evolução destes ensaios através da FIG 2.30a. A variação volumétrica da martensita em função da deformação verdadeira é apresentada na FIG 2.30b.

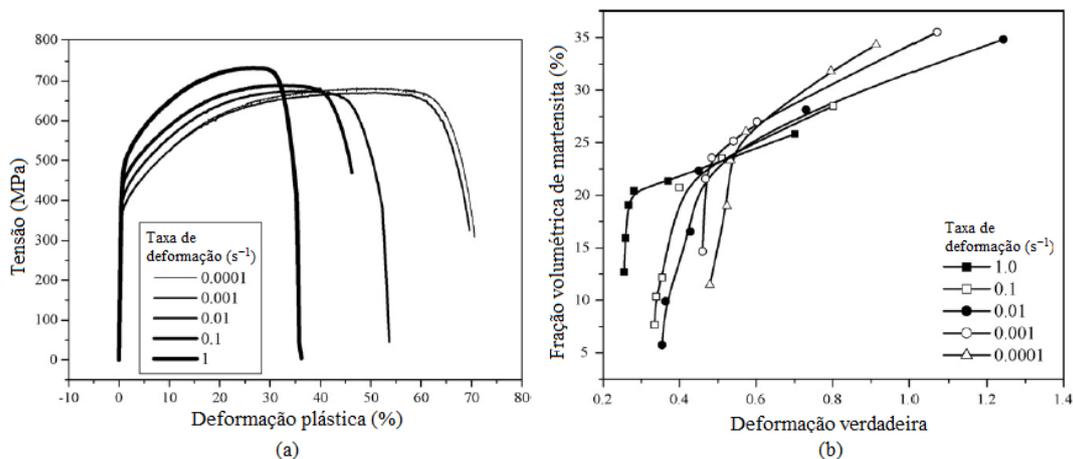


FIG 2.30: Ensaios de tração a diferentes taxas de deformação até a ruptura (a). Fração volumétrica de α' em função da deformação verdadeira (b) (ARPAN, *et al.*, 2008).

Como pode ser observado na FIG 2.30b, a transformação martensítica realizada a diferentes taxas de deformação ocorreu de forma semelhante e não seguiu uma relação de linearidade com a deformação verdadeira. Inicialmente em todas as taxas de deformação, para pequenas magnitudes de deformação plástica, percebe-se que as frações volumétricas de martensita são similares. Logo para maiores solicitações de deformação plástica o conteúdo de martensita foi maior nas menores taxas de deformação. Ao se comparar as curvas, observa-se que as maiores taxas de deformação levaram a uma menor transformação de fase, diminuindo o volume total de martensita. Isto é atribuído ao aumento da temperatura causado pelo acúmulo de deformação plástica, região de inflexão da curva, que acaba tornando lenta a transformação de fase neste local. Devido a este fenômeno, quando a taxa de deformação é aumentada a temperatura também aumenta, com o aumento da tensão e da deformação, e desta forma a transformação martensítica pode ser suprimida. Consequentemente, pode ser concluído que uma menor taxa de deformação leva a uma maior transformação de fase.

ARPAN e TARAFDER (2009) constataram que sob condições ambientes de carregamento, à temperatura ambiente e a diferentes taxas de carregamento, o aço inoxidável austenítico AISI 304LN pode apresentar fratura dúctil devido às relações mútuas entre as austenita-martensita, uma vez que os principais locais para a formação de espaços vazios são as interfaces matriz-produto formadas durante o ensaio de tração (FIG 2.31). A fim de constatar esse fenômeno, foram realizados ensaios à temperatura ambiente com as seguintes taxas de deformação $0,0001$; $0,001$; $0,01$; $0,1$ e $1,0 \text{ s}^{-1}$. Os resultados mostraram que altas taxas de carregamento são mais propícias a provocar fratura dúctil durante o ensaio de tração devido à transformação de fase.

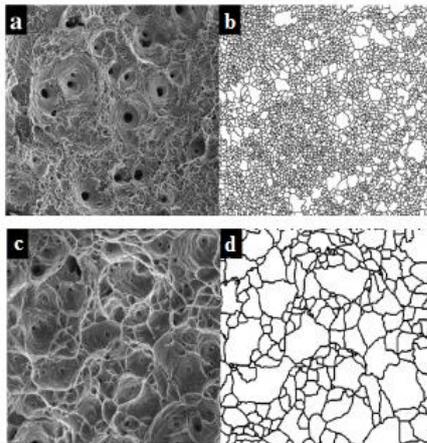


FIG 2.31: Micrografia de fratura dúctil por MEV de amostras com taxa de deformação de: (a) $0,0001 \text{ s}^{-1}$ e (c) $1,0 \text{ s}^{-1}$ e rede de microvazios (b) e (d) (ARPAN, *et al.*, 2009).

Efeitos da temperatura sobre a transformação de fase em aços austeníticos foram estudados por SITKO e colaboradores (2010, 2012). Os autores realizaram experimentos com os aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L à temperatura ambiente, a 0°C e a temperatura criogênica em nitrogênio e hélio líquido, sob aplicação de tensão de tração uniaxial. Estas temperaturas foram adotadas devido ao fato da transformação de fase em materiais metaestáveis ocorrer em uma ampla faixa de temperaturas. Os autores constataram que a transformação martensítica pode ser facilmente realizada a 77 K como também a 4,2 K (FIG 2.32).

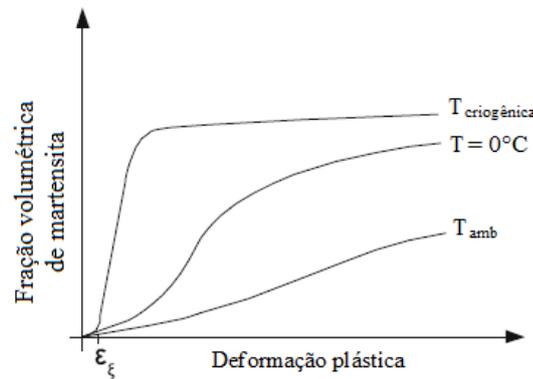


FIG 2.32: Fração volumétrica de α' em função da temperatura e deformação (SITKO, M., *et al.*, 2010).

As maiores frações volumétricas de martensita induzida por deformação ocorreram a temperaturas criogênicas, onde para um mesmo nível de deformação observou-se uma maior transformação de fase.

RYOO e colaboradores (2011) estudaram a influência do teor de Ni nas propriedades de tração e na transformação martensítica do aço inoxidável 304L utilizado em tanques de armazenamento de gás natural liquefeito. Este material deve resistir às condições abruptas de pressão. O material em estudo consistiu em lingotes laminados a quente e a frio com teor de Ni entre 8,3 e 12,0%. Os ensaios de tração ocorreram à temperatura ambiente (25°C) e temperaturas mais baixas. Conforme observado na FIG 2.33, o comportamento mecânico das amostras submetidas ao ensaio de tração à temperatura ambiente, aquelas com menores teores de Ni resultaram em uma melhor combinação resistência mecânica, ductilidade e tenacidade, curvas 1, 2 e 3. Quanto a fração volumétrica de martensita a amostra com um menor percentual de Ni 8,3% resultou em uma maior transformação de fase no ensaio de tração a temperatura ambiente (FIG 2.34).

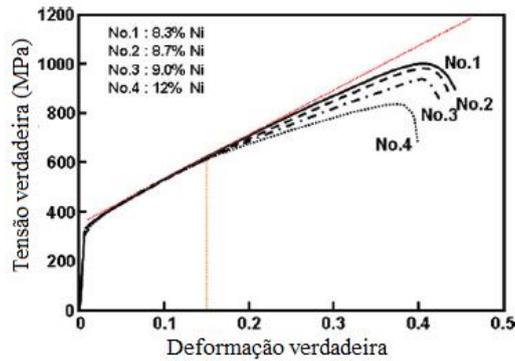


FIG 2.33: Efeito do conteúdo de Ni nas curvas tensão-deformação verdadeiras a T_{amb} (RYOO, Do Y., *et al.*, 2011).

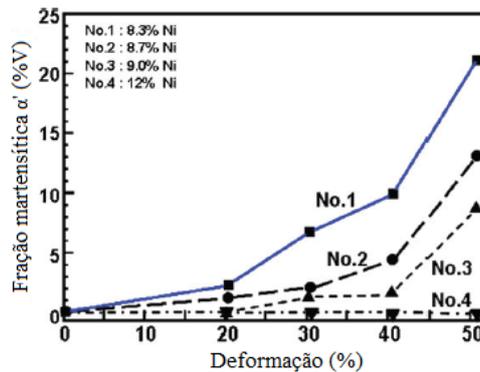


FIG 2.34: Fração volumétrica de α' induzida por deformação em função do teor de Ni e da deformação na T_{amb} (RYOO, Do Y., *et al.*, 2011).

Neste trabalho também foi observado que em função do teor de Ni a transformação de fase pode resultar em martensita α' (CCC) como também em martensita ϵ (HC - Hexagonal Compacta), o que pode ser verificado através das análises de DRX, conforme FIG 2.35. Observou-se que a amostra com menor teor de Ni (8,3%) resultou em picos de α' e ϵ , com um percentual volumétrico de 10,1% de α' , quantificado por ferritoscopia. Já a amostra com 12,0% de Ni apresentou após transformação apenas picos de martensita ϵ .

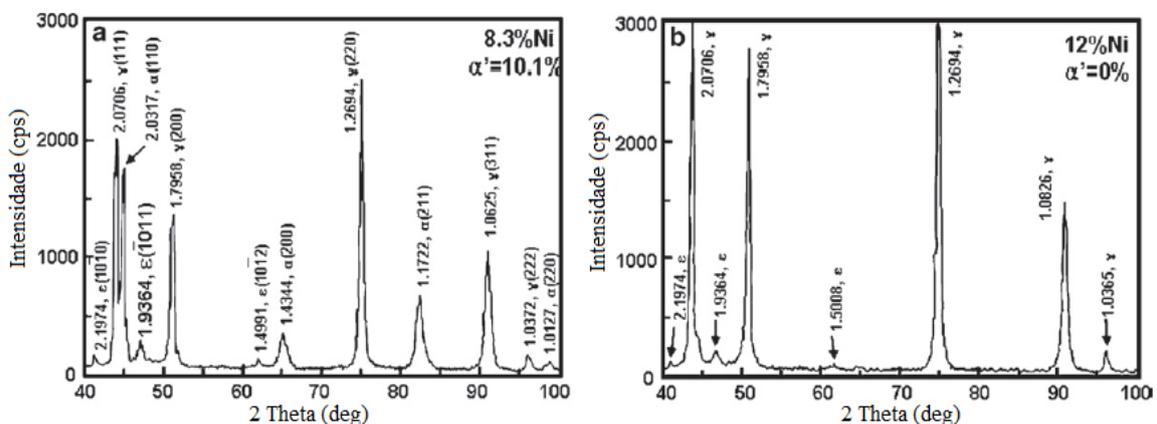


FIG 2.35: Difratogramas de amostras com 8,3 e 12,0% Ni após ensaio de tração a -60°C . (a) picos γ , α' e ϵ . Em (b) picos γ e ϵ (RYOO, Do Y., *et al.*, 2011).

A partir dos resultados obtidos foi concluído que com a diminuição do teor de Ni levou a um aumento da resistência à tração, do alongamento e do encruamento, comportamento este associado a um aumento na fração de martensita α' induzida por deformação plástica. Para todos os conteúdos de Ni entre 8,3 e 12,0% houve um aumento de resistência à tração.

VIEIRA (2011) ao estudar a microestrutura do aço inoxidável austenítico 304L submetido à transformação de fase, por efeito da deformação plástica a distintas taxas de deformação ($5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) sob tração uniaxial à temperatura ambiente, realizou ensaios de dureza Vickers a $\frac{1}{4}$ da espessura desse material após extração via corte abrasivo de precisão, seguido de embutimento por resina de cura a frio e preparação metalográfica via lixamento e polimento mecânico da seção transversal associada à direção de laminação. Os resultados apresentados na FIG 2.36 mostram que a dureza aumentou conforme evoluiu a transformação de fase por incremento nas cargas de parada nas diferentes taxas de deformação plástica. Os valores de dureza foram maiores para a taxa de deformação de ($5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) até a carga de parada 25%, apresentando uma inversão a partir da carga de parada de 50%. Neste ponto as amostras associadas à taxa de deformação de ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) passaram a assumir valores superiores de dureza devido a maior transformação de fase nesta taxa.

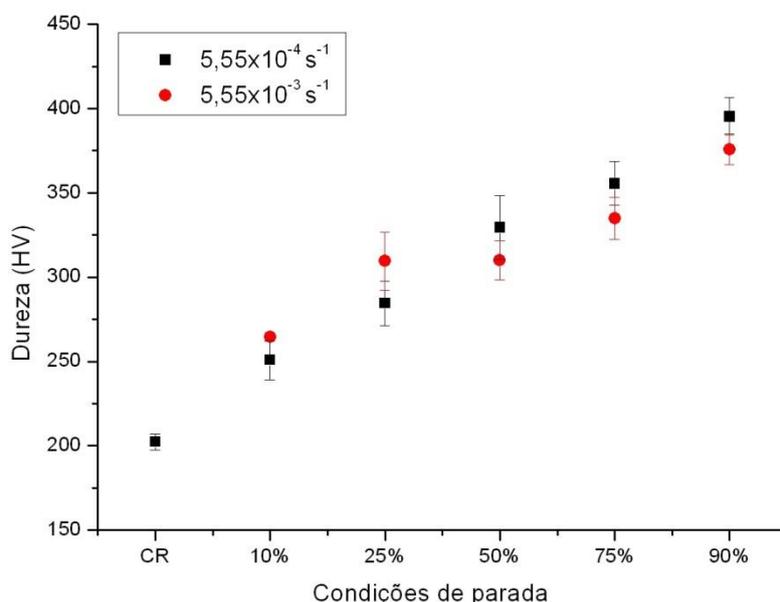


FIG 2.36: Evolução da dureza com base no incremento da carga de parada nos ensaios de tração associados às taxas de deformação plástica de $5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (VIEIRA, T.F., 2011).

A transformação austenita-martensita do aço inoxidável 304L à temperatura ambiente foi estudada por PAULA e colaboradores (2012) sob aplicação de tensão uniaxial, com duas diferentes taxas de deformação ($5,55 \times 10^{-4}$ e $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Foi utilizada uma máquina universal de ensaios (EMIC DL-1000) com célula de carga de 100 kN. A fim de avaliar a influência da taxa de deformação, na temperatura ambiente de 20°C , foram realizados ensaios de tração até a ruptura do material (FIG 2.37a). Os resultados mostraram que o teste realizado a $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ apresentou menor limite de escoamento e maiores tensão e deformação verdadeira em relação ao ensaio realizado com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Este comportamento pode ser atribuído à influência da taxa de deformação e/ou pequena diferença na fração inicial de martensita em cada amostra. A zona elástica e início da zona plástica destes ensaios é apresentada na FIG 2.37b para valores de tensão verdadeira de até 400 MPa.

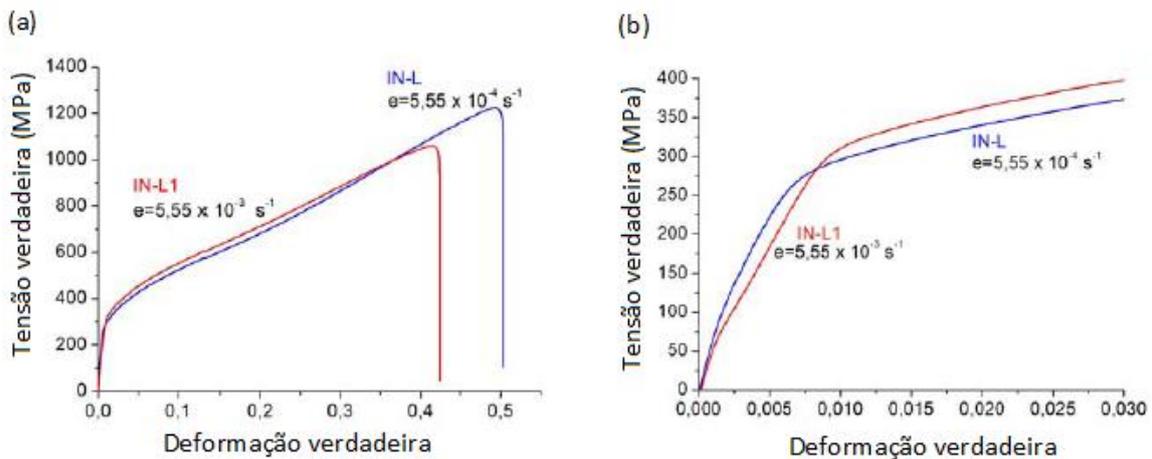


FIG 2.37: Relação tensão-verdadeira deformação-verdadeira em função de duas diferentes taxas de deformação. (a) Ensaio até a ruptura; (b) Zona elástica e início da zona de deformação plástica (PAULA, A.S., *et al.*, 2012).

Análises da Difração de Raios-X foram realizadas após ensaios de tração à temperatura ambiente. Realizaram-se medições da amostra como-recebida (AR) e após cada condição de parada, deformação a diferentes percentuais 10, 25, 50, 75 e 90% em relação ao intervalo entre os valores do limite de escoamento e de resistência a tração, isto com o objetivo de acompanhar a evolução da transformação de fase (FIG 2.38).

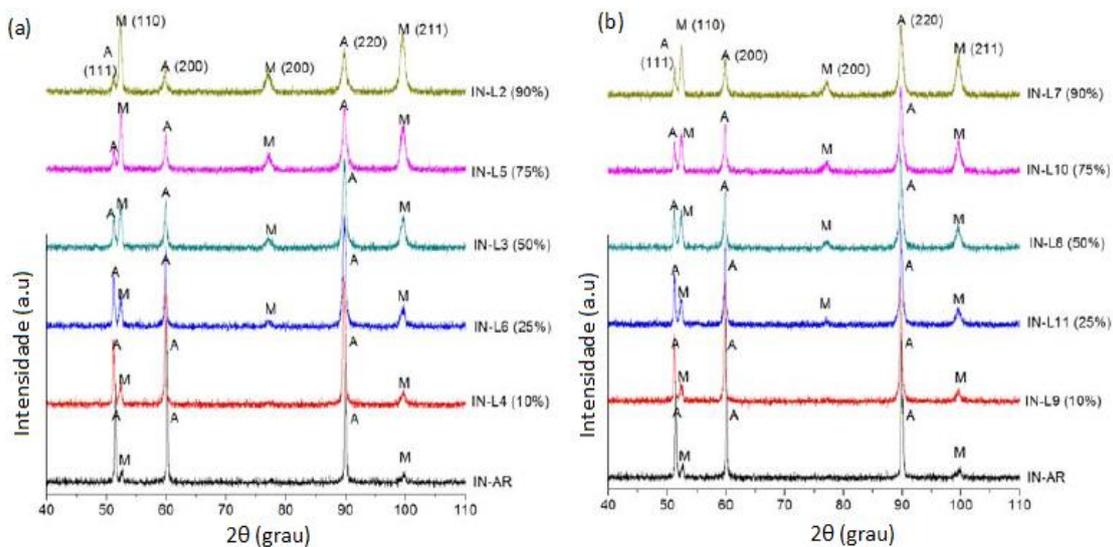


FIG 2.38: Difratomogramas das amostras após ensaio de tração, sob distintas taxas de deformação: (a) $5,55 \times 10^{-4}$ e (b) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. (A= γ e M= α') (PAULA, A.S., *et al.*, 2012).

Observa-se que os picos de difração da fase austenítica (γ) (A - (111), (200) e (220)) da amostra (AR) mostram predominância de intensidade quando comparados com os picos de difração da fase martensítica (α') (M - (110) e (211)). Nota-se que, com o aumento do percentual de deformação após 25%, ocorreu uma diminuição de intensidade dos picos austeníticos (A - (111), (200) e (220)) e aumento na intensidade dos picos martensíticos (M - (110), (200) e (211)). No entanto, houve uma melhor evolução do processo de transformação com o aumento da deformação e diminuição da taxa de deformação ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), FIG 2.38a. O processo de transformação foi acompanhado durante o ensaio de tração em conjunto com a sonda portátil de um ferritoscópio, para cada condição de ensaio, a fim de quantificar a fração transformada. Os resultados da evolução de transformação de fase estão apresentados na TAB 2.3.

TAB 2.3: Medição da fração martensítica para cada condição de ensaio (PAULA, A.S., *et al.*, 2012).

| Amostra – Condição de parada ou Carga (N) | Fração vol. de martensita (%) | | Taxa de deformação (s^{-1}) |
|---|-------------------------------|-------|--|
| | Inicial | Final | |
| IN-L4 - 5600 (10%) | 0,58 | 0,90 | $5,55 \times 10^{-4}$ |
| IN-L6 - 6450 (25%) | 0,45 | 1,76 | |
| IN-L3 - 7300 (50%) | 0,48 | 6,85 | |
| IN-L5 - 8150 (75%) | 0,53 | 7,72 | |
| IN-L2 - 9000 (90%) | 0,61 | 11,94 | |
| IN-L9 - 5980 (10%) | 0,46 | 0,84 | $5,55 \times 10^{-3}$ |
| IN-L11 - 6630 (25%) | 0,52 | 1,60 | |
| IN-L8 - 7250 (50%) | 0,42 | 3,22 | |
| IN-L10 - 7880 (75%) | 0,56 | 7,72 | |
| IN-L7 - 8500 (90%) | 0,50 | 11,94 | |

Como comprovado, a fração volumétrica de martensita foi maior, na menor taxa de deformação ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), de acordo com o aumento da deformação em função das cargas de parada (10, 25, 50, 75 e 90%) calculadas a partir da diferença em percentual entre o limite de escoamento e de resistência à tração do material.

As propriedades mecânicas decorrentes desta transformação foram avaliadas conforme resultados apresentados na TAB 2.4. A amostra deformada a uma menor taxa de deformação ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) apresentou menor limite de escoamento (284 MPa) e maiores limite de resistência à tração (1225 MPa) e deformação total (50,3%) em relação à amostra deformada a taxa de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, ensaio realizado até a ruptura do material (FIG 2.37a).

TAB 2.4: Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tração à T_{amb} até a ruptura (PAULA, A.S., *et al.*, 2012).

| Amostra, Taxa de Deformação | Limite de escoamento (MPa) | Limite de resistência à tração (MPa) | Deformação total (%) |
|--|----------------------------|--------------------------------------|----------------------|
| IN-L $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 284 | 1225 | 50,3 |
| IN-L1 $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 324 | 1058 | 42,4 |

O comportamento mecânico foi avaliado através da tensão verdadeira *versus* curva de tempo associada à formação de martensita formada nas taxas de deformação de $5,55 \times 10^{-4}$ e $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. A amostra deformada com taxa de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ induziu à formação de uma menor fração de martensita (FIG 2.39).

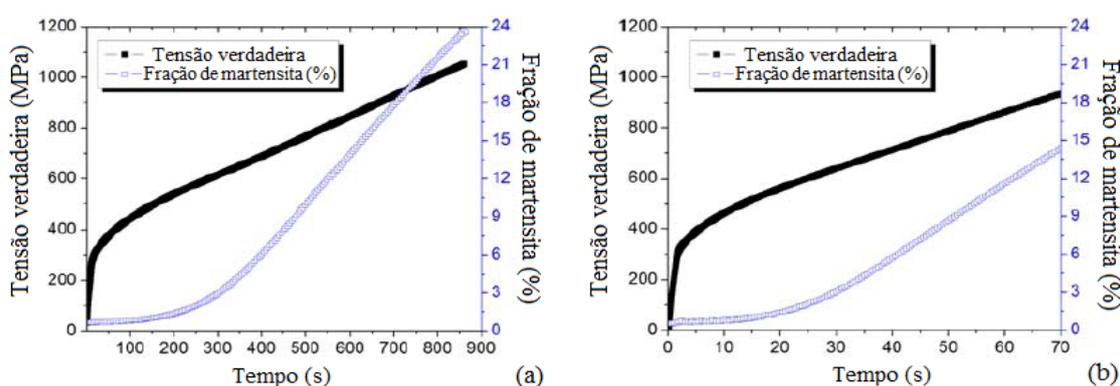


FIG 2.39: Avaliação das propriedades mecânicas em relação ao teor de α' . (a) 23,57% α' ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), (b) 11,94% α' ($5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) (PAULA, A.S., *et al.*, 2012).

A avaliação de tensão residual por transformação de fase em aço inoxidável de baixo carbono 301LN foi realizada por BERRAHMOUNE e colaboradores (2006) em um estudo sobre o retardamento de trincas em aço inoxidável austenítico. Dentre os

fatores que podem provocar trincas no material está a transformação martensítica devido à presença de tensões residuais. As tensões residuais foram avaliadas através da técnica de DRX utilizando-se o método geometria *psi* após a amostra, 100% austenítica, ser submetida à estampagem profunda à temperatura ambiente e a 85°C, processo que provoca transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$). A partir dos resultados, concluiu-se que a fase martensítica contendo proporções substanciais de elementos intersticiais como C e N resulta em elevadas densidade de discordância e dureza. Assim, em comparação com a fase austenítica, a fase martensítica é considerada mais propensa a provocar maior tensão residual. Devido a isto, o estado de tensão residual depende muito da fração de martensita presente.

OLIVEIRA e colaboradores (2013) avaliaram a fração volumétrica de martensita em um aço inoxidável austenítico 304L recebido nas condições de laminação a quente e a frio e recozimento. Neste estudo analisou-se a superfície da chapa como-recebida e procedeu-se ao desbaste via lixamento mecânico para confecção de amostras a 1/4 e 1/2 da espessura do material. Em seguida, foram realizadas análises de DRX e Ferritoscopia como também ensaios de dureza Vickers. Estas análises mostraram que houve uma redução no percentual volumétrico de martensita, como também diminuição dos valores de dureza Vickers. A partir dos resultados referentes ao decréscimo da dureza do material partindo da superfície ao centro da espessura (FIG 2.40) pode-se concluir que este fenômeno estava atrelado a efeitos de uma leve segregação de soluto no centro da espessura devido à evolução do processo de solidificação das placas que dão origem às chapas laminadas.

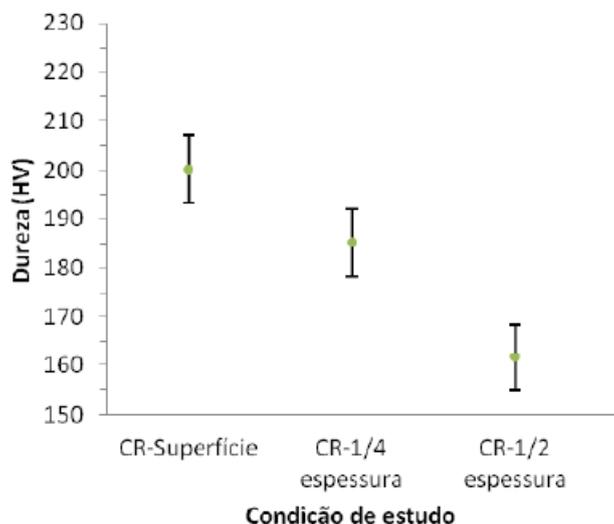


FIG 2.40: Evolução da dureza a partir da superfície da chapa e de camadas internas (OLIVEIRA, *et al.*, 2013).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

O material em estudo consistiu em uma chapa de aço inoxidável austenítico 304L fornecida pela empresa Aperam South America. De acordo com dados do fornecedor, este material foi submetido à laminação a quente e a frio resultando em 2,85 mm e 1,0 mm de espessura, respectivamente, e posteriormente sofreu recozimento em caixa a 1060°C. Sua composição química encontra-se apresentada na TAB 3.1. Este aço de acordo com sua composição química possui as temperaturas M_i e M_{d30} iguais a 4,11 e 61,72°C, respectivamente, calculadas a partir das EQs. (3.1 e 3.2) determinadas por CINA (1954) e ANGEL (1954).

$$M_i (\text{°C}) = 1350 - 1665(\%C + \%N) - 28(\%Si) - 33(\%Mn) - 42(\%Cr) - 61(\%Ni) \quad (3.1)$$

$$M_{d30} (\text{°C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) - 8.1(\%Mn) - 13.7(\%Cr) - 9.5(\%Ni) - 18.5(\%Mo) \quad (3.2)$$

TAB 3.1: Composição química do material em estudo.

| Elemento (% em peso) | | | | | | | | |
|----------------------|--------|--------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|
| C | Mn | Si | P | S | Cr | Ni | Mo | Al |
| 0,018 | 1,2693 | 0,4786 | 0,0303 | 0,0015 | 18,3639 | 8,0221 | 0,0261 | 0,0032 |
| Cu | Co | V | Nb | Pb | B | Ti | Sn | W |
| 0,0428 | 0,1015 | 0,0418 | 0,0071 | 0,001 | 0,006 | 0,0018 | 0,0044 | 0,0146 |

3.2 MÉTODOS

3.2.1 ENSAIO DE TRAÇÃO

Este trabalho está inserido no contexto do projeto sobre “*Evolução Estrutural de Aço Inoxidável 304L com Efeito TRIP*” conduzido sob a coordenação do Professor Luciano Pessanha Moreira e com a colaboração da Professora Andersan dos Santos Paula, na Universidade Federal Fluminense - UFF. Para este estudo “*Análise da Transformação Martensítica e Tensão Residual em um aço Inoxidável 304L*” as

amostras do primeiro grupo de ensaio de tração foram fornecidas pela Universidade Federal Fluminense já tracionadas e embutidas em resina de cura a frio e aquelas referentes ao segundo grupo de amostras de ensaio de tração foram tracionadas no IME.

Os ensaios de tração uniaxial do primeiro grupo de amostras IN-L2 a IN-L11 disponibilizadas para este trabalho foram realizados no laboratório de ensaios mecânicos do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA). As amostras foram deformadas em duas diferentes taxas de deformação plástica ($5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) associadas às velocidades de deformação de 30 mm/min e 3 mm/min, respectivamente, à temperatura ambiente de 20°C. As deformações plásticas foram associadas aos intervalos percentuais de carga de parada entre os valores do limite de escoamento e de resistência à tração (10, 25, 50, 75 e 90%). Os ensaios foram realizados com máquina universal de ensaio de tração (EMIC DL-1000) com célula de carga de 100 kN. Primeiramente foram realizados ensaios até a ruptura do material (FIG 2.37a) com o intuito de poder associar os valores de carga, entre o Limite de Escoamento - LE e de Limite de Resistência - LR (TAB 2.4) para interrupção dos posteriores ensaios de tração. Logo foi estabelecido que as condições de parada seriam 10%, 25%, 50%, 75% e 90% associadas a uma faixa entre o LE e o LR. O cálculo da carga de parada (TAB 3.2) para os ensaios interrompidos em cada uma das amostra foi procedido de acordo com a EQ. (3.3) (VIEIRA, T.F., 2011).

TAB 3.2: Condições dos ensaios de tração no presente estudo (VIEIRA, T.F., 2011).

| CP (código) | Condição de parada ou Carga (N) | Velocidade (mm/min) | Taxa de deformação (s^{-1}) |
|-------------|---------------------------------|---------------------|--|
| IN-L2 | 9000 (90%) | 3 | $5,55 \times 10^{-4}$ |
| IN-L3 | 7300 (50%) | | |
| IN-L4 | 5600 (10%) | | |
| IN-L5 | 8150 (75%) | | |
| IN-L6 | 6450 (25%) | | |
| IN-L7 | 8500 (90%) | 30 | $5,55 \times 10^{-3}$ |
| IN-L8 | 7250 (50%) | | |
| IN-L9 | 5980 (10%) | | |
| IN-L10 | 7880 (75%) | | |
| IN-L11 | 6630 (25%) | | |

$$\text{Carga de Parada (X\%)} = \text{LE} + ((\text{LR} - \text{LE}) \cdot \text{X}) \quad (3.3)$$

Onde:

X = valor percentual, em decimal, entre as cargas LE e LR (0,10; 0,25; 0,50; 0,75 e 0,90);

LE = limite de escoamento;

LR = limite de resistência.

Devido à necessidade de verificar se a preparação metalográfica das amostras poderia ter influenciado nos resultados obtidos por DRX na quantificação de fase e tensão residual, foram selecionadas duas condições de parada 70 e 95%, conforme metodologia descrita anteriormente, associadas a uma taxa de deformação plástica $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ e com velocidade de 30 mm/min. Assim duas novas amostras INL-12 e INL-13 foram submetidas ao ensaio de tração uniaxial a temperatura ambiente de 22 °C. O procedimento foi realizado no laboratório de Ensaios Mecânicos do IME utilizando máquina de tração (EMIC DL-10.000) com célula de carga de 100 kN. A taxa de deformação plástica diferiu das taxas do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração porque optou-se por manter a mesma velocidade de deformação e os corpos de prova possuíam comprimento útil diferente. Ou seja, o comprimento útil dos corpos de prova referentes ao primeiro grupo de amostras de ensaio de tração foi de 90 mm e do segundo grupo de amostras 50 mm de comprimento.

3.2.2 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

A chapa de dimensões (500 mm x 450 mm x 1 mm - direção transversal (DT) x direção de laminação (DL) x espessura) foi seccionada para confecção dos corpos-de-prova para o ensaio de tração. Os corpos-de-prova foram associados a direção de laminação (DL) e confeccionados pelo processo de usinagem. Tanto o corte por guilhotina como o processo de usinagem foram realizados na Oficina Mecânica do Centro de Pesquisa da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) (VIEIRA, T.F., 2011).

Após o ensaio de tração os corpos-de-prova foram cortados, junto ao raio de curvatura, índice 1 na FIG 3.1, com auxílio de uma máquina de corte DISCOTOM utilizando-se disco abrasivo de carbeto de silício. Este procedimento foi realizado no laboratório de Metalografia da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR) da UFF. O corte final para confecção das amostras, retiradas da

seção 2, FIG 3.1 - índice 2, para as análises de DRX - Ferritoscopia e dureza Vickers foi realizado utilizando-se a máquina de corte de precisão (BUEHLER - ISOMET) com disco diamantado, instalada no laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR/UFF. Após o seccionamento das amostras as mesmas foram embutidas em resina de cura a frio para se evitar qualquer alteração na microestrutura do material (VIEIRA, T.F., 2011).

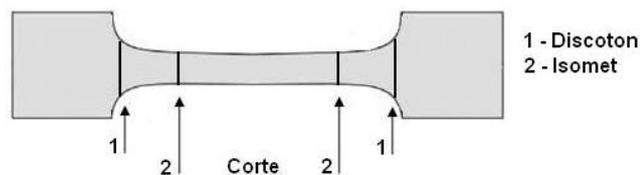


FIG 3.1 - Representação esquemática de cortes dos corpos de tração.
(VIEIRA, T.F., 2011)

As duas novas amostras do segundo grupo de ensaio de tração IN-L12 e IN-L13 foram cortadas seguindo o procedimento descrito anteriormente no laboratório de metalografia do IME.

As amostras com espessura de aproximadamente 1 mm, a valores inferiores em função da quantidade de deformação a que foram submetidas, embutidas em resina acrílica foram preparadas metalograficamente via lixamento e polimento mecânico para a realização das análises desejadas. Primeiramente, foram lixadas com lixas de carbetto de silício de 1200 e 2000 mesh e posteriormente polidas com pasta de diamante ou diamante em suspensão, conforme a disponibilidade no laboratório. A sequência de abrasivos de diamante utilizado no polimento foi a seguinte em granulometria de 6, 3, 1 e 0,25 μm utilizando-se panos de polimento com compatível granulometria às suspensões e/ou pastas utilizadas. Os polimentos foram realizados com velocidade controlada de 10 rpm em politriz semi-automática (BUEHLER Ecomet-6), com o objetivo de remover a camada encruada e transformada durante o lixamento, mas aplicando o mínimo de força possível a fim de evitar a transformação martensítica durante esta etapa de preparação das amostras. A lubrificação/refrigeração durante o polimento foi realizada com álcool etílico hidratado e a eliminação dos riscos deixados pelo lixamento foi acompanhada por observações através do microscópio ótico OLYMPUS-PME3. Todos os procedimentos de preparo metalográfico foram realizados no laboratório de metalografia do IME.

3.2.3 QUANTIFICAÇÃO DE FASE POR FERRITOSCOPIA

A quantificação de fase por ferritoscopia foi realizada utilizando-se o ferritoscópio FISCHER - FMP30 de sonda manual com faixa de medição de 0,1 a 80% da fase ferromagnética, sob a tutela do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM) da UFF em Volta Redonda. As amostras do primeiro grupo de ensaios de tração foram lixadas e polidas mecanicamente (conforme descrito em 3.2.2) e as amostras do segundo grupo de ensaios de tração foram analisadas por ferritoscopia no estado de como-recebida, sem nenhuma preparação metalográfica, e após polimento mecânico. Para proceder à quantificação de fase, primeiramente realizou-se o processo de calibração do aparelho utilizando-se amostras padrão de ferrita, conforme FIG 2.7. Em seguida, o aparelho foi programado a realizar cinco medições em cada uma das regiões pontuais demarcadas no material. Para proceder às medições, posicionou-se a sonda sobre a amostra e realizou-se cinco medidas em cada um dos seis pontos distintos da seção plana de cada uma das amostras totalizando um total de 30 medições. O método exige que sejam realizadas no mínimo cinco medições equidistantes, conforme representação esquemática na FIG 3.2. Escolheu-se realizar cinco medidas em cada ponto das amostras devido às dimensões das amostras. Apesar das amostras do primeiro grupo de ensaios de tração possuírem dimensões de aproximadamente 20 mm tanto de largura quanto de comprimento, pois encontravam-se embutidas duas seções lado a lado de 20 mm (DL) e 10 mm aproximadamente (DT), as amostras do segundo grupo de ensaio de tração possuíam largura de 5 mm (DT) e comprimento de 15 mm (DL). O resultado final da quantificação da fase martensita foi obtido realizando-se a média aritmética de um total de 30 medidas, 5 por ponto em 6 pontos distintos de cada amostra, e calculou-se o desvio padrão das medidas por amostra.



FIG 3.2: Representação esquemática da quantificação de fase por ferritoscopia.

3.2.4 QUANTIFICAÇÃO DE FASE POR DRX

As amostras do primeiro grupo de ensaios de tração submetidas à análise por DRX foram lixadas e polidas mecanicamente e as amostras do segundo grupo de ensaios de tração foram analisadas no estado de como-recebida sem nenhuma preparação metalográfica e após polimento mecânico.

Foram realizadas análises de Difração de Raios-X utilizando-se o difratômetro de Raios-X, modelo X'PERT PRO MPD da PANalytical, com o software Data Colector – Absolute Scan. Utilizou-se a configuração foco linha para a obtenção de difratogramas com boas intensidades. Os parâmetros de medida foram ângulos iniciais e finais de 40 e 105°, respectivamente, para o ângulo de 2θ , desacoplado de $\theta/2\theta$, passo de 0,05° e tempo por passo de 50 s, tempo de análise de 8 minutos e 52 segundos com uso do detector X'Celerator. Após a identificação dos picos, através da análise qualitativa por Rietveld, utilizando-se as fichas ICDD (00-047-1405 para a fase γ e 00-034-0396 para α') e analisou-se os picos de difração associados aos planos austeníticos ((111), (200), (220) e (311)) e martensíticos ((110), (200) e (211)).

Na configuração adotada, a ótica incidente consistiu em máscara 10 mm, *sollerslit* 0,04 rad, divergente *slit* 0,5° e 1°, tubo de cobre ($\text{Cu K}\alpha = 1,540\text{Å}$), filtro de níquel, voltagem e corrente de 40 kV e 40 mA, respectivamente; ótica divergente, fenda anti-dispersão 4,6°, monocromador e detector X'Celerator (FIG3.3). Durante a medição, a amostra permaneceu no modo estático. A área da amostra analisada para esta configuração foi de 2 mm².

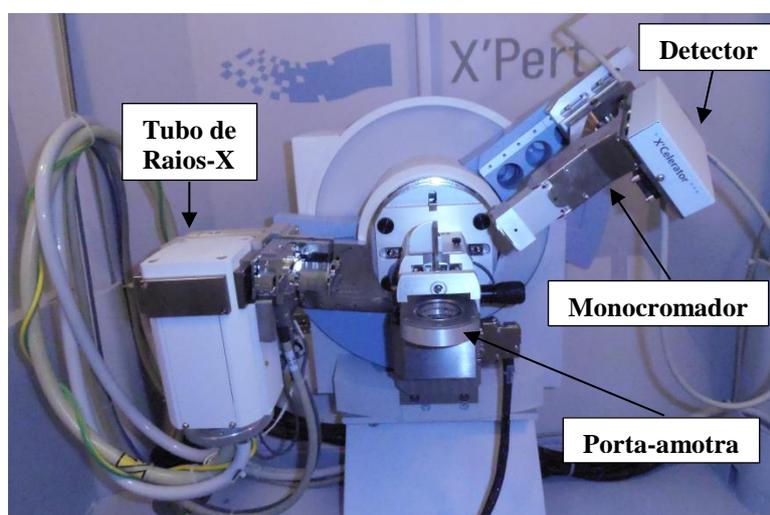


FIG 3.3: Configuração utilizada para quantificação de fase por DRX.

Após a obtenção dos difratogramas por DRX realizou-se o processo de refinamento por Rietveld para a quantificação da fase transformada utilizando-se o software TOPAS versão acadêmica 4.1 desenvolvido pela Bruker (FIG 3.4).

As fichas utilizadas no refinamento com extensão CIF como seguem abaixo, foram encontradas no Portal da Pesquisa com acesso através do CBPF (Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas). O acesso só é possível através de uma instituição cadastrada:

- Austenita – ficha 513014: sistema cristalino cúbico, grupo espacial Fm3m, parâmetro de rede 3,60 Å e volume celular de 46,66 Å³.
- Martensita – ficha 519178: sistema cristalino cúbico, grupo espacial Im3m, parâmetro de rede 2,86 Å e volume celular de 23,55 Å³.

Antes de iniciar o refinamento no TOPAS adotou-se o procedimento abaixo:

- Radiação utilizada na obtenção do difratograma: radiação de Cu com cinco níveis de emissão (CuK α 5), quanto mais níveis melhor;
- Background: o nível de correção dependerá do material em estudo;
- Características do instrumento:
 - raio primário 240 mm, distância entre a fonte de raios-X e a amostra.
 - raio secundário 240 mm, distância entre a amostra e o detector.
 - fenda posicionada no detector com 0,3 mm de abertura (*Receiving Slit Width*).
 - primeira fenda posicionada na fonte de raios-X 0,5° (FDS – *First Divergente Slit*).
 - LP Fator (Fator de polarização de Lorentz): 26,36° é o ângulo gerado pelo monocromador de grafite.

Parâmetros refinados na quantificação de fase:

- Parâmetro de rede;
- Escala;
- Tamanho de grão (fator que leva em conta os fatores de Lorentz);
- Orientação preferencial;
- Background;

- Zero erro (acerto da linha de base);
- Deformação na rede (*Strain L*).

As análises de DRX, assim como o refinamento por Rietveld foram realizadas no laboratório de Difração de Raios-X do CBPF (Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas).

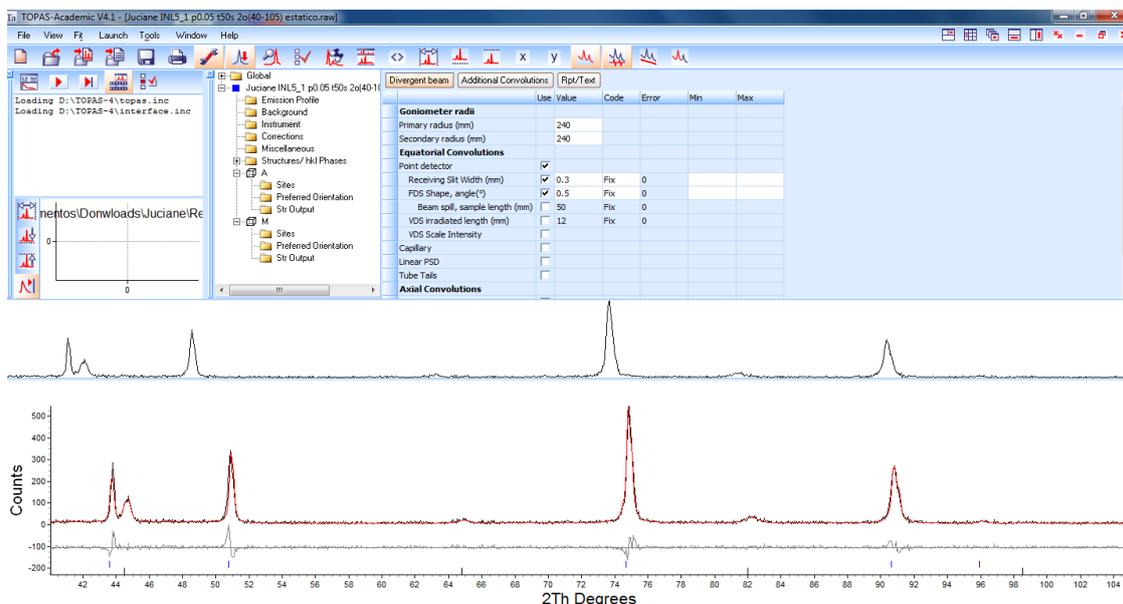


FIG 3.4: Refinamento por Rietveld - TOPAS versão acadêmica.

Após a realização do refinamento deve-se observar os indicadores gráficos e estatísticos, conforme mencionados na seção 2.5.2.1. O valor do GOF, qualidade de ajuste, para o TOPAS deve ficar entre 1 e 1,7.

A partir dos resultados de quantificação de fase por Rietveld com conteúdo de martensita em fração mássica, recorreu-se à conversão de unidades para fração volumétrica para que assim se tornasse possível uma melhor comparação entre os resultados obtidos por DRX e Ferritoscopia. Para a realização desta conversão utilizou-se os valores volumétricos das fases austenita e martensita encontrados nas fichas cristalográficas utilizadas no refinamento. De posse do volume, calculou-se a densidade estrutura cristalina, dada pela EQ. (3.4). Substituindo-se os valores na EQ. (3.5), foi encontrada a fração volumétrica para cada uma das amostras que sofreram transformação martensítica.

$$\rho = \frac{n \cdot A}{V_C \cdot N_A} \quad (3.4)$$

Onde:

ρ = densidade verdadeira de um sólido metálico;

n = número de átomos da célula unitária;

A = peso atômico;

V_c = volume da célula unitária;

N_A = Número de Avogrado

$$\%V_{\alpha} = \frac{\frac{W_{\alpha}}{\rho_{\alpha}}}{\frac{W_{\alpha}}{\rho_{\alpha}} + \frac{W_{\gamma}}{\rho_{\gamma}}} \times 100 \quad (3.5)$$

Onde:

V_α = fração volumétrica de martensita;

W_α = fração mássica de martensita;

ρ_α = densidade da martensita;

W_γ = fração mássica da austenita;

ρ_γ = densidade da austenita.

3.2.5 QUANTIFICAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Como anteriormente citado para as análises de quantificação de fases por DRX e ferritoscopia, as amostras do primeiro grupo de ensaios de tração submetidas à quantificação de fases por DRX foram lixadas e polidas mecanicamente e as amostras do segundo grupo de ensaios de tração foram analisadas no estado de como-recebida sem nenhuma preparação metalográfica e após polimento mecânico.

Para o estudo da tensão residual, primeiramente obteve-se o difratograma do material realizando-se uma rápida análise por Difração de Raios-X para se identificar o pico de maior 2θ para cada uma das fases, pois para o estudo de tensão residual escolhem-se os picos com maior 2θ devido a uma maior precisão para a determinação do estado de tensão na rede cristalina. Devido ao fato do material em estudo possuir duas fases foram escolhidos os ângulos de 2θ de 89,578° para austenita e 99,689° para martensita. Estes ângulos foram analisados em todas as amostras para todas as condições, como-recebida e após preparação metalográfica. Em seguida, as medidas de difração de raios-X para o estudo da tensão residual foram realizadas utilizando-se o software X'Pert Data Colector - Stress Measurement. Na configuração utilizada a ótica

incidente consistiu em foco ponto, tubo de cobalto, filtro de ferro, colimador policapilar (*x raylenses*) para otimizar o paralelismo dos feixes; ótica divergente colimador de placas paralelas, cuja função é garantir com que o feixe de Raio-X chegue ao detector de forma paralela e detector PIXcel (FIG 3.5), voltagem e corrente do equipamento de 40 kV e 45 mA, respectivamente.

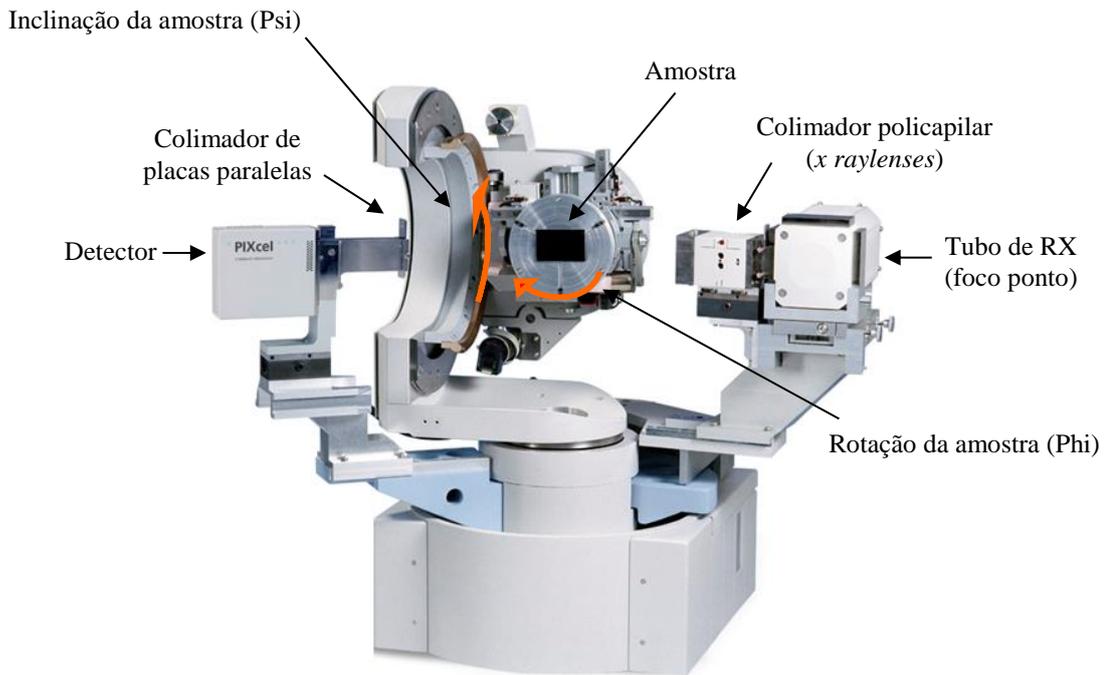


FIG 3.5: Configuração utilizada para a medição de tensão residual por DRX.

Foram utilizados os seguintes parâmetros para a medida de tensão residual *range* 6°, tamanho do passo 0,08°, tempo por passo 6 s e abertura da fenda 4°x4°. Os valores de abertura da fenda abrangeram largura e altura máximas irradiadas de aproximadamente 17,456 mm e 11,633 mm, quando Psi=65°. As amostras analisadas possuíam áreas entre 18 e 20 mm² aproximadamente. O tempo total de análise para cada um dos picos foi de três horas e vinte e oito minutos.

Durante a medição da tensão residual os ângulos Phi (ϕ) e Psi (ψ) realizam movimentos de rotação da amostra em torno do eixo do difratômetro como também inclinação da mesma em relação ao feixe incidente, respectivamente, a partir de um goniômetro de textura Theta-Theta de alto desempenho, desacoplado. O *phi* foi posicionado a 0°, 45° e 90°, onde em cada um desses ângulos passou por nove passos, variando o *psi* de -65° a 65°, ou seja, passou pelos ângulos positivos e negativos (0°, 26,95°, 39,86°, 51,71°, 65,00° e -26,95°, -39,86°, -51,71°, -65,00°), gerando assim mais

pontos durante a medição, tornando a mesma mais precisa. Devido a isto, o gráfico distância interplanar (\AA) versus \sin^2 (Psi) possui nove pontos, FIG 3.6. É importante ressaltar que ao se colocar a amostra com inclinações de 65° a -65° melhora a sensibilidade de medição da tensão residual. A escolha dos ângulos parte do princípio da necessidade de se ajustar uma reta, representando o perfil da tensão residual na amostra cristalina a partir do gráfico (distância interplanar versus \sin^2). Neste trabalho os ângulos ψ consistiram nos mesmos já definidos no software de análise.

O goniômetro permite que sejam conhecidas as coordenadas individuais de cada amostra (x, y e z), efetuando-se assim o posicionamento das mesmas em relação ao feixe de raios-X, logo dependendo das dimensões das mesmas, pode-se realizar análise em serie várias amostras. Para proceder ao posicionamento de cada amostra são realizados os seguintes procedimentos:

- $2\theta = 0^\circ$;
- X = mm (são atribuídos valores até o relógio apontador, braço mecânico, chegar ao centro da amostra);
- Y = mm (ídem ao X);
- Z = mm (são atribuídos valores até o relógio apontador, braço mecânico, tocar a amostra);
- $\varphi = 0^\circ$;
- $\psi = 45^\circ$.

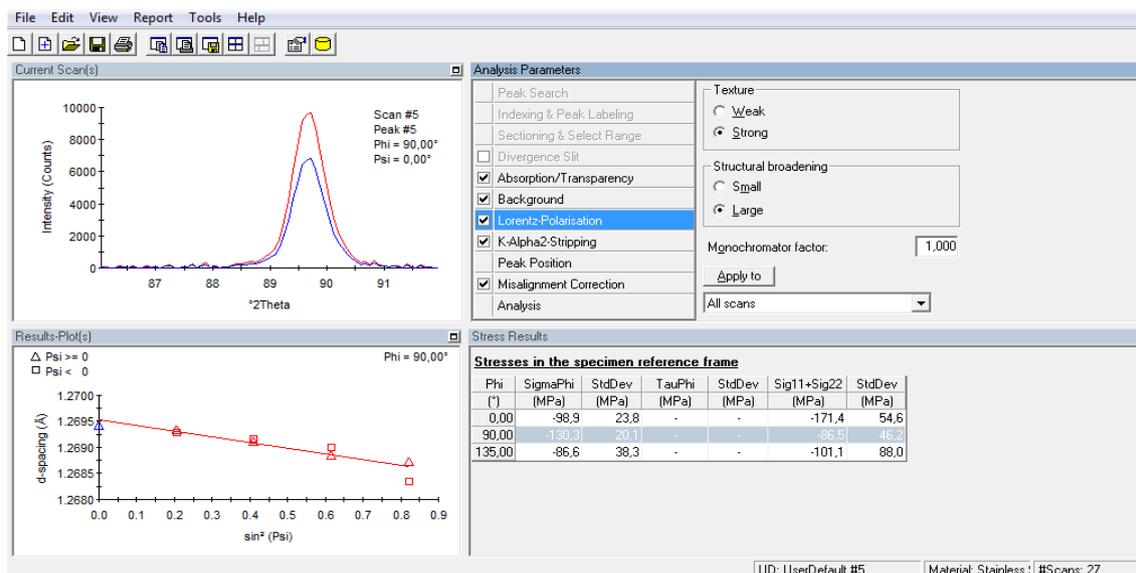


FIG 3.6: Análise de tensão residual pelo método geometria psi utilizando o software X'Pert Stress.

Os resultados de tensão, obtidos a partir do X'Pert Data Colector - *Stress Measurement*, foram analisados através do *software* X'Pert Sress utilizando-se o método clássico geometria Psi. Este método necessita de correção de desalinhamento do feixe incidente, como também de deslocamento da amostra. Esta correção de desalinhamento pode ser realizada com qualquer amostra livre de tensão residual e a partir do alinhamento os valores obtidos podem ser utilizados para o refinamento de tensão residual de qualquer material. A não realização destas correções de alinhamento pode levar a interpretações errôneas de resultados de tensão.

Os parâmetros utilizados para a quantificação de tensão residual são descritos abaixo:

- Método “Análise de Tensão Multidirecional”: utilizado quando múltiplas direções de *phi* (φ) são medidas ($\varphi = 0^\circ$, $\varphi = 45^\circ$ e $\varphi = 90^\circ$). Através deste método calcula-se o estado de tensão “Biaxial” devido ao fato da deformação na rede cristalográfica ser medida em vários ângulos de inclinação *psi* (ψ) (0° , $26,95^\circ$, $39,86^\circ$, $51,71^\circ$, $65,00^\circ$ e $-26,95^\circ$, $-39,86^\circ$, $-51,71^\circ$, $-65,00^\circ$) em três ou mais ângulos de rotação *phi*. Deste modo é possível calcular as tensões principais (σ_x e σ_y) e a tensão de cisalhamento.
- Constantes elásticas isotrópicas: Módulo de Elasticidade e Coeficiente de Poisson foram, respectivamente, 193,050 GPa e 0,30.
- Absorção / Transparência: as intensidades medidas com abertura de fenda fixa devem ser corrigidas dividindo-as pelo fator de absorção. Em “*Absorption / Transparency*” também pode ser calculada a profundidade de penetração do feixe na amostra como também realizar a correção da posição do pico. A correção de deslocamento do pico por transparência é necessária para a análise de tensões em materiais transparentes (cerâmica, óxidos, polímeros e metais).
- Background método “*Linear + Range*”: subtração do ruído de fundo da intensidade medida, range 2, aplicado a todas as varreduras do pico calculado.
- Lorentz - Polarização: a intensidade medida pode ser corrigida refinando-se a textura do material definida como forte e a ampliação estrutural classificada como grande. A

ampliação estrutural está relacionada ao posicionamento dos átomos na estrutura cristalina.

- K-Alpha2 método “*Rachinger*”: informa-se o comprimento de onda do anodo utilizado para a obtenção do difratograma para assim corrigir problemas que foram originados durante a medição. Com a aplicação deste refinamento são resolvidos problemas de sobreposição e posicionamento do pico de difração, reduzindo erros para a determinação da tensão residual.
- Posição do Pico método “*Profile Shape Function*”: método de ajuste na determinação do pico que leva em consideração as posições de 2θ (inicial e final). E a partir do valor de forma de pico ($m=2$), que é calculado considerando as amplitudes de pico e dos ângulos iniciais e finais, refinam-se os parâmetros “*Modified Lorentzian*” e “*Background Level*”.
- Correção de desalinhamento: as medidas de tensão residual pelo método geometria Psi necessita de correção de desvios da amostra e do feixe axial, uma vez que o desalinhamento instrumental pode introduzir erros na medição de 2θ durante a determinação da tensão. Esses erros são gerados devido aos movimentos de rotação e inclinação da amostra. Neste caso, os valores de deslocamento da amostra e desalinhamento do feixe axial foram 17 e 1 μm , respectivamente, obtidos a partir de uma análise de correção utilizando-se uma amostra padrão de tungstênio livre de tensão residual.

A partir do refinamento efetuado na análise da tensão residual, aplicando-se os parâmetros descritos anteriormente, obteve-se o ajuste da linha do pico teórico, linha azul - inferior no primeiro gráfico à esquerda na FIG 3.6 em relação ao experimental linha vermelha - superior no primeiro gráfico à esquerda na FIG 3.6.

3.2.6 ENSAIO DE DUREZA VICKERS

A medida da dureza fornece resultados confiáveis a respeito de propriedades mecânicas do material como limite de resistência e de escoamento e outras propriedades como tenacidade, resistência ao desgaste e usinabilidade também podem ser estimadas. Para materiais metálicos considera-se que a dureza é diretamente proporcional ao limite de escoamento - LE (BERTOL, H.C., 2009). Para os testes de microdureza são utilizadas cargas entre 1 gf e 1 Kgf e para os testes de dureza as cargas são entre 1 Kgf e 120 Kgf, as unidades de medida podem ser HV, Kgf/mm² ou N/mm².

O ensaio de dureza Vickers pode ser aplicado a todos os materiais metálicos, de qualquer dureza, desde os mais duros aos mais macios e também de espessura bem fina, desde que venha a não ocorrer deformação no lado oposto do material. A microdureza Vickers é utilizada para a determinação da dureza de microconstituintes individuais de uma microestrutura cristalina, determinação da dureza de materiais frágeis e de peças bem pequenas e finas, para este ensaio a amostra deve ter uma boa preparação metalográfica. Neste processo é utilizado um microscópio de alta resolução que mede com precisão a área deformada pelo penetrador, onde são medidas as diagonais d_1 e d_2 e a partir daí o software já calcula o resultado da dureza.

A fim de avaliar a influência da transformação martensítica sobre as propriedades mecânicas do material, a partir dos diferentes níveis de deformação plástica, o material em estudo foi submetido ao ensaio de microdureza Vickers para avaliar a dureza da mistura de fase. Optou-se por este ensaio devido ao fato das características da amostra, como pequena espessura, combinada ao objetivo de avaliar a dureza da mistura de fases austenita-martensita. Diferentemente das medidas realizadas por VIEIRA (2011) ao longo de $\frac{1}{4}$ da espessura na seção transversal, nesta atual dissertação foram analisados dez pontos na superfície da chapa para assegurar que desta forma estaria avaliando-se a dureza do material uma vez que aleatoriamente podem ser analisadas as fases austenita e martensita individualmente como também a medição pode se dar entre as duas fases. A partir das dez medições, realizou-se a média aritmética para determinar a dureza de cada uma das amostras, como também foi calculado o desvio padrão. As amostras utilizadas para esta medições foram submetidas as mesmas condições de preparação metalográfica descritas na seção 3.2.2 (Polimento Mecânico).

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaio Mecânicos do IME utilizando o microdurômetro (BUHLER – MICROMET 2003) com carga de 220 g, penetrador de diamante piramidal de base quadrada, microscópio com aumento de 400 vezes e tempo de permanência na carga máxima 15 s.

4 RESULTADOS

4.1 QUANTIFICAÇÃO DE FASE POR FERRITOSCOPIA

Os resultados da quantificação de fase por Ferritoscopia da amostra como-recebida e das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração são apresentados nas TABs 4.1 e 4.2, respectivamente. Como observado na TAB 4.2, a transformação de fase evoluiu conforme aumentou o nível de deformação plástica associada aos intervalos percentuais do limite de escoamento e de resistência à tração do material (10, 25, 50, 75 e 90%), vinculados as duas taxas de deformação adotadas $5,55 \times 10^{-4}$ e $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. As amostras que apresentaram uma maior transformação de fase foram aquelas deformadas na menor taxa $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

TAB 4.1: Quantificação de fase por Ferritoscopia da amostra como-recebida sem preparação metalográfica.

| Amostra | (%V) α' | Erro Exp. |
|---------|----------------|------------|
| CR | 0,37 | $\pm 0,02$ |

TAB 4.2: Quantificação de fase por Ferritoscopia após preparação metalográfica do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | Polimento mecânico (%V) α' | Erro Exp. | Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | Polimento mecânico (%V) α' | Erro Exp. |
|---------------------|--|-----------------------------------|------------|---------------------|--|-----------------------------------|------------|
| 5980 (10%) | IN-L9 | 0,67 | $\pm 0,02$ | 5600 (10%) | IN-L4 | 0,86 | $\pm 0,04$ |
| 6630 (25%) | IN-L11 | 1,48 | $\pm 0,04$ | 6450 (25%) | IN-L6 | 1,80 | $\pm 0,04$ |
| 7250 (50%) | IN-L8 | 3,48 | $\pm 0,12$ | 7300 (50%) | IN-L3 | 7,25 | $\pm 0,09$ |
| 7880 (75%) | IN-L10 | 7,87 | $\pm 0,13$ | 8150 (75%) | IN-L5 | 17,07 | $\pm 0,26$ |
| 8500 (90%) | IN-L7 | 16,82 | $\pm 0,14$ | 9000 (90%) | IN-L2 | 29,60 | $\pm 0,48$ |

As amostras do segundo grupo de ensaio de tração foram submetidas à quantificação de fase por Ferritoscopia sem preparação metalográfica e após lixamento/polimento mecânico (TAB 4.3). Os ensaios de tração uniaxial foram realizados com condições de parada associadas aos intervalos percentuais do limite de escoamento e de resistência à tração do material (70 e 95%) vinculados a taxa de deformação de $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

TAB 4.3: Quantificação de fase por Ferritoscopia da amostra como-recebida e do segundo grupo de amostras de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ | Sem lixamento/ polimento (%V) α' | Erro Exp. | Polimento mecânico (%V) α' | Erro Exp. |
|---------------------|--|--|------------|---|------------|
| ----- | CR | 0,31 | $\pm 0,03$ | 0,26 | $\pm 0,03$ |
| 6405 (70%) | INL-12 | 1,96 | $\pm 0,07$ | 1,67 | $\pm 0,06$ |
| 8785 (95%) | INL-13 | 27,56 | $\pm 0,24$ | 27,18 | $\pm 0,07$ |

4.2 QUANTIFICAÇÃO DE FASE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Os resultados da quantificação de fase pelo método de Rietveld, após a conversão da fração mássica para volumétrica, são apresentados nas TABs 4.4 e 4.5. De acordo com os resultados, observa-se que as amostras deformadas sob o ensaio de tração a uma menor taxa de deformação $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, TAB 4.5, apresentaram uma maior transformação de fase em relação às amostras deformadas a $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. A evolução da transformação foi de acordo com o aumento do percentual de deformação plástica associadas aos intervalos percentuais do limite de escoamento e de resistência à tração do material (10, 25, 50, 75 e 90%). Esta evolução da transformação de fase pode ser acompanhada através dos difratogramas apresentados nas FIGs 4.47 e 4.48.

TAB 4.4: Quantificação de fase por Rietveld da amostra como-recebida sem preparação metalográfica.

| Amostra | (%V) α' | GOF |
|---------|----------------|-------|
| CR | 4,19 | 1,378 |

TAB 4.5: Quantificação de fase por Rietveld após polimento mecânico das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | Polimento mecânico (%V) α' | GOF | Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | Polimento mecânico (%V) α' | GOF |
|---------------------|--|---|-------|------------------------|--|---|-------|
| 5980 (10%) | IN-L9 | 7,33 | 1,398 | 5600 (10%) | IN-L4 | 10,20 | 1,328 |
| 6630 (25%) | INL-11 | 8,73 | 1,315 | 6450 (25%) | IN-L6 | 10,99 | 1,355 |
| 7250 (50%) | IN-L8 | 12,15 | 1,262 | 7300 (50%) | IN-L3 | 27,59 | 1,293 |
| 7880 (75%) | IN-L10 | 22,20 | 1,199 | 8150 (75%) | IN-L5 | 40,86 | 1,228 |
| 8500 (90%) | IN-L7 | 34,92 | 1,234 | 9000 (90%) | IN-L2 | 58,69 | 1,284 |

A evolução da transformação de fase a partir dos difratogramas de cada uma das amostras após o refinamento pelo método de Rietveld é apresentada nas FIGs 4.1 e 4.2. Para as amostras deformadas a $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (FIG 4.1) pode-se observar que a partir da condição de parada de 75% há um considerável aumento na intensidade nos picos da fase martensita ((110), (200) e (211)).

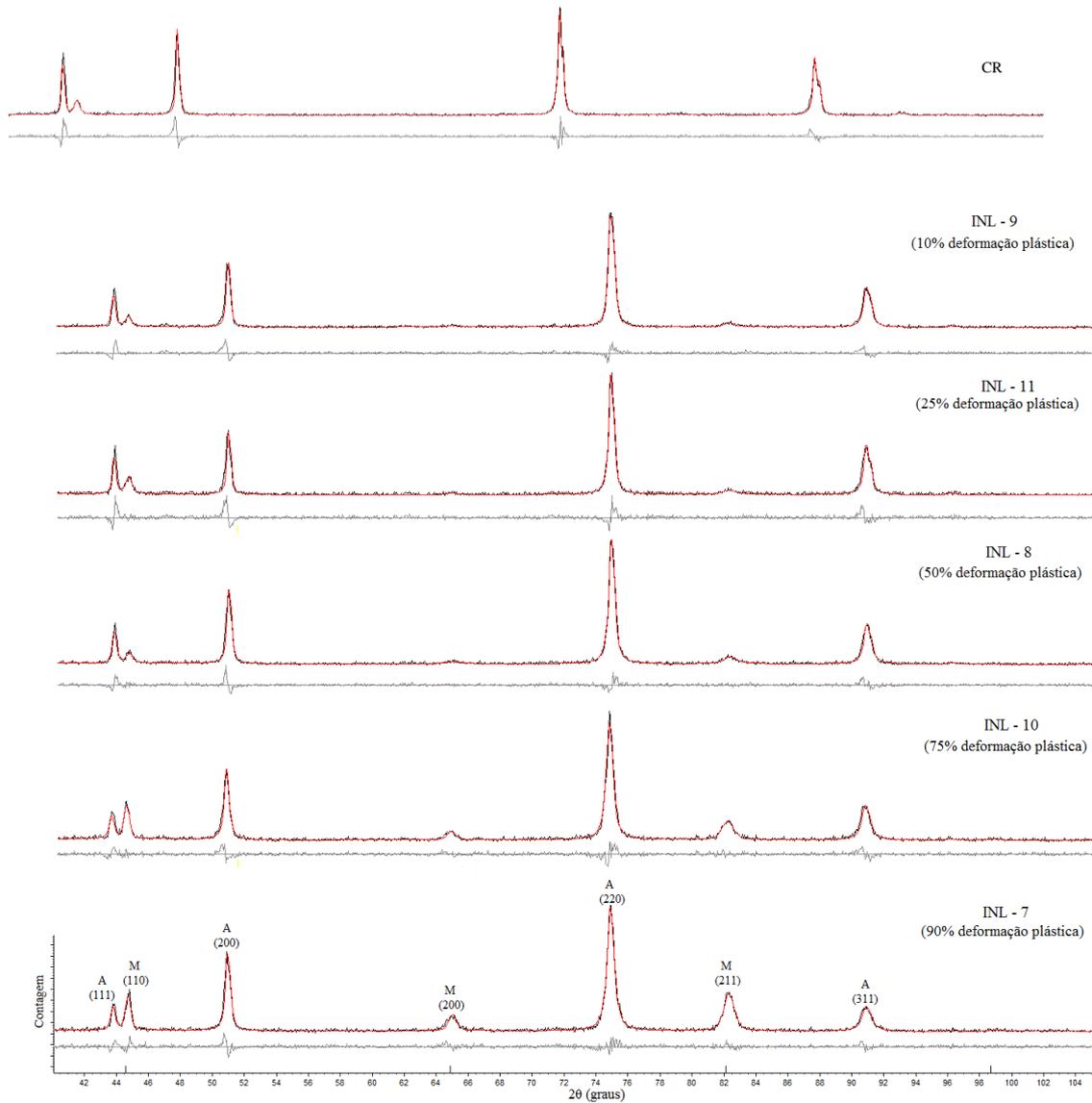


FIG 4.1: Evolução da transformação martensítica nas diferentes condições de parada (10, 25, 50, 75 e 90%) com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Os difratogramas da FIG 4.2 mostram que a partir da condição de parada de 75% das amostras deformadas a $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ há um aumento dos picos martensíticos ((200) e (211)) e a partir da condição de parada de 75% a intensidade desses picos tornam-se mais pronunciadas inclusive a do pico (110).

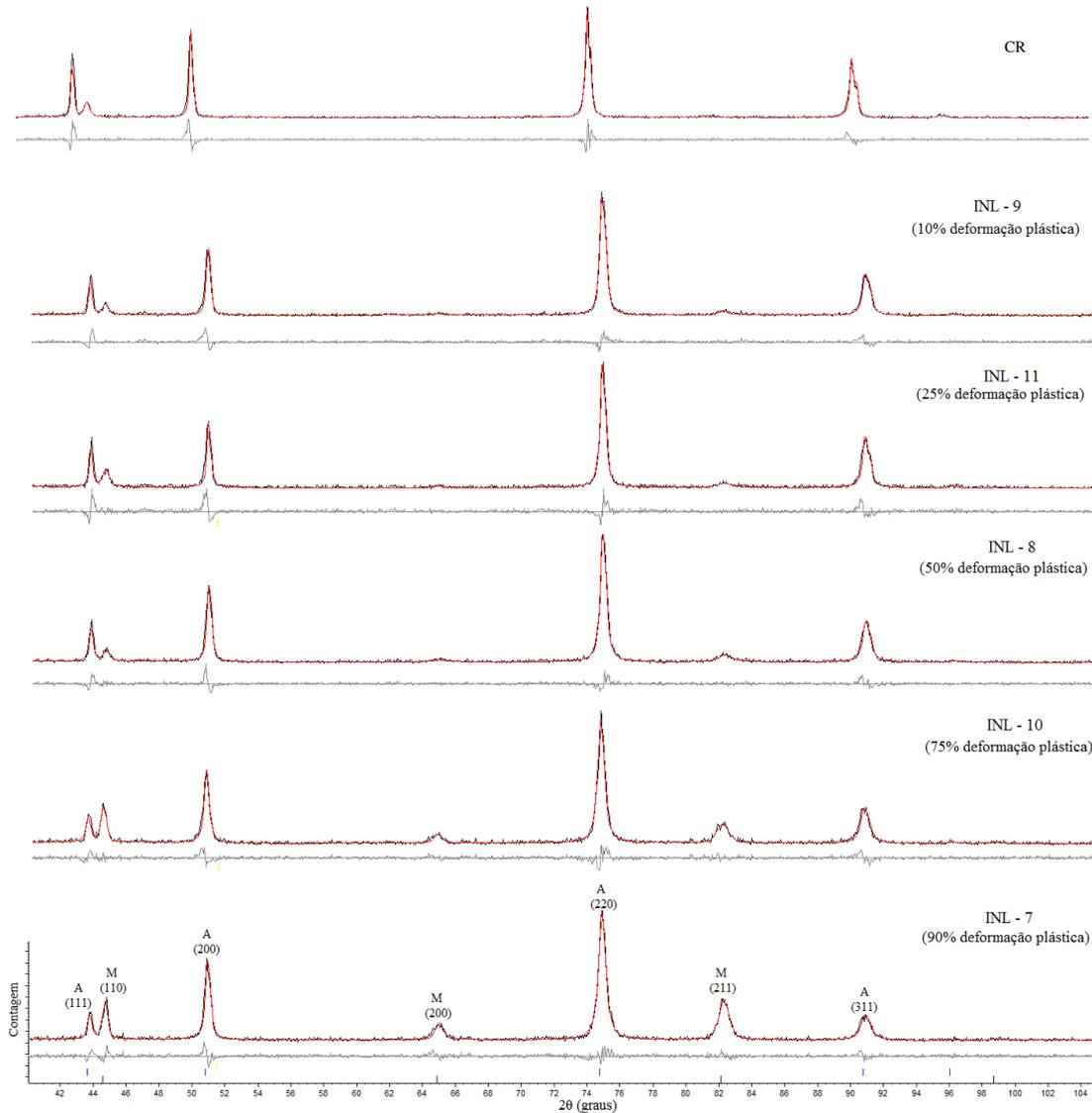


FIG 4.2: Evolução da transformação martensítica nas diferentes condições de parada (10, 25, 50, 75 e 90%) com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Os resultados da quantificação de fase por Rietveld das amostras sem preparação metalográfica e com polimento mecânico, referentes ao segundo grupo de ensaio de tração com taxa de deformação de $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ e condições de parada associadas aos intervalos percentuais do limite de escoamento e de resistência à tração do material (70 e 95%) são apresentados na TAB 4.12.

TAB 4.6: Quantificação de fase por Rietveld da amostra como-recebida e das amostras do segundo grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ | Sem lixamento/ polimento (%V) α' | GOF | Lixamento/polimento mecânico (%V) α' | GOF |
|---------------------|--|--|-------|--|-------|
| --- | CR | 18,70 | 1,225 | 3,93 | 1,341 |
| 6405 (70%) | IN-L12 | 38,98 | 1,220 | 9,12 | 1,296 |
| 8785 (95%) | IN-L13 | 78,33 | 1,165 | 51,07 | 1,197 |

4.3 QUANTIFICAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DRX

Os resultados de quantificação de tensão residual pelo método geometria psi, utilizando-se o software High Score, das amostras deformadas no primeiro grupo de ensaio de tração são apresentados a seguir. Foram quantificadas as tensões residuais das fases austenita e martensita. Para a austenita foram quantificadas as tensões em todos os níveis de deformação plástica para a taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (TAB 4.8), para a taxa de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ só foi possível quantificar até a carga de parada de 75% (TAB 4.9). Para a fase martensita conseguiu-se apenas quantificar a tensão residual em amostras deformadas nas cargas de parada de 75 e 90%, como seguem os resultados nas TABs 4.10 e 4.11. Os resultados mostram que a tensão compressiva, resultante da transformação de fase, tanto para a austenita quanto para a martensita foi decrescente conforme aumentou a deformação das amostras.

TAB 4.7: Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica da amostra como-recebida.

| Amostra | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{22} | Erro experimental |
|---------|---|---|-------------------|
| CR | -199,2 | -184,7 | $\pm 13,7$ |

TAB 4.8: Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{22} | Erro experimental |
|---------------------|--|---|---|-------------------|
| 5980 (10%) | IN-L9 | -215,9 | -229,8 | $\pm 19,7$ |
| 6630 (25%) | IN-L11 | -123,2 | -177,2 | $\pm 16,0$ |
| 7250 (50%) | IN-L8 | -127,5 | -180,2 | $\pm 30,6$ |
| 7880 (75%) | IN-L10 | -62,3 | -118,9 | $\pm 41,3$ |
| 8500 (90%) | IN-L7 | -24,3 | -84,6 | $\pm 26,0$ |

TAB 4.9: Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{22} | Erro experimental |
|---------------------|--|---|---|-------------------|
| 5600 (10%) | IN-L4 | -176,7 | -210,9 | $\pm 21,3$ |
| 6450 (25%) | IN-L6 | -104,1 | -177,2 | $\pm 17,1$ |
| 7300 (50%) | IN-L3 | -148,7 | -221,1 | $\pm 30,5$ |
| 8150 (75%) | IN-L5 | -110,5 | -143,2 | $\pm 32,5$ |

TAB 4.10: Tensão residual da fase martensita após preparação metalográfica da amostra referente ao primeiro grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | Tensão compressiva (MPa) Fase (α') σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (α') σ_{22} | Erro experimental |
|---------------------|--|--|--|-------------------|
| 8500 (90%) | IN-L7 | -72,8 | -117,8 | $\pm 52,6$ |

TAB 4.11: Tensão residual da fase martensita após preparação metalográfica de amostras do primeiro grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | Tensão compressiva (MPa) Fase (α') σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (α') σ_{22} | Erro experimental |
|---------------------|--|--|--|-------------------|
| 8150 (75%) | IN-L5 | -300,3 | -197,4 | $\pm 34,2$ |
| 9000 (90%) | IN-L2 | -164,1 | -145,0 | $\pm 30,9$ |

A fim de avaliar os efeitos da preparação metalográfica sobre a quantificação de tensão residual foram analisadas amostras sem e com lixamento/polimento mecânico. Nas TABs 4.18 e 4.19 estão apresentados os valores da tensão residual da amostra como-recebida e das amostras referentes ao segundo grupo de ensaio de tração realizado com condições de parada de 70 e 95% e taxa de deformação de $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

TAB 4.12: Tensão residual da fase austenita da amostra como-recebida sem preparação metalográfica.

| Amostra | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{22} | Erro experimental |
|---------|---|---|-------------------|
| CR | -32,6 | -46,7 | $\pm 11,6$ |

TAB 4.13: Tensão residual da fase austenita após preparação metalográfica da amostra como-recebida e das amostras do segundo grupo de ensaio de tração.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{11} | Tensão compressiva (MPa) Fase (γ) σ_{22} | Erro experimental |
|---------------------|--|---|---|-------------------|
| --- | CR | -221,9 | -178,2 | $\pm 14,7$ |
| 6405 (70%) | IN-L12 | -170,4 | -172,0 | $\pm 24,9$ |
| 8785 (95%) | IN-L13 | -76,5 | -155,2 | $\pm 67,9$ |

4.4 DUREZA VICKERS

Nas TABs 4.14 e 4.15 são apresentados os resultados da análise de dureza do aço inoxidável austenítico 304L após transformação de fase nas duas taxas de deformação plástica adotadas ($5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Como o esperado, houve evolução da dureza com o aumento da transformação de fase nos diferentes níveis de deformação plástica. De maneira geral as amostras que sofreram solicitação mecânica na menor taxa de deformação apresentaram dureza mais elevada.

TAB 4.14: Dureza Vickers da amostra como-recebida após preparação metalográfica.

| Amostra | Dureza (HV) | Desvio padrão |
|---------|-------------|---------------|
| CR | 171,63 | 6,38 |

TAB 4.15: Dureza Vickers de amostras primeiro grupo de ensaio de tração após preparação metalográfica.

| Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | Dureza (HV) | Desvio padrão | Carga de parada (N) | Amostra/ $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | Dureza (HV) | Desvio padrão |
|---------------------|--|-------------|---------------|---------------------|--|-------------|---------------|
| 5980 (10%) | IN-L9 | 234,97 | 9,24 | 5600 (10%) | IN-L4 | 220,62 | 3,81 |
| 6630 (25%) | IN-L11 | 246,47 | 7,48 | 6450 (25%) | IN-L6 | 247,74 | 8,31 |
| 7250 (50%) | IN-L8 | 265,64 | 4,30 | 7300 (50%) | IN-L3 | 276,72 | 11,30 |
| 7880 (75%) | IN-L10 | 276,01 | 5,90 | 8150 (75%) | IN-L5 | 301,82 | 8,03 |
| 8500 (90%) | IN-L7 | 299,34 | 6,29 | 9000 (90%) | IN-L2 | 326,13 | 6,98 |

5 DISCUSSÃO DE RESULTADOS

5.1 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Na preparação metalográfica deste material com polimento mecânico observou-se que a etapa prévia de lixamento (pressão exercida, granulometria das lixas e tempo em cada lixa) da amostra influencia diretamente no tempo de polimento. Para isto, deve-se evitar riscos direcionais e profundos através de uma distribuição leve e uniforme de força sobre o material.

Observou-se durante o polimento que mantendo-se o pano levemente umedecido, com adição constante de álcool etílico hidratado, e aplicando-se o mínimo de esforço possível evita-se o surgimento de pits no material. Foi observado também que o teor de álcool em solução influencia na qualidade do polimento, pois quanto maior o teor de álcool, mais rápido e eficiente será o preparo. A quantidade de pasta e/ou suspensão utilizada pode afetar a eficiência da preparação, o ideal é que se utilize pequenas quantidades a fim de não afetar o atrito do material (amostra) com o pano. Ao final do preparo metalográfico obteve-se amostras com boa qualidade de polimento, pois resultou em superfícies espelhadas e livres de riscos, a partir da observação em microscópio óptico.

5.2 QUANTIFICAÇÃO DE FASE POR FERRITOSCOPIA

De acordo com a quantificação de fase por Ferritoscopia a amostra como-recebida não apresentou composição 100% austenítica, foi detectada uma pequena fração volumétrica de martensita conforme TAB 4.1. O mesmo ocorreu com os corpos de prova antes do ensaio de tração, onde foram observados conteúdos de martensita entre 0,42 e 0,61% TAB 2.3. Estes resultados mostram a presença de martensita superficial possivelmente gerada devido a esforços natureza mecânica, como por exemplo, a etapa de bobinamento após recozimento ou desbobinamento para retirada da amostra selecionada para este estudo (FIG 5.1).

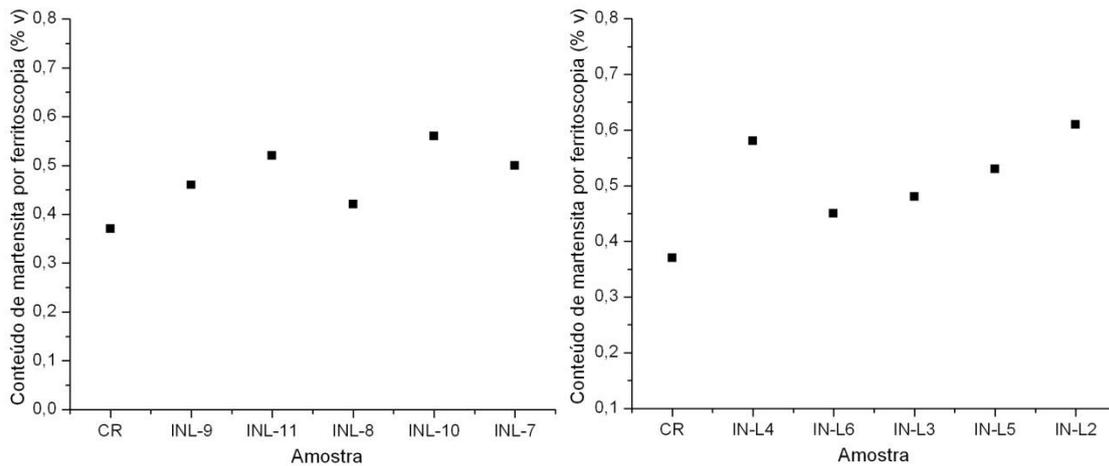


FIG 5.1: Conteúdo de martensita do primeiro grupo de amostras antes do ensaio de tração.

As análises de quantificação de fase por Ferritoscopia do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração mostraram a evolução da transformação de fase a partir do incremento da deformação plástica associada aos intervalos percentuais do limite de escoamento e de resistência à tração do material (10, 25, 50, 75 e 90%) nas duas diferentes taxas de deformação ($5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), TAB 4.2. Comparando-se os resultados de condição de parada até 25%, obteve-se aproximadamente o mesmo conteúdo volumétrico de martensita nas duas taxas de deformação. Após a condição de parada 50% há uma maior transformação de fase para a amostra que sofreu deformação na menor taxa resultando em 7,25% de martensita, para esta mesma condição de parada o conteúdo de martensita foi de 3,48% na maior taxa. A partir desta deformação foram obtidas maiores frações volumétricas de martensita na menor taxa, onde a fração máxima chegou a 29,60% contra a 16,82% na taxa de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ para a condição de parada de máxima de 90%. A evolução na transformação de fase nas duas diferentes taxas pode ser observada nos difratogramas, FIGs 4.1 e 4.2. Nos mesmos observa-se uma maior diferença na intensidade dos picos a partir da deformação plástica relacionada a carga de parada de 75%, porém em análises quantitativas foram observadas a diferenças significativas a partir da carga de parada de 50% conforme descrito anteriormente. A FIG 5.2 mostra que a transformação seguiu a mesma tendência nas duas diferentes taxas de deformação plástica.

De acordo com a TAB 4.2 e 4.3 o erro experimental das medidas de quantificação de fase por ferritoscopia aumentou conforme evoluiu a transformação martensítica. Isto deve-se a fato de maiores distorções na rede cristalina, causando o aumento da densidade de discordâncias. Estas causam perturbações na permeabilidade

magnética do material diminuindo a eficiência de orientação dos spins magnéticos da martensita comparado à condição dessa fase livre de deformação.

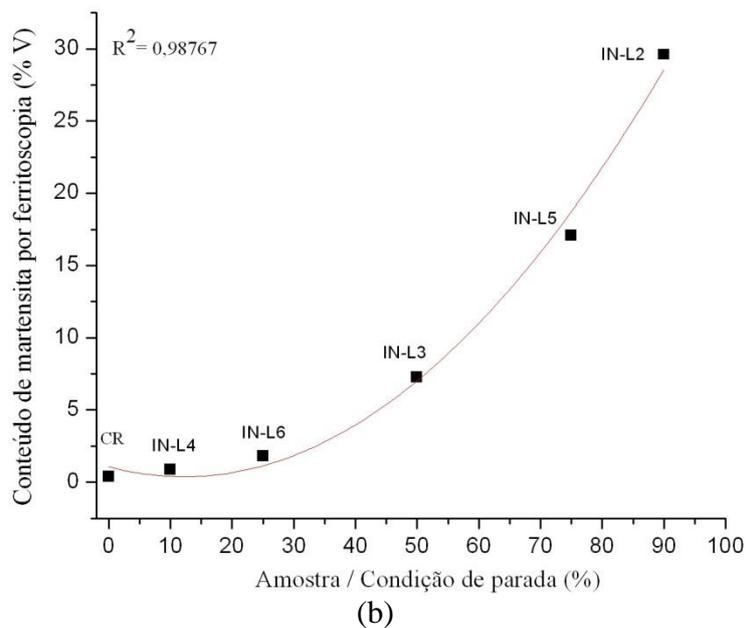
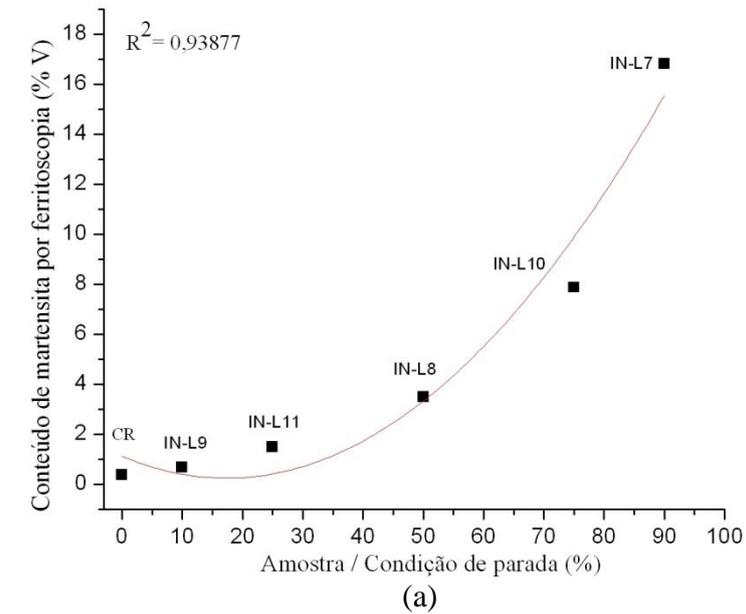


FIG 5.2: Quantificação de fase por Ferritoscopia de amostras do primeiro grupo de ensaio de tração com taxas de deformação de: (a) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (b) $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Os resultados de quantificação de fase do segundo grupo de amostras de ensaio de tração (TAB 4.3) obtidos a partir de análises do material sem e com preparação metalográfica, mostraram que não houve interferência do polimento mecânico empregado na preparação metalográfica do material. Como pode ser observado, os resultados se mostraram coerentes com o resultado da amostra como-recebida (TAB

4.1) e com os resultados das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração (TAB 4.2). As amostras sem lixamento/polimento apresentaram um conteúdo de martensita relativamente maior. Como já mencionado, esta martensita é produto do processo de laminação, e após as etapas de lixamento e polimento mecânico houve uma redução do conteúdo de martensita, como era de se esperar, pois parte dela foi removida. Isto também sugere que o polimento mecânico foi capaz de remover a camada superficial de martensita gerada na etapa de lixamento das amostras. Os resultados deste segundo grupo de amostras diferem no percentual da fase martensita em relação ao primeiro grupo de amostras de ensaio de tração, isto se deve ao fato das diferentes condições de realização dos ensaios como temperatura, taxa de deformação e cargas de parada.

5.3 QUANTIFICAÇÃO DE FASE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A quantificação de fase pelo método de Rietveld, assim como por Ferritoscopia, mostrou que a transformação de fase evoluiu conforme aumentou o nível de deformação plástica (TAB 4.5). Observou-se que até a condição de parada de 25% não houve diferença significativa entre as frações volumétricas de martensítica em cada uma das taxas de deformação. Porém a partir da condição de parada de 50% foram quantificados maiores percentuais volumétricos de martensita na menor taxa de deformação. Para esta mesma condição de parada, 50%, a fração volumétrica resultante foi de 27,59% contra a 12,15% na taxa de $(5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1})$. Conforme se processou a transformação de fase até a condição de parada máxima de 90% foi quantificado por DRX um conteúdo máximo de martensita de 58,69%, na menor taxa, e 34,92% na maior taxa $(5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1})$. O acompanhamento da evolução da transformação de fase pode ser realizado através dos difratogramas apresentados nas FIGs 4.1 e 4.2. A tendência da transformação é apresentada na FIG 5.3, na qual observou-se o mesmo comportamento em relação à Ferritoscopia, conforme FIG 5.2.

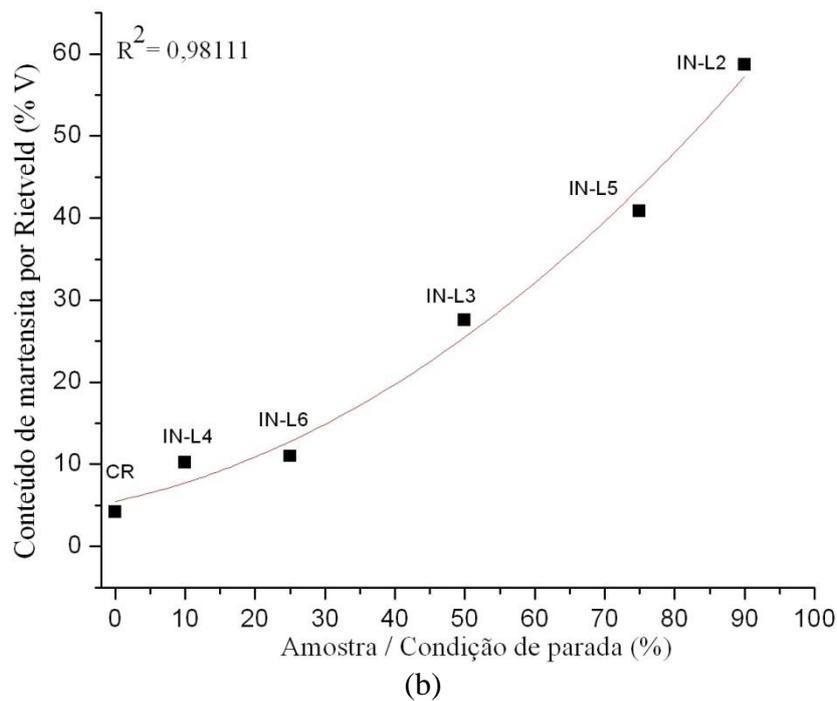
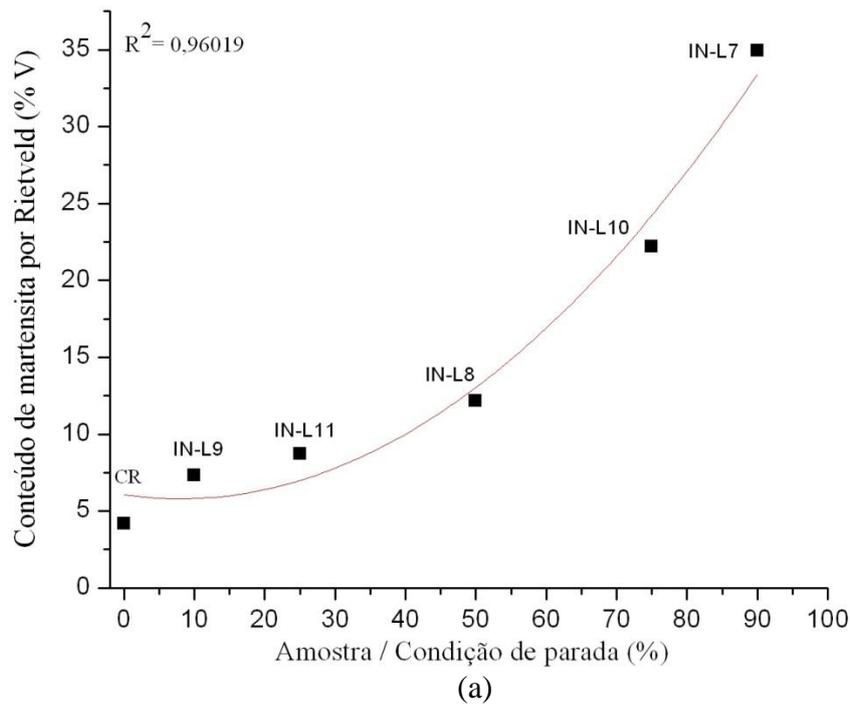


FIG 5.3: Quantificação de fase por Rietveld de amostras do primeiro grupo de ensaio de tração com taxas de deformação de: (a) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (b) $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Os resultados da quantificação de fase por Rietveld do segundo grupo de amostras de ensaio de tração (TAB 4.6), obtidos a partir de análises do material sem e com preparação metalográfica, mostraram que não houve interferência do polimento mecânico empregado. Como pode ser observado, os resultados se mostraram consistentes com o resultado da amostra como-recebida (TAB 4.4) e com os resultados

das amostras do primeiro grupo de ensaio de tração (TAB 4.5) após preparação metalográfica. As amostras sem lixamento/polimento apresentaram conteúdo de martensita ligeiramente superior devido ao processo de laminação. Ao submeter o material as etapas de lixamento e polimento mecânico houve uma redução do conteúdo de martensita, pois parte dela foi removida por estes processos. Isto também sugere que o polimento mecânico foi capaz de remover a camada superficial de martensita gerada nas etapas anteriores de lixamento das amostras. Os resultados do segundo grupo de amostras de ensaio de tração diferem no percentual da fase martensita em relação ao primeiro grupo, isto deve-se ao fato das diferentes condições de realização dos ensaios, como temperatura, taxa de deformação plástica e diferentes cargas de parada.

Comparando-se as diferentes taxas de deformação, os resultados da transformação de fase do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração, por distintas taxas de deformação, nas mesmas condições de parada e temperatura ambiente de 20°C, aquela realizada na menor taxa ($5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) levou a maiores frações volumétricas de martensita quando comparada à transformação que ocorreu na maior taxa de deformação ($5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Tal fato está em pleno acordo com o artigo de ARPAN, *et al.* (2008), pois este comportamento é atribuído ao aumento da temperatura causado pelo acúmulo de deformação plástica, região de inflexão da curva (FIGs 5.2 e 5.3). Onde a temperatura de transformação de martensita induzida M_i^σ acaba se aproximando da temperatura M_d e isso diminui o potencial da transformação austenita-martensita.

Ao observar os resultados do segundo grupo de amostras de ensaio de tração realizado com taxa de deformação de $1,00 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, na condição de parada máxima de 95% obteve-se uma maior fração volumétrica de martensita em relação ao conteúdo obtido na condição de parada de 90% com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Isto deve-se ao fato de uma maior deformação plástica produzida pela carga de parada utilizada neste ensaio.

A partir de incrementos nos níveis de deformação plástica, nas diferentes taxas de deformação, observa-se que a transformação de fase seguiu a mesma tendência (FIGs 5.2 e 5.3), diferente daquela apresentada por ARPAN, *et al.* (2008), FIG 2.30. Pois neste trabalho de dissertação, obteve-se maiores frações volumétricas de martensítica a partir de maiores níveis de deformação plástica para uma mesma taxa de deformação. Já ARPAN, *et al.* (2008) para pequenos níveis de deformação plástica obteve frações volumétricas consideráveis de martensita. Isto se deve possivelmente ao fato das diferentes condições de realização da transformação de fase e composição química do

material. Segundo MÉSZÁROS e PROHÁSZHA (2005) e PAULA *et al.* (2012), assim como a temperatura de ensaio, outros fatores como magnitude da tensão aplicada, nível e taxa de deformação e composição química do material estão ligados intimamente às temperaturas M_i , M_i^σ e M_d e influenciam diretamente na transformação de fase por deformação plástica caracterizando o efeito TRIP. Pode-se observar curvas semelhantes àquela obtida neste estudo (FIGs 5.2 e 5.3) em POST, *et al.* (2008) referente a transformação martensítica na temperatura de 386 K, apresentada na FIG 2.29 como também no trabalho de RYOO, *et al.* (2011), FIG 2.34, para a transformação martensítica relacionada a menores teores de níquel. As curvas apresentam a mesma tendência na transformação de fase.

Comparando-se as técnicas Ferritoscopia e Difração de Raios-X as mesmas foram capazes de detectar as variações volumétricas de martensita conforme evoluiu a transformação de fase por incrementos da deformação plástica, FIGs 5.2 e 5.3. Os resultados seguiram a mesma tendência e apresentaram valores de erro experimental, para a técnica de Ferritoscopia, entre 0,02 e 0,48 e os valores da qualidade de ajuste (GOF), para a técnica de DRX, ficaram entre 1,228 e 1,378. Esses valores são considerados bons, uma vez que o valor de GOF deve ficar (entre 1 e 1,7). Segundo TALONEN, *et al.* (2004), devido ao fato da técnica de DRX abranger apenas uma pequena espessura próxima à superfície do material ($< 10 \mu\text{m}$) a mesma não pode ser comparada a técnicas que envolvam um maior volume de análise do material como a Ferritoscopia, a menos que a martensita tenha uma distribuição uniforme. Para este estudo, foi observado que houve uma maior diferença da fração volumétrica de martensita, entre as duas técnicas, para as amostras menos deformadas; conforme evoluiu a transformação de fase, nas maiores cargas de parada, a diferença diminuiu (FIG 5.4). Os fatores que podem ter influenciado às medições por Ferritoscopia podem ter sido, possíveis curvaturas microscópicas resultantes da preparação metalográfica, aumento de deformação na rede gerando o acúmulo de discordâncias, que influencia na orientação dos spins magnéticos e a espessura das amostras que foram próximas a 1 mm, a valores inferiores em função da quantidade de deformação. Segundo o manual do ferritoscópio, erros são causados quando a amostra possui espessura inferior a 2 mm. Isto influencia na corrente de retorno gerada entre a sonda do ferritoscópio e a base do material porque o sinal de retorno é convertido para leitura proporcional à espessura.

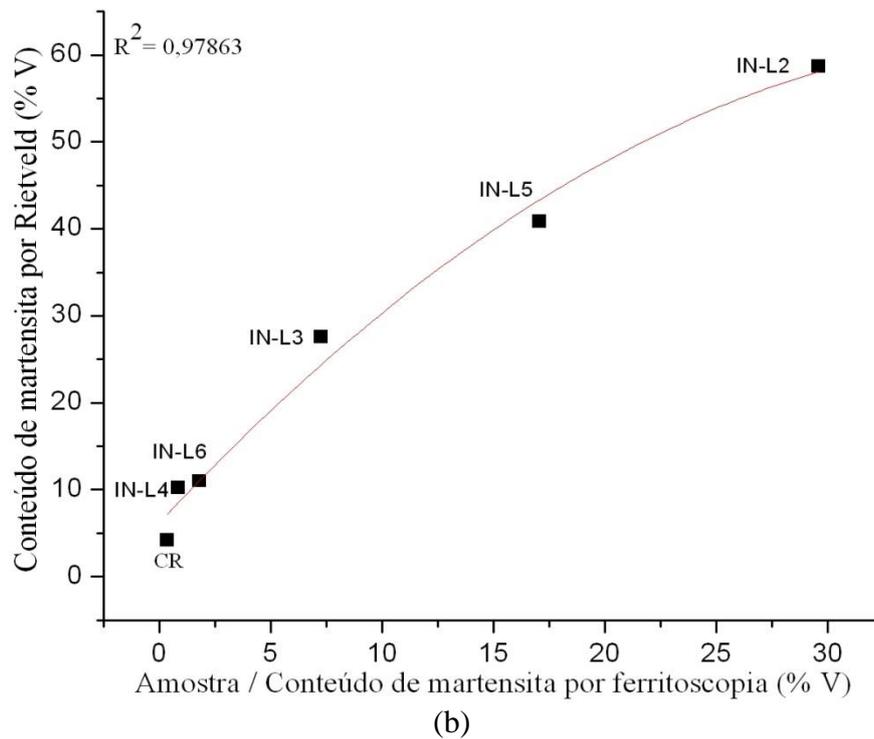
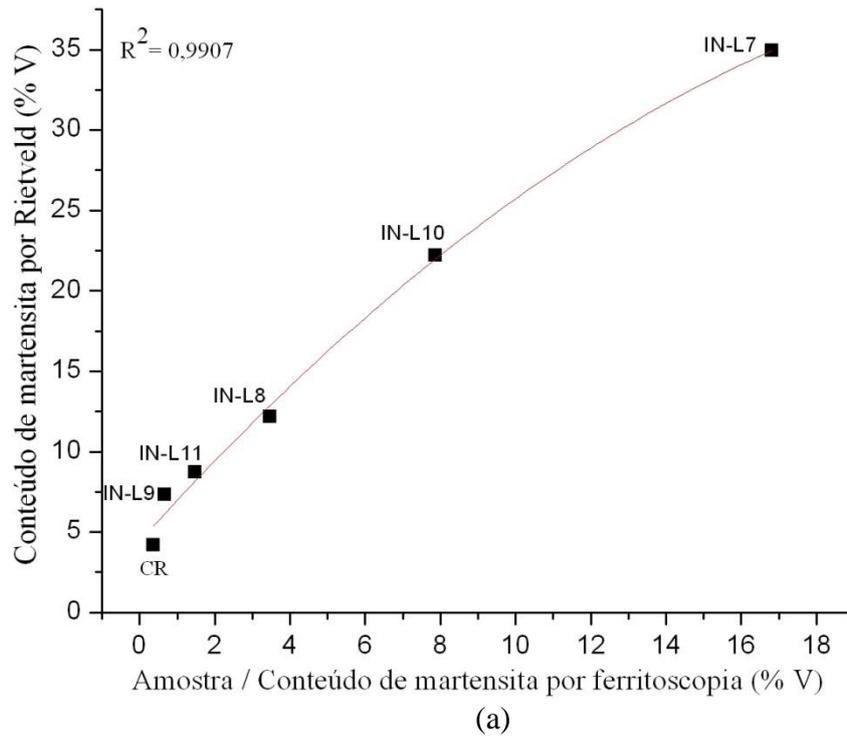


FIG 5.4: Quantificação de fase Rietveld *versus* Ferritoscopia do primeiro grupo de amostras de ensaio de tração com taxas de deformação de: (a) $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e (b) $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

5.4 QUANTIFICAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DRX

A quantificação de tensão residual foi realizada primeiramente em amostras do primeiro grupo de ensaio de tração após polimento mecânico. De acordo com os resultados da fase austenita tanto para σ_{11} quanto para σ_{22} observou-se um estado de tensão compressiva que se tornou decrescente conforme evoluiu a transformação de fase, em função do incremento das condições de cargas de parada (10, 25, 50 75 e 90%) nas duas taxas de deformação ($5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) TABs 4.8 e 4.9. A amostra como-recebida apresentou elevados valores de tensão residual ($\sigma_{11} = -199,2 \text{ MPa}$ e $\sigma_{22} = -184,7 \text{ MPa}$) TAB 4.7. As amostras deformadas com condição de parada de 10% nas duas taxas de deformação também apresentaram elevadas tensões residuais ($\sigma_{11} = -215,9 \text{ MPa}$ e $\sigma_{22} = -229,8 \text{ MPa}$) na taxa de ($5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) e ($\sigma_{11} = -176,7 \text{ MPa}$ e $\sigma_{22} = -210,9 \text{ MPa}$) para a taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Quanto a amostra deformada com condição de parada de 25% observou-se que a tensão foi menor do que na condição de parada anterior. Este fato está possivelmente atrelado a efeitos do aumento da temperatura na região de acúmulo de deformação plástica durante o ensaio de tração (FIGs 5.2 e 5.3) e/ou devido ao efeito do encruamento superficial gerado pela deformação por corte na etapa de lixamento. Como pode ser observado as tensões evoluíram de forma decrescente, FIGs 5.5 e 5.6. Na menor taxa de deformação, na condição de parada de 90%, observou-se o menor valor de tensão residual dentre as amostras deformadas, porém este valor foi desconsiderado devido a um grande erro experimental. Para a fase martensita só foi possível quantificar a tensão residual das amostras que sofreram uma maior transformação de fase, a amostra deformada a 90% na taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e as amostras deformadas nas condições de parada de 75 e 90% na menor taxa de deformação (TABs 4.10 e 4.11). Estas tensões residuais compressivas também foram decrescentes conforme as tensões da fase austenita. Para as amostras de menores frações volumétricas de martensita, relativas às menores cargas de parada, houve um erro experimental muito alto, provavelmente atrelado à sensibilidade do equipamento para detectar a tensão residual em pequenas frações volumétricas de martensita.

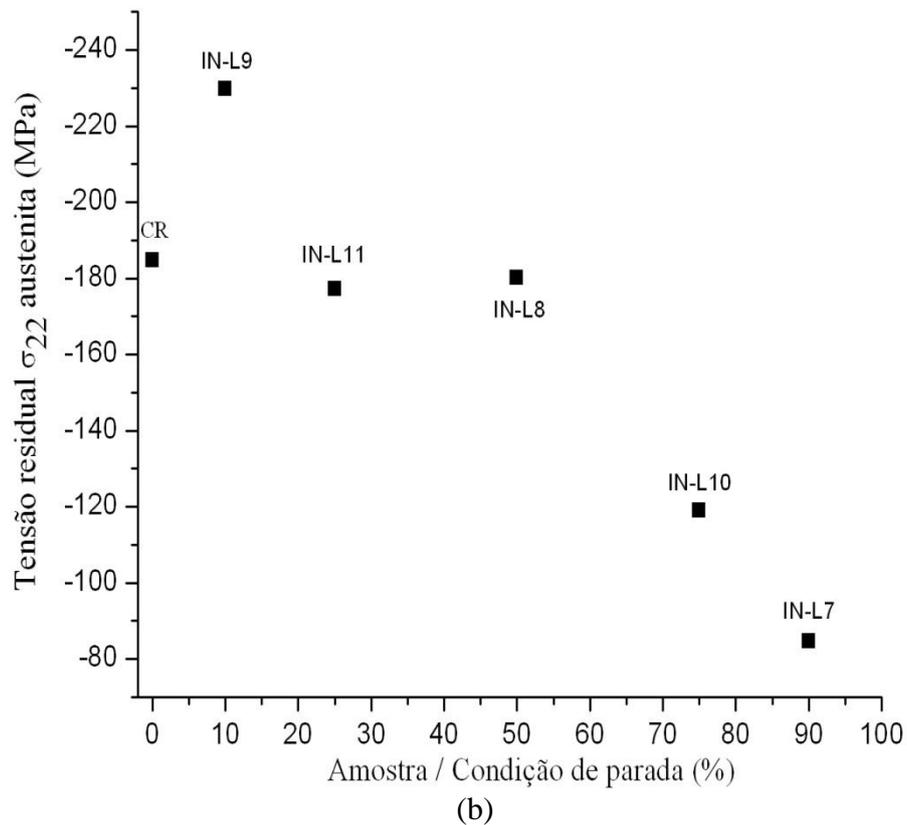
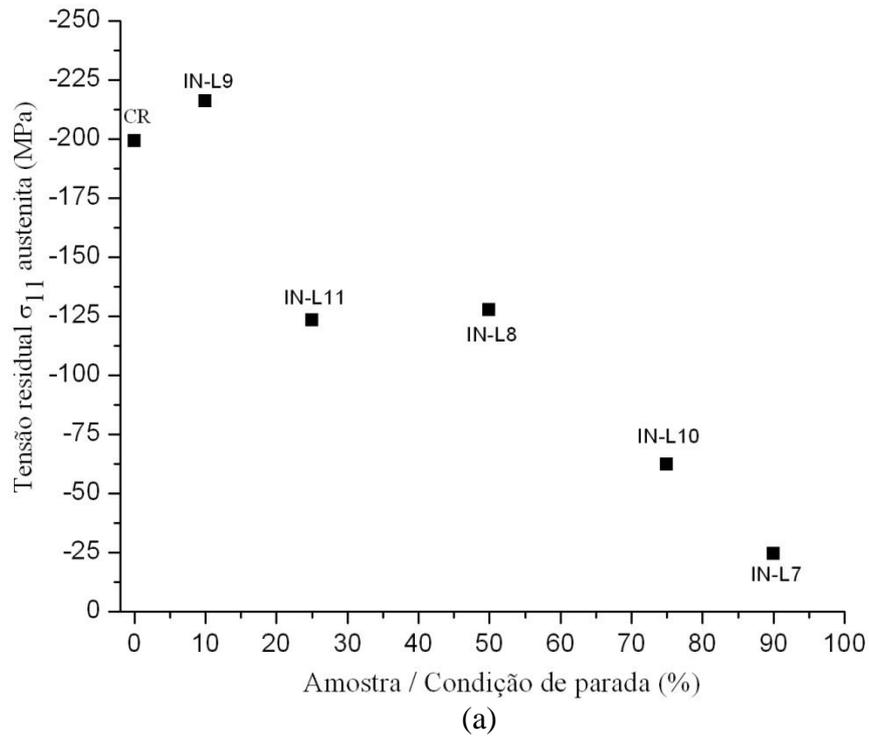
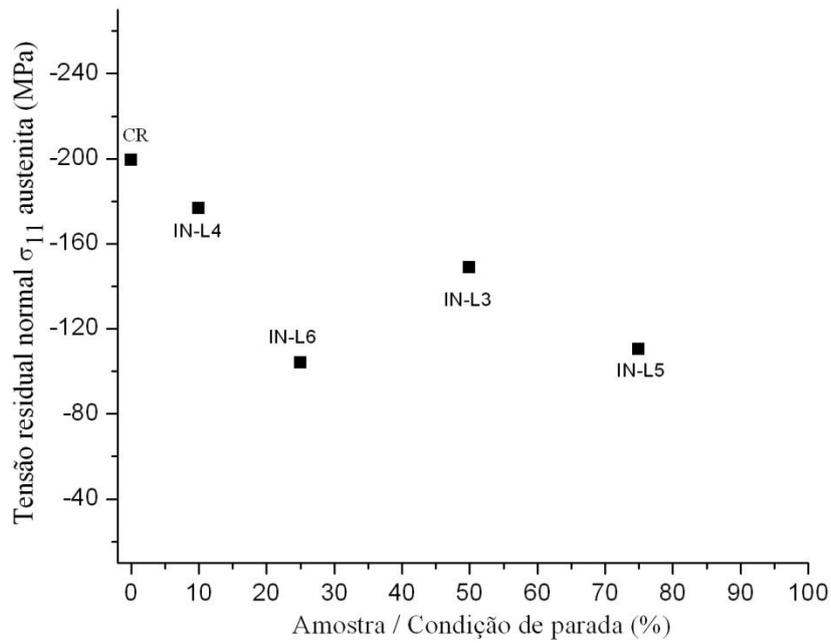
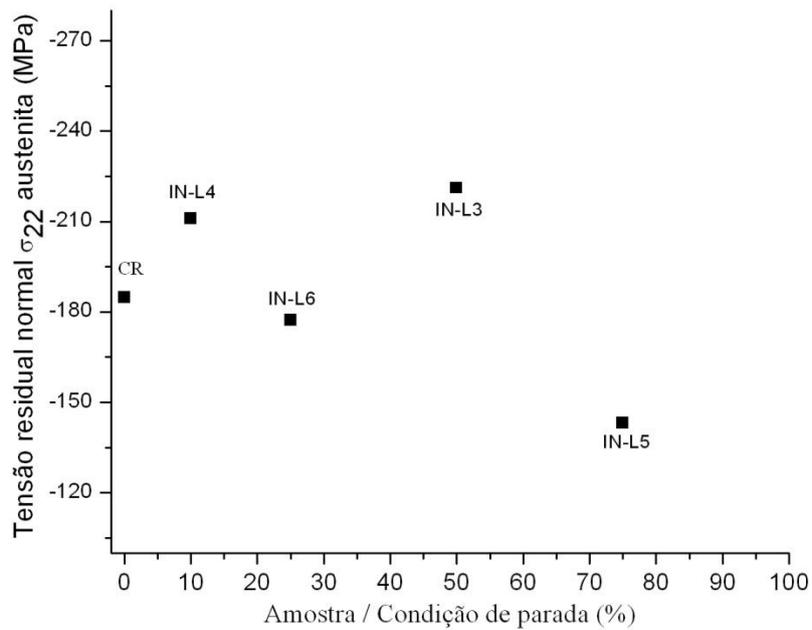


FIG 5.5: Tensão residual da fase austenita de amostras com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ referentes a: (a) tensão residual em σ_{11} e (b) tensão residual em σ_{22} .



(a)



(b)

FIG 5.6: Tensão residual da fase austenita de amostras com taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ referentes a: (a) tensão residual em σ_{11} e (b) tensão residual em σ_{22} .

A fim de avaliar os efeitos da preparação metalográfica sobre a quantificação de tensão residual, a partir da transformação de fase, analisou-se o segundo grupo de amostras de ensaio de tração, sem e com preparação metalográfica. Para as amostras sem lixamento/polimento mecânico só houve quantificação de tensão para aquela como-recebida. Neste caso, obteve-se tensão compressiva para a fase austenita de $\sigma_{11} = -32,6$ e $\sigma_{22} = -46,7$ Mpa, TAB 4.12, valores estes muito diferentes daqueles obtidos

anteriormente com polimento mecânico ($\sigma_{11} = -199,2$ MPa e $\sigma_{22} = -184,7$ MPa) TAB 4.7. Para as amostras sem preparação metalográfica que passaram por transformação de fase, deformadas nas condições de parada de 70 e 95% não foi possível quantificar a tensão porque o erro experimental resultante foi muito elevado. Após analisar estas mesmas amostras polidas mecanicamente os valores decrescentes de tensão residual voltaram a se repetir (TAB 4.13). Um fato importante a mencionar é que os erros experimentais das amostras que passaram por transformação de fase foram maiores em relação ao da amostra como-recebida. Este fato pode estar atrelado a sensibilidade do equipamento utilizado para quantificar a tensão residual, produzida por transformação de fase, a partir de maiores deformações na rede cristalina, causada pela transformação martensítica.

De posse dos resultados, observou-se que o aço inoxidável austenítico 304L submetido à quantificação de tensão residual, após passar por lixamento/polimento mecânico resultou em um estado de tensão compressiva decrescente conforme evoluiu a transformação de fase. O real perfil da tensão residual após a transformação de fase sofreu influência do lixamento prévio e polimento mecânico posterior ao qual o material foi submetido, isto foi observado ao se analisar a amostra como-recebida sem preparação metalográfica. A tensão de cisalhamento gerada durante o preparo, combinada às tensões já existentes na estrutura cristalina possivelmente levou a este estado de tensão compressiva decrescente. Como sabe-se os diferentes tipos de tensão aplicada durante a transformação de fase leva a diferentes tendências da curva de transformação, o mesmo conseqüentemente é válido para a tensão residual resultante da transformação de fase. Como observado no estudo de MARTINS, *et al.* (2004) o real perfil da tensão residual é determinado a partir de um método de remoção de camada superficial eficiente para que este não leve a resultados indesejados. Neste caso, o preparo de amostras para análise de tensão residual deve ser através do polimento eletrolítico. Conforme trabalho de MÉSZÁROS e PROHÁSZHA (2005) a transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) é acompanhada por expansão volumétrica e isto leva a grandes tensões residuais compressivas na microestrutura cristalina.

5.5 DUREZA VICKERS

De acordo com os resultados do ensaio de dureza Vickers, FIG 5.7, na condição de parada de 10% a dureza foi maior para a amostra deformada na maior taxa de deformação $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, porém na condição de parada de 25% foi observado aproximadamente o mesmo valor de dureza Vickers nas duas diferentes taxas ($5,55 \times 10^{-3}$ e $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Acima dessa carga de parada as amostras deformadas na menor taxa de deformação $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ apresentaram maiores valores de dureza devido a uma maior transformação de fase obtida. Isto sugere que a microestrutura austenítica sofreu reforço pela fase martensítica, que é intrinsecamente mais resistente, em conjunto com alguma austenita encruada resultante desta transformação. Observa-se que a dureza resultante da transformação de fase a partir do incremento das cargas de parada se mostra muito superior à dureza da amostra como-recebida.

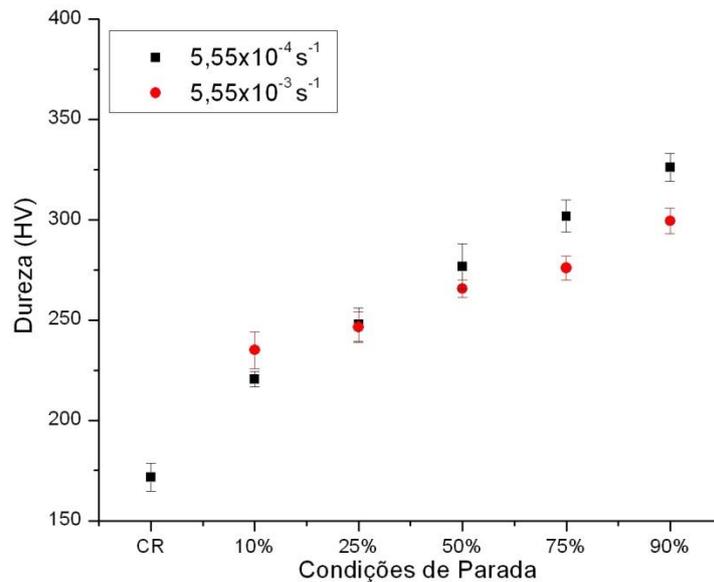


FIG 5.7: Dureza Vickers na superfície da chapa *versus* condição de parada das amostras deformadas nas duas diferentes taxas de deformação plástica.

Como pode ser observado na TAB 4.15 o desvio padrão das amostras deformadas na maior taxa de deformação plástica $5,55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ diminuiu conforme aumentou a deformação plástica do material até ser atingida a carga de parada de 50%, a partir daí o desvio padrão voltou a aumentar até a carga máxima de parada de 90%. Por outro lado o desvio padrão das amostras que foram deformadas plasticamente na menor taxa de deformação de $5,55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sofreu comportamento oposto. Este aumentou com

a deformação plástica até a carga de parada de 50%, depois sofreu decréscimo contínuo quando o material foi deformado nas cargas de parada 75% e 90%. A partir desses resultados conclui-se que quanto maior o desvio padrão maior será a heterogeneidade microestrutural presente no material naquela condição de análise, devido a distintas frações e distribuições volumétricas da martensita transformada e da austenita não transformada com diferentes níveis de encruamento internos associados às orientações cristalinas de seus grãos.

Ao realizar comparação, do mesmo material, entre os resultados obtidos por VIEIRA (2011) das medidas de dureza na seção transversal à direção de laminação, a $\frac{1}{4}$ de espessura da chapa (FIG 2.36), com os resultados obtidos neste trabalho a partir de medições na superfície da chapa (FIG 5.7), observa-se que em ambos os casos foram obtidos resultados semelhantes. Porém, para as amostras em que as medidas foram realizadas a $\frac{1}{4}$ da espessura, os valores médios de dureza foram maiores em relação às medidas realizadas na superfície da chapa. Por outro lado, ao analisar os resultados obtidos por OLIVEIRA, *et al.* (2013) com o estudo envolvendo chapas deste mesmo lote de material, foi constatado através de ensaio de dureza Vickers que a dureza do material sofreu diminuição ao longo da espessura da como-recebida (FIG 2.40). Estas avaliações foram realizadas na superfície da chapa, a $\frac{1}{4}$ e a $\frac{1}{2}$ de espessura do material. Em análises posteriores OLIVEIRA constatou, através das técnicas de DRX e Ferritoscopia, que o conteúdo de martensita também foi menor nestas camadas mais internas do material. Estas observações podem indicar que as medidas de dureza, realizadas neste estudo de dissertação, foram efetuadas provavelmente em regiões mais próximas ao centro da espessura do material, por resultar em valores inferiores aos de VIEIRA (2011). Isto pode estar associado a uma leve segregação de soluto no centro da espessura devido à evolução do processo de solidificação das placas que dão origem às chapas laminadas. Que mesmo com a utilização de processos industriais que busquem minimizar este efeito, como o próprio processo de laminação a quente em conjunto com o tratamento térmico posterior, a segregação de soluto não é completamente eliminada. Logo, em função da natureza composicional, elementos de liga, são provocadas modificações no comportamento mecânico assim como àquelas associadas à transformação de fase. Uma outra possibilidade está associada à heterogeneidade de deformação da superfície ao centro da chapa devido aos processos de laminação.

6 CONCLUSÃO

Com base nos experimentos realizados nesta dissertação pode-se concluir que:

- Ocorre maior transformação martensítica em uma menor taxa de deformação plástica associada a incrementos de cargas de parada;
- As técnicas Ferritoscopia e Difração de Raios-X permitiram acompanhar de forma efetiva à evolução da transformação de fase. Porém, as mesmas só podem ser comparadas se houver distribuição uniforme de martensita no material em análise;
- O polimento mecânico não introduziu transformação de fase significativa no preparo das amostras;
- O polimento mecânico empregado não foi eficiente em remover por completo a camada modificada pelo lixamento, o qual provocou aumento da tensão residual;
- A tensão residual diminuiu conforme evoluiu a transformação martensítica;
- A dureza do material sofreu reforço crescente conforme evolução da transformação martensítica.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Quantificação de tensão residual utilizando-se polimento eletrolítico. Será quantificado o real estado de tensão residual no material após a transformação de fase;
- Ensaios de tração uniaxial a distintas temperaturas e/ou taxas de deformação permitirão um maior conhecimento sobre a influência dos fatores temperatura, taxa e nível de deformação plástica sobre a transformação martensítica no aço inoxidável austenítico 304L;
- Análises de EBSD para o estudo da microtextura e a relação de orientação resultante da transformação de fase como também análise quantitativa da fração transformada;

Estes estudos enriquecerão o universo sobre a transformação de fase em aço inoxidável austenítico do tipo 304L.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMAR, K. De; MURDOCK, D.C.; MATAYA, M.C.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K.; **Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction**, Scripta Materialia 50 (2004), pp.1445-1449.
- ANGEL, T.; **Formation of Martensite in Austenitic Steels**, J. Iron Steel Inst., 5(1954), pp.165-174.
- ARPAN, Das; SIVAPRASAD, S.; GHOSH, M.; CHAKRABORTI, P.C.; TARAFDER, S.; **Morphologies and characteristics of deformation induced martensite during tensile deformation of 304 LN stainless steel**, Materials Science and Engineering A 486(2008), pp. 283-286.
- ARPAN, Das; TARAFDER, S.; **Experimental investigation on martensitic transformation and fracture morphologies of austenitic stainless steel**, International Journal of Plasticity 25(2009), pp.2222-2247.
- BERRAHMOUNE, M.R.; BERVEILLER, S.; INAL, K.; PATOOR, E.; **Delayed cracking in 301LN austenitic steel after deep drawing: Martensitic transformation and residual stress analysis**, Materials Science and Engineering A 438-440 (2006), pp.262-266.
- BERTOL, H.C., **Determinação de Critérios para Aceitação de Medidas de Dureza Realizadas com Durômetros Portáteis em Regiões de Soldas**; Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS, pp. 85, 2009.
- BHADESHIA, H.K.D.H.; **Martensitic Transformation**, Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition), 2001, pp.5203-5206.
- BHADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K., **Steels Microstructure and Properties**, Elsevier Ltd, 3^o ed., pp.357, 2006.
- BLECK, W; **Proceedings of International Conference on TRIP – High Strength Ferrous Alloys**, Bélgica, pp.29-43, 2002.
- COSTA, R.C.S.; RAMALHO, G.L.B.; LOPES, D.F.A.; EDEIROS, F.N.S.; MEDEIROS, L. C. L.; BRUNO, A. D. S.; **Avaliação da sensitização do aço inoxidável AISI 304L através de imagens micrográficas**, 3^o Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo & Gás, Rio de Janeiro, Salvador - BA, 2005.
- CHERKAOUI, M.; BERVEILLER, M.; SABAR, H.; **Micromechanical Modelling of Martensitic Transformation Induced Plasticity (TRIP) in Austenitic Single Crystals**, International Journal of Plasticity, Vol. 14, n^o17, pp.597-626, 1998.
- CINA, B.; J. Iron Steel Inst. (1954) 791.
- COHEN, M.; OLSON, G.B.; CLAPP, P.C.; **On the Classification of Displacive Transformations Martensite**, Procedure of International Conference on Martensitic Transformations, ICOMAT 1979, Massachusetts.

- CULLITY, B.D.; **Elements of X-Ray Diffraction**, 2^a ed., Addison-Wesley Publishing Company, 1978.
- DIETER, G.E.; **Metalurgia Mecânica**, 2^a ed., Ed. Guanabara Dois, RJ, pp.653, 1981.
- FOURLARIS, G.; GLADMAN, T.; **Microscopical Characterisation of Martensite Formation in a Metastable Austenitic Stainless Steel**, Colloque C5, Supplément au Journal de Physique III, pp.423-428, 1997.
- FUNAKUBO, H.; **Shape Memory Alloys - Precision Machinery and Robotics**, Versão Inglesa traduzida do Japonês por J. B. Kennedy. Gordon and Breach Science Publishers, 1987.
- GUIMARÃES, L.R.; **Estudo de Parâmetros Experimentais Envolvidos na Determinação de Macrotensões Residuais, em Tubos de Aço Inoxidável, pelo Método da Difração de Raios-X**, Dissertação de Mestrado; Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, SP, pp.92, 1990.
- GOBBO, L.A.; **Aplicação da Difração de Raios-X e método de Rietveld no estudo de Cimento Portland**, Tese de Doutorado, USP, São Paulo - SP, pp.273, 2009.
- GOBBO, L.A.; REKHI, S.; **Introduction to Quantitative X-ray Texture Analysis**, XRD Course Texture - Panalytical, SP, 48 slides, 2009.
- HONEYCOMBE, R.W.; BHADESHIA, H.K.DH; **Steels, Microstructure and Properties**, London: Edward Arnold, 1981.
- IAWAMOTO, T.; TSUTA, T.; TOMITA, Y.; **Investigation on Deformation Mode Dependence of Strain-Induced Martensitic Transformation in TRIP Steels and Modelling of Transformation Kinetics**, Elsevier Science, Vol. 40, pp.173-182, 1998.
- KUZ'MIN, G.K.; **Establishment of Residual Stresses During Martensitic Transformation of Steel**, Translated from Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov, n.2, pp.7-11, 1986.
- LINGAMANAİK, S.N.; CHEN, B.K.; **Thermo-mechanical Modelling of Residual Stresses Induced by Martensitic Phase Transformation and Cooling During Quenching of Railway Wheels**, Journal of Materials Processing Technology 211, pp.1547-1552, 2011.
- LU, J.; **Handbook of Measurements of Residual Stress**, Vol. 2, Ed. SEM, 2^a ed., pp. 417, 2005.
- LUO, Q., JONES, A.; **High - precision determination of residual stress of polycrystalline coatings using optimised XRD-sin²ψ technique**, Surface & Coatings Technology 205(2010), pp.1403-1408.

- MARTINS, C.O.D.; STROHAECKER, T.R.; ROCHA, A.S.; HIRSCH, T.K.; **Comparação entre Técnicas de Análise de Tensões Residuais em Anéis de Rolamento do Aço ABNT 52100**, Revista Matéria, Vol.9, n.1, pp.20-28, 2004.
- MCCUSKER, L.B.; DREELE, R.B.V; COX, D.E.; LOUER, D.; SCARD, P.; **Rietveld refinement guidelines**, Journal of Applied Crystallography 32(1999), pp.36-50.
- MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J.; **Magnetic investigation of the effect of – martensite on the properties of austenitic stainless steel**, Journal of Materials Processing Technology 161(2005), pp.162-168.
- OLIVEIRA, I.S.de; PAULA, A.S.; MARCELO, C.C.; ANDRADE, J.G.; VIEIRA, T.F.; ALMEIDA, G.M.; PESSANHA, L.M.; FREITAS, M.C.S.; **Avaliação da Fração de Martensita pré-existente em chapa de Aço Inoxidável 304L Laminado a frio e Recozido**; 50 Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos-Internacional, Ouro Preto – MG, Brasil, pp.485-494, 2013.
- OLSON, G.B; COHEN, M.; **A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations**, Journal of Less Common Metal 28(1972), pp.107-118.
- Operators Manual FERITSCOPE® FMP30, **Determination the ferrite content of austenitic and DUPLEX stainless steel and determination of the ratio of martensite in austenitic stainless steels**, Institutfür Elektronik und Messtechnik, Sindelfingen Germany, pp.240, 2008.
- PAULA, A.S.; CARDOSO, M.C.; VIEIRA, T.F.; ANDRADE, J.G.; MONTEIRO, G.A.; MOREIRA, L.P.; FREITAS, M.C.S; **Kinetics and Structural Evolution of 304L Stainless Steel with TRIP Effect when submitted to Uniaxial Tensile test under distinct Strain Rates**, 67th ABM International Congress, Rio de Janeiro - RJ, 2012, pp. 2050-2061.
- PREVÉY, P.S.; RESEARCH, L.; **X-ray Diffraction Residual Stress Techniques**, Metals Handbook, 10, Metals Park: American Society for Metals, pp.380-392, 1986.
- POST, J.; DATTA, K.; BEYERC, J.; **A macroscopic constitutive model for a metastable austenitic stainless steel**; Materials Science and Engineering A 485(2008), pp.290-298.
- PITELLA, R.M.; **Determinação de Tensões Residuais em Aço C45 PBK em Condições Limites de Usinagem**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná - PR, pp.158, 2003.
- RIETVELD, H.M.; **Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement**, Acta Cryst. 22(1967), pp.151-152.
- RIETVELD, H.M., **A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures**, J. Appl. Cryst. 2(1969), pp.65-71.

- ROCHA, M.R.; OLIVEIRA, C.A.S. de; TAVARES, S.S.; **Estudo das Correlações entre a Conformabilidade de Chapas de Aço Austenítico e suas Microestruturas**, 8º Congresso Iberoamericano de Engenharia Mecânica, 2007.
- RYOO, Do Y.; KANG, N.; KANG, C.Y.; **Effect of Ni content on the tensile properties and strain-induced martensite transformation for 304 stainless steel**, Materials Science and Engineering A 528 (2011), pp. 2277-2281.
- SAHU, P.; M. De; KAJIWARA, S.; **Microstructural characterization of stress-induced martensites evolved at low temperature in deformed powders of Fe-Mn-C alloys by the Rietveld method**, Journal of Alloys and Compounds 346(2002), pp.158-169.
- SITKO, M.; SKOCZEN; WRÓBLEWSKI, A; **FCC–BCC phase transformation in rectangular beams subjected to plastic straining at cryogenic temperatures**, International Journal of Mechanical Sciences 52(2010), pp.993-1007.
- SITKO, M.; SKOCZEN, B.; **Effect of γ - α' phase transformation on plastic adaptation to cyclic loads at cryogenic temperatures**, International Journal of Solids and Structures 49(2012) 613-634.
- SOARES, M.C.B.V.; **Influência das Tensões Residuais no Comportamento em Fadiga e Fratura de Ligas Metálicas**, Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo - SP, pp.126, 1998.
- TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HANNINEN, H.; **Comparison of different methods for measuring strain induced α' -martensite content in austenitic steels**, Materials Science and Technology, Vol.20, pp.1506-1512, 2004.
- VIANA, C.S.C.; LOPES, A.M.; **Texturas de transformação de fases**, Workshop sobre Textura e Relações de Orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de Grão, pp.131-142, SP, 2001.
- VIEIRA, T.F.; **Caracterização Microestrutural de Aço Inox Austenítico 304L**, Trabalho de Conclusão de Curso, UFF - Volta Redonda, RJ, pp.61, 2011.
- VILLA, M.; GRUMSEM, F.B.; PANTLEON,K.; SOMERS, M.A.J.; **Martensitic transformation and stress partitioning in a high-carbon steel**; Scripta Materialia, Vol. 67(6), pp.621-624, 2012.
- WANG, J.A.; VALENZUELA, M.A.; BOKHIMI, X.; **Crystalline structure refinements of a series of catalytic materials with the Rietveld technique**, Physicochemical and Engineering Aspects 179(2001), pp.221-227.
- YANG, J.B.; YANG, Z.G.; NAGAI, Y.; HASEGAWA, M.; **A crystallographic model of fcc/bcc martensitic nucleation and growth**, Acta Materialia 58(2010), pp.1599-1606.
- ZACKAY, V.F.; PARKER, E.R.; MORRIS, J.W.; THOMAS, G.; **The Application of Materials Science to the Design of Engineering Alloys**, Materials Science and Engineering, 16(1974), pp.201-221.