

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA CELSO SUCKOW
DA FONSECA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
ENGENHARIA MECÂNICA**

LUIZA LEÃO FONSECA MARTINEZ RODRIGUES

**ANÁLISE DOS EFEITOS DA DEFORMAÇÃO A FRIO EM AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**RIO DE JANEIRO
2021**

LUIZA LEÃO FONSECA MARTINEZ RODRIGUES

**ANÁLISE DOS EFEITOS DA DEFORMAÇÃO A FRIO EM AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS**

Projeto final apresentado em cumprimento às normas do Departamento de Educação Superior do CEFET/RJ, como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica

Orientador: Prof. Dr. Humberto Nogueira Farneze

**RIO DE JANEIRO
2021**

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

R696 Rodrigues, Luiza Leão Fonseca Martinez
Análise dos efeitos da deformação a frio em aços inoxidáveis
austeníticos / Luiza Leão Fonseca Martinez Rodrigues — 2021.
73f.: il.(algumas color). ; enc.

Projeto Final (Graduação) Centro Federal de Educação
Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2021.
Bibliografia : f. 70-73
Orientador: Humberto Nogueira Farnese

1. Engenharia mecânica. 2. Aços inoxidáveis austeníticos.
3. Martensita. 4. Deformações (Mecânica). II. Farnese, Humberto
Nogueira (Orient.). III. Título.

CDD 621

Dedico este trabalho a minha filha Maria Luiza,
minha primogênita, que está sempre comigo.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por estar sempre comigo em todas as etapas da minha vida.

Ao meu marido Wallace dos Reis Rodrigues e minha filha Maria Luiza Martinez Rodrigues, que estão sempre ao meu lado.

Aos meus pais Marcelo Pinto Martinez e Debora Paes Fonseca, pelo dom da vida, incentivo e ajuda nos meus estudos.

Aos meus sogros, avós e amigos, pelo incentivo e pela compreensão nos momentos de ausência.

Ao meu querido professor e orientador Humberto Nogueira Farneze (D.Sc), por toda a ajuda e paciência ao longo deste trabalho.

A todos os professores e colegas do CEFET, pelo ensino e ajuda durante toda a faculdade.

RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA) são normalmente utilizados em componentes de processo que operam em um vasto intervalo de temperaturas. Em geral, durante a fase final do processo de fabricação de tubos, arames, chapas e outras formas geométricas, os AIA costumam ser conformados por deformação plástica a frio. Tal processo pode conduzir à formação de martensita induzida por deformação (MID) dependendo principalmente da energia de falha de empilhamento (EFE) da liga. Por outro lado, determinados componentes de processo construídos em AIA que operam em serviços cíclicos, tais como autoclaves e outros vasos de pressão, também podem experimentar deformação plástica localizada, impactando nas propriedades mecânicas e resistência à corrosão nas referidas regiões. Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo levantar o estado da arte no que concerne os efeitos da transformação martensítica induzida por deformação nos AIA. Os resultados da pesquisa indicaram uma grande susceptibilidade de transformação martensítica por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos com baixo teor de carbono, provocando maiores valores de dureza, mesmo quando aplicados baixos níveis de deformação verdadeira. No que tange à resistência à corrosão, os aços austeníticos que sofreram transformação martensítica por deformação ficaram mais susceptível à corrosão por pites. As análises obtidas permitem verificar uma influência significativa da martensita induzida por deformação (MID) nas propriedades do material estudado quando encruado.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis austeníticos; Martensita induzida por deformação; Propriedades mecânicas, Resistência à corrosão.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels (ASS) are typically used in process components that operate over a wide range of temperatures. In general, during the final stages of the manufacturing process of pipes, tubes, wires, sheets, and other geometric shapes, AAs are usually cold formed. Such cold formed lead to the formation of deformation induced martensite (DIM) depending mainly on the Stacking Fault Energy (SFE) of the alloy. On the other hand, certain ASS process components that operate in cyclical services, such as autoclaves and pressure vessels can also experience local plastic deformations, impacting the mechanical properties and corrosion resistance in those regions. In this context, the present work aims to explore, through literature research, the main state of the art regarding the consequences of DIM in ASS, the main effects of martensitic transformation by cold plastic deformation in austenitic stainless steels. The research results indicated a high susceptibility to martensitic transformation due to deformation in austenitic stainless steels with lower carbon content, leading to higher hardness values, even when applying low levels of true strain. Regarding corrosion resistance, austenitic steels containing DIM were more susceptible to pitting corrosion. Therefore, this Works indicates a significant influence of the Deformation Induced Martensite in the properties of the studied material after cold work.

Keywords: Austenitic stainless steels; Deformation Induced Martensite; Mechanical properties, Corrosion resistance.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	9
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	10
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS.....	10
2.2 ELEMENTOS DE LIGA E SEUS EFEITOS.....	12
2.3 MICROESTRUTURA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS.....	14
2.4 RESISTÊNCIA MECÂNICA.....	17
2.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO.....	19
2.6 FENÔMENO DE SENSITIZAÇÃO.....	20
2.7 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA POR DEFORMAÇÃO A FRIO.....	22
2.8 RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS.....	27
2.8.1 A Passivação dos Aços Inoxidáveis Austeníticos.....	28
2.8.2 Corrosão Intergranular.....	30
2.8.3 Corrosão por Pites.....	32
2.9 CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS....	33
3 DISCUSSÃO.....	37
3.1 EFEITOS NA MICROESTRUTURA.....	37
3.2 EFEITOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	45
3.3 EFEITOS NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO.....	56
4 CONCLUSÃO.....	68
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	69
REFERÊNCIAS.....	70

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA), que formam o maior grupo de aços inoxidáveis produzidos, são capazes de apresentar boa combinação de resistência mecânica, trabalhabilidade, e ainda elevada resistência à corrosão. Apesar disso, algumas aplicações em aços austeníticos podem desencadear o fenômeno da sensitização, acarretando corrosão intergranular no material. Além disso, outro fenômeno que merece destaque devido suas consequências muitas vezes serem consideradas deletérias, é a transformação martensítica. Algumas pesquisas [1, 2] estudaram o efeito da deformação plástica na transformação martensítica de aços inoxidáveis austeníticos (AIA). É importante salientar que comumente diversos processos de conformação mecânica a frio, como forjamento, dobramento, laminação, etc. são utilizados na fabricação de peças e componentes em AIA, como na fabricação de tubos, arames e chapas, o que pode conduzir à formação de martensita induzida por deformação (MID). Dentro dos estudos que envolvem esse fenômeno está a avaliação da fração volumétrica precipitada de martensita, para diversos AIA, em função do grau de deformação verdadeira imposta.

O conhecimento da cinética do processo de transformação martensítica e seus efeitos é de grande interesse no que tange às propriedades obtidas durante o processamento final dos aços inoxidáveis austeníticos (AIA).

Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo levantar o estado da arte que envolve a transformação martensítica induzida por deformação em aços inoxidáveis austeníticos. Para atingir o objetivo estabelecido foi utilizada a seguinte metodologia:

- Revisão bibliográfica dos principais conceitos que descrevem as características dos aços austeníticos, características microestruturais, transformação martensítica por deformação, resistência à corrosão e embasamento da técnica avançada para caracterização microestrutural.

- Discussão de resultados apresentados em artigos científicos que envolvem pesquisas sobre a influência da transformação martensítica induzida por deformação na microestrutura, propriedades mecânicas e resistência à corrosão dos principais aços inoxidáveis Austeníticos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Os aços inoxidáveis são uma classe de aços resistentes à corrosão devido, principalmente, ao teor de cromo acima de 11%, que é responsável por formar uma camada passiva de óxido na superfície do metal protegendo-o da corrosão [3]. Além do cromo, também há outros elementos de liga que compõem os aços inoxidáveis gerando alterações microestruturais e nas propriedades mecânicas, podendo ainda afetar a resistência à corrosão dependendo do teor de elementos, do processamento térmico, dentre outros fatores. Devido a esses diferentes teores de elementos de ligas, os aços inoxidáveis são divididos em aços da série 400 (ferríticos e martensíticos) e série 300 (austeníticos).

Apesar do cromo caracterizar-se por ser um elemento fundamental nos aços inoxidáveis, a presença de níquel é responsável por aumentar a resistência a corrosão e estabilizar a fase gama. Quantidades significativas de níquel estão presentes nos aços inoxidáveis austeníticos por ser um estabilizador da fase gama (austenita), cuja estrutura é cúbica de faces centradas (CFC) e não-magnética [4].

Os aços inoxidáveis austeníticos formam a maior parte dos aços inoxidáveis utilizados, possuem excelente resistência à corrosão mesmo em atmosferas agressivas e em condições onde requer altas temperaturas ou condições criogênicas, e também não apresentam temperatura de transição dúctil-frágil. Por isso as aplicações dos AIA são tanto nos meios comuns, como a confecção de talheres, quanto na arquitetura e indústria, na fabricação de tubos, arames ou vasos de pressão.

Os aços AISI 304, 301 e 201, são os mais comuns dentre os aços inoxidáveis austeníticos, conhecidos também pela sua composição 18/8 (18% de cromo e 8% de níquel) [5]. Eles compõem um subgrupo chamados *lean*, que são a maior porção de AIA produzidos, por ter boa soldabilidade e conformabilidade. Além disso, a principal diferença dos aços *lean* é na sua alta taxa de endurecimento, pois devido à instabilidade da austenita o aço sofre transformação martensítica induzida por deformação à frio, aumentando a taxa de endurecimento e diminuindo a ductilidade [6].

Entretanto, para algumas aplicações esses AIA não são recomendados. Com o aprimoramento dos aços inoxidáveis, novas classes foram sendo formadas para aplicações onde se requer melhores propriedades, como exemplificado na Figura 1, que demonstra os efeitos

dos elementos de liga nas propriedades dos AIA para diferentes finalidades à partir do aço inoxidável 304, segundo à norma americana AISI (American Iron and Steel Institute) [4,5].

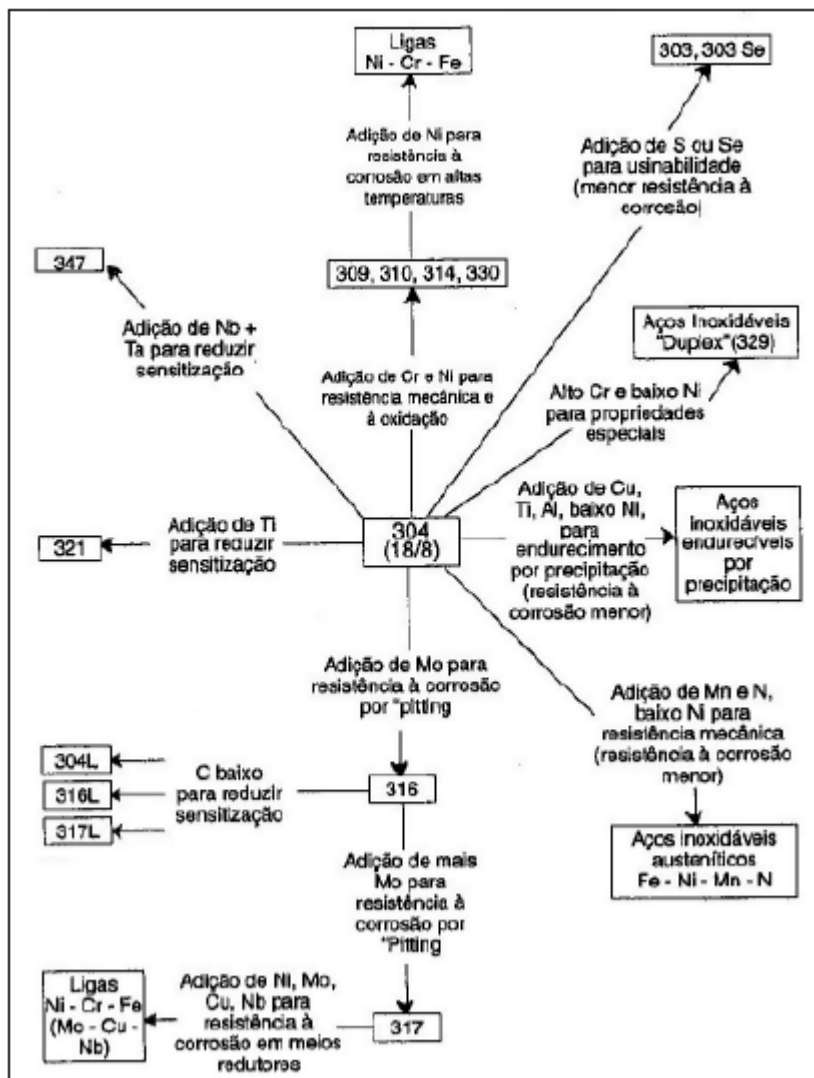


Figura 1 – Modificações de composição à partir do AIA AISI 304, visando propriedades especiais [4].

Além da resistência mecânica, observa-se na Figura 1 ligas desenvolvidas para suprir a necessidade da produção de aços inoxidáveis cada vez mais resistentes à corrosão, seja para aplicações em meios agressivos ou em altas temperaturas. Neste sentido, a composição química torna-se fundamental para estas aplicações. Nos aços 316 e 317 há adição de molibdênio para a melhoria da resistência à corrosão por pites. Os aços 321 e 347, estabilizados ao titânio e ao nióbio respectivamente, são utilizados para evitar a sensibilidade, assim como as ligas de menor teor de carbono, 304L, 306L e 317L [4].

2.2 ELEMENTOS DE LIGA E SEUS EFEITOS

Os elementos de liga são responsáveis não só por garantir a microestrutura austenítica e suas características, garantindo a estabilidade da fase austenítica, como também são adicionados outros elementos para melhoria de propriedades de acordo com a aplicabilidade do material, como foi observado na Figura 1. Visto isso, são destacados cada elemento de liga e seus respectivos efeitos nos AIA.

- Carbono: Esse elemento, apesar de ser estabilizador da fase austenítica e contribuir para a resistência mecânica dos aços em geral, é um elemento onde teores maiores são indesejáveis. A solubilidade do carbono na austenita diminui com a redução da temperatura, logo, para ligas com teores acima de 0,03%C, uma breve permanência entre cerca de 500 e 900°C pode ocasionar a formação de carbeto de cromo, $M_{23}C_6$ nos contornos de grão, e conseqüentemente, provocar sensitização, que será melhor abordada no item 2.6 deste trabalho, e por isso, com o desenvolvimento de novas tecnologias para se reduzir o carbono da liga, foram criados a classe “low carbon” e também o desenvolvimento de algumas ligas de alta performance (HPASS) [7, 8].

- Cromo: Como já mencionado, é o elemento mais importante presente nos AI, melhorando a resistência à corrosão. O cromo é um elemento ferritizante, e por isso seu aumento pode desestabilizar a austenita, além de favorecer fases intermetálicas na liga [7].

- Níquel: Melhora a resistência à corrosão e é um estabilizador da austenita. Quanto maior seu teor, maior a lupa austenítica, sendo esta a sua principal função nos AIA. Além disso, o níquel pode favorecer a formação de fases intermetálicas para aumento da resistência mecânica [7].

- Nitrogênio: Tem efeito de endurecimento e é um forte estabilizador da austenita, além de melhorar a resistência mecânica e a resistência à fadiga. O nitrogênio também é útil pois aumenta a solubilidade do carbono na matriz austenítica, retardando a cinética de precipitação de carbeto de cromo, o que evita a sensitização [6].

- Molibidênio: É um estabilizador da ferrita, e por isso, sua presença em grandes quantidades nos aços austeníticos pode ocasionar um desequilíbrio de fases pela presença de ferrita residual. A adição de molibidênio ajuda a evitar a trinca à quente, que pode ser gerada na sua solidificação, e também o aumento da resistência à corrosão por pites e por frestas [5], utilizados com maior teor nos aços 316 e 317 já citados na Figura 1. Além disso, pode promover a formação de fases intermetálicas e precipitação de carbeto, que afetam a tenacidade e resistência à corrosão do aço [8].

- Manganês: O manganês é utilizado em pequenas porcentagens como estabilizador da austenita, reduzindo, assim, a necessidade de maiores teores de níquel. Historicamente, foi utilizado o manganês nos AIA em detrimento da menor disponibilidade de níquel após a Segunda Guerra Mundial, que economicamente seria mais viável, ajudando também na resistência à corrosão [9].

- Titânio e Nióbio: Os AIA estabilizados ao titânio ou ao nióbio, que é o caso dos aços AISI 321 e AISI 347, respectivamente, reduzem a susceptibilidade à sensitização dos aços através da maior afinidade de ligação para a formação de carbeto. Com isso, esses elementos evitam a formação de carbeto de cromo [6].

Na Tabela 1 estão presentes as composições dos AIA principais para efeitos comparativos, segundo a norma AISI.

Tabela 1 - Principais elementos de liga de alguns aços inoxidáveis austeníticos da norma AISI. Adaptado [4].

Designação	C (máx)	Mn (máx)	Si (máx)	Cr	Ni	Outros
301	0,15	2,0	1,0	16,0-18,0	6,0-8,0	-
302	0,15	2,0	1,0	17,0-19,0	8,0-10,0	-
303	0,15	2,0	1,0	17,0-19,0	8,0-10,0	P=0,2; S=0,15
303Se	0,15	2,0	1,0	17,0-19,0	8,0-10,0	P=0,2; Se=0,15
304	0,08	2,0	1,0	18,0-20,0	8,0-10,5	-
304L	0,03	2,0	1,0	18,0-20,0	8,0-12,0	-
304N	0,08	2,0	1,0	18,0-20,0	8,0-10,5	N= 0,10-0,16
308	0,08	2,0	1,0	19,0-21,0	10,0-12,0	-
309	0,20	2,0	1,0	22,0-24,0	12,0-15,0	-
310	0,25	2,0	1,5	24,0-26,0	19,0-22,0	-
314	0,25	2,0	1,5-3,0	23,0-26,0	19,0-22,0	-
316	0,08	2,0	1,0	16,0-18,0	10,0-14,0	Mo= 2,0-3,0
316L	0,03	2,0	1,0	16,0-18,0	10,0-14,0	Mo= 2,0-3,0
306N	0,08	2,0	1,0	16,0-18,0	10,0-14,0	Mo= 2,0-3,0; N=0,10-0,16
317	0,08	2,0	1,0	18,0-20,0	11,0-15,0	Mo=3,0-4,0
317L	0,03	2,0	1,0	18,0-20,0	11,0-15,0	Mo=3,0-4,0
321	0,08	2,0	1,0	17,0-19,0	9,0-12,0	Ti= 5xC
330	0,15	2,0	1,5	14,0-17,0	33,0-37,0	-
347	0,08	2,0	1,0	17,0-19,0	9,0-13,0	Nb=10xC

2.3 MICROESTRUTURA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Apesar dos aços inoxidáveis serem classificados em ferríticos, martensíticos e austeníticos, não garante que sejam compostos de uma única fase. Além de um AIA ter uma microestrutura quase que totalmente austenítica, pode conter pequenas porcentagens de ferrita, precipitação de carbeto, nitretos, fases intermetálicas e martensita induzida por deformação, em que pode ser a martensita α' (fase martensítica com estrutura cristalográfica TCC) e ε (fase martensítica HCP), que serão abordadas mais no item 2.7.

O diagrama de equilíbrio utilizado para a visualização da microestrutura dos aços inoxidáveis de acordo com a temperatura é o diagrama Fe-Cr representado na Figura 2. Observa-se o pequeno campo austenítico situado à esquerda, à baixos teores de cromo e que se limita à temperatura entre 850 e 1400°C. Observa-se que a partir de 12-13% de Cr, à qualquer temperatura, há presença unicamente de ferrita. Apesar disso, é possível obter um aumento da lupa austenítica a partir da adição de elementos estabilizadores da austenita, como níquel, carbono, nitrogênio e manganês [4].

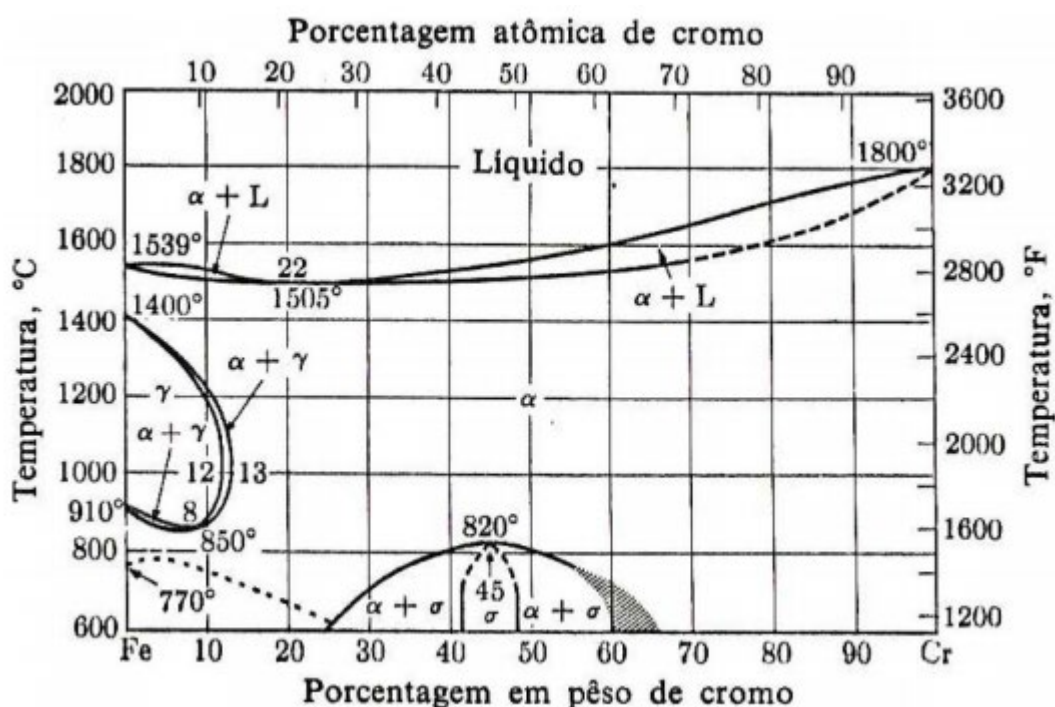


Figura 2 – Diagrama Fe-Cr (O Estado da Arte da Precipitação de Fase Sigma em Aços Inoxidáveis Austeníticos: Foco na Liga AISI 316L) [4].

Com isso, é possível estimar a microestrutura da liga pelos elementos ferritizantes ou austenitizantes denominados, respectivamente, por cromo equivalente (Cr_{eq}) e níquel equivalente (Ni_{eq}). As diversas expressões na literatura permitem a utilização de diagramas onde é possível destacar as regiões austeníticas, como nos diagramas de Schaeffer (Figura 3) e Delong (Figura 4). Os diagramas também são úteis para prever a quantidade de ferrita em metais de solda, em que o diagrama de Delong se mostra mais detalhado no teor de ferrita presente na matriz austenítica [4,6].

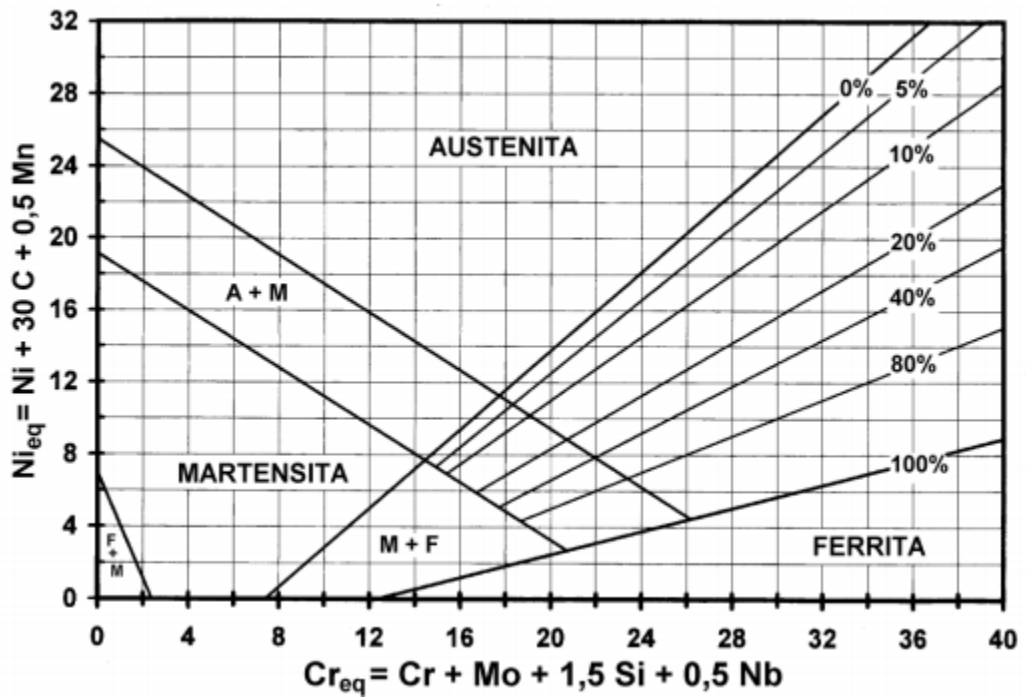


Figura 3 – Diagrama de Schaeffer [4].

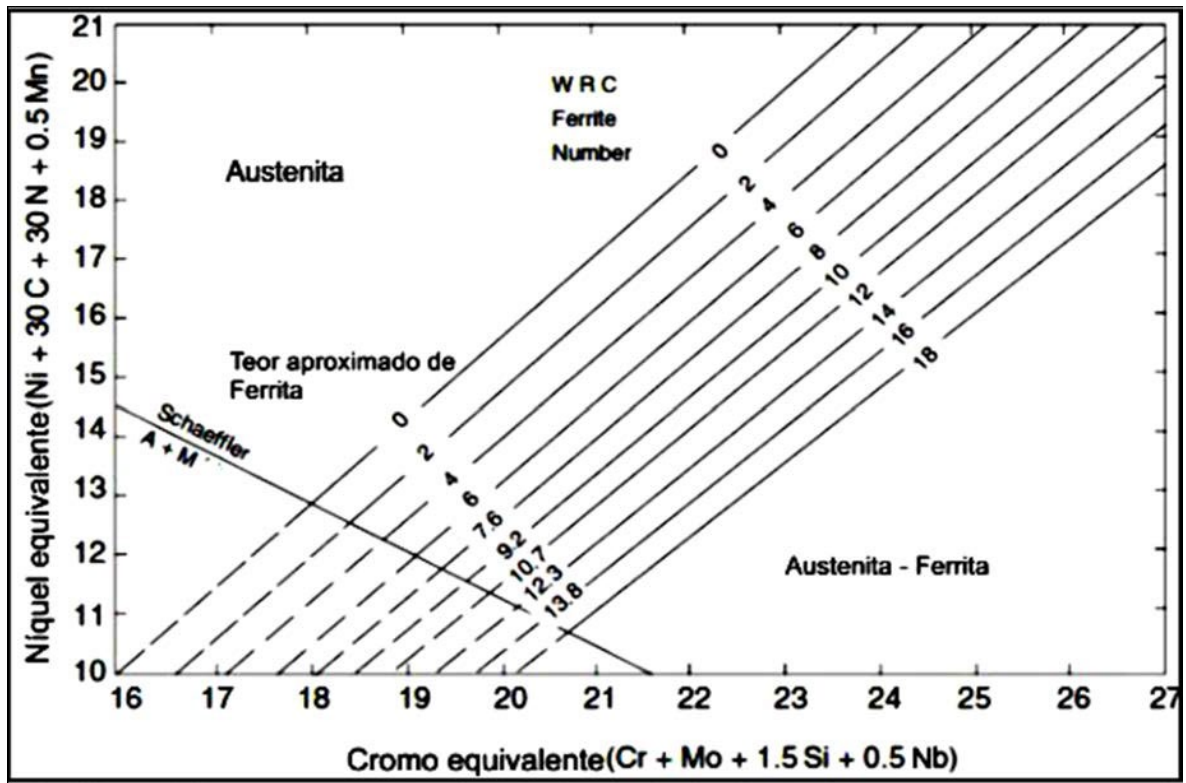


Figura 4 – Diagrama de Delong [4].

Além das fases mencionadas, há também possibilidade de formação de fases intermetálicas, também chamadas fases secundárias, cujas mais comuns nos aços inoxidáveis austeníticos são as fases sigma (σ), a fase chi (χ) e a fase de Laves (η). Para a precipitação de uma fase intermetálica podem ser necessárias centenas de horas de exposição em um dado intervalo de temperatura, e as suas frações volumétricas comparativamente muito reduzidas, de até, no máximo 10% em alguns casos. Essas fases são indesejáveis nos aços inoxidáveis austeníticos e sua precipitação depende de elementos de liga que são estabilizadores dessas fases [4].

Dentre as fases deletérias, a fase sigma (σ) é a mais estudada, sua estrutura é tetragonal, e é mais comum nos aços com ferrita δ . A sua precipitação pode ser encontrada no sistema binário Fe-Cr ilustrado no diagrama da Figura 2. Além do sistema Fe-Cr, outros sistemas também ocorre a fase sigma (σ), como Fe-Nb, Fe-Mo, e Fe-V, e por isso é uma fase deletéria na liga, pois empobrece a matriz desses elementos, fragilizando o material, com o comprometimento da resistência à corrosão [4,10].

A fase chi (χ) é uma fase cúbica que também é prejudicial, pois empobrece a matriz dos mesmos elementos que a fase sigma (σ), mas costuma ser mais deletéria em aços com teores maiores de carbono e molibdênio, sendo encontrado em sistemas de Fe-Cr-Mo e Fe-Cr-Ni-Ti. Já a fase de Laves (η), hexagonal, e que ocorre mais frequentemente nos austeníticos, causa empobrecimento na matriz em Ti, Nb e Mo. Pode acarretar perda de ductilidade e considerável endurecimento por precipitação [4].

2.4 RESISTÊNCIA MECÂNICA

O aço inoxidável austenítico, de uma maneira geral, possui limite de resistência na faixa de 450 a 750 MPa e limite de escoamento de 200 a 250 Mpa, como pode ser observado na Tabela 2. Dentre os aços inoxidáveis, somente o martensítico é endurecível por tratamento térmico, e por isso, tendem a possuir LR e LE altos. Apesar de os AIA comuns não possuírem valores de resistência mecânica atrativos quando comparados, por exemplo, aos aços endurecíveis por precipitação e aos martensíticos, eles apresentam boa ductilidade e tenacidade, que permitem muitas operações de conformação mecânica a frio, além de boa resistência à fluência, o que faz deles uma ótima seleção para aplicações à altas temperaturas [11].

Tabela 2 – Propriedades mecânicas à temperatura ambiente segundo ASTM A240 de alguns AIA solubilizados. Adaptado [11]

Material	Limite de resistência (MPa)	Limite de escoamento (MPa)	ϵ (%) em 50 mm mín	HB máx
AISI 301	515	205	40	217
AISI 304	515	205	40	201
AISI 316	515	205	40	217
AISI 316L	485	170	40	217
AISI 316LN	515	205	40	217
AISI 317	515	205	40	217
AISI 317L	515	205	40	217
AISI 317LN	550	240	40	217
AISI 321	515	205	40	217
AISI 347	515	205	40	217
AISI 904L	420	220	35	201

Apesar do limite de resistência e escoamento baixos, podem ser endurecíveis por precipitação. Além desse mecanismo de endurecimento utilizado, os aços austeníticos são os únicos que apresentam alto grau de encruamento que deve-se, principalmente à baixa energia de falha de empilhamento que a fase austenítica apresenta, e com isso, alcançar uma ótima resistência aliada a ductilidade [4].

Esse incremento da resistência mecânica por deformação plástica também é dado por transformações martensíticas no aço, em que a fase austenítica (γ), CFC e não-magnética pode se transformar em martensita épsilon (ϵ), HCP, paramagnética, ou em martensita (α'), CCC, magnética [7]. Isso explica o fato de alguns processos de fabricação como a estampagem ou conformação a frio possuírem características magnéticas apenas em partes do material onde sofreram maiores deformações [5].

2.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

A solubilização é um tratamento térmico no qual, por definição, todos os átomos de soluto são dissolvidos para formar uma solução sólida monofásica [3]. No caso dos AIA, ele é utilizado para garantir a manutenção da fase austenítica à temperatura ambiente por meio de um aquecimento a uma dada temperatura, a fim de remover modificações estruturais que podem ocorrer oriundas de processos de fabricação.

Além disso, esse tratamento é útil também para dissolver os carbeto que podem estar precipitados na matriz, principalmente carbeto de cromo, e por isso é por meio da solubilização que se restabelece as propriedades de um AIA sensibilizado, homogeneizando o cromo na estrutura do material. A solubilização é usada também para a redução de tensões residuais desenvolvidas, por exemplo, na soldagem, evitando a corrosão sob tensão.

A temperatura do tratamento é relativamente alta, acima do mínimo necessário para se garantir que o material foi solubilizado. A Tabela 3 apresenta a faixa de temperatura de solubilização de alguns aços inoxidáveis austeníticos.

Tabela 3 – Faixas de temperaturas para solubilização de alguns aços Inoxidáveis austeníticos [12].

Tipo	Temperatura (°C)
201, 202	1010~1120
303	1010~1120
304, 306, 308	1010~1120
304L	1010~1120
309	1040~1120
310	1040~1065
314	1040~1120
316	1040~1120
317	1040~1105
316L, 317L	1040~1105
321	955~1065
347, 348	980~1065

O tempo de manutenção da temperatura depende das dimensões da peça a ser solubilizada. Para espessuras da ordem de 1,0 a 3,0 mm, por exemplo, o tempo apropriado é de 3 a 5 minutos [9]. Após a manutenção do material na temperatura correspondente, ele é resfriado rapidamente para se evitar a precipitação de carbeto. O resfriamento costuma ser em água, ou em ar para peças de menor espessura.

2.5 FENÔMENO DE SENSITIZAÇÃO

Um aço inoxidável austenítico se torna sensitizado quando submetido a faixa de temperatura entre 425 e 850°C por certo período de tempo, onde favorece a precipitação de carbeto do tipo $M_{23}C_6$. Esse tipo de carbeto tende a se precipitar preferencialmente em contornos de grão, contornos de macla, no interior dos grãos em discordâncias e também na interface de inclusões. Com isso, a precipitação de carbetos de cromo se torna deletéria para o aço inoxidável austenítico devido ao empobrecimento de cromo na matriz, cujo teor diminui para formar o carbeto, e assim, prejudicando a camada passiva da liga causando a corrosão intergranular, principalmente na presença de meios ácidos [5,6].

A sensitização pode ocorrer em muitas aplicações em que a liga seja submetida à essa faixa de temperatura. Exemplos mais comuns são tratamentos térmicos para alívio de tensões, tratamentos térmicos indevidos, serviços em que o material é mantido em altas temperaturas e na ZTA (zona termicamente afetada) de uma junta soldada [13].

Apesar do fenômeno de sensitização ser prejudicial para o material, é útil como uma operação para se avaliar sua susceptibilidade à corrosão intergranular, e por isso o material é mantido na faixa de temperaturas e tempo necessárias para seu estado sensitizado [9]. Para isso, faz-se necessário, observando a Figura 5, a manutenção da peça a ser tratada termicamente por determinado tempo e temperatura necessários para que ocorra a precipitação de carbeto de cromo e assim, garanta a sensitização do material.

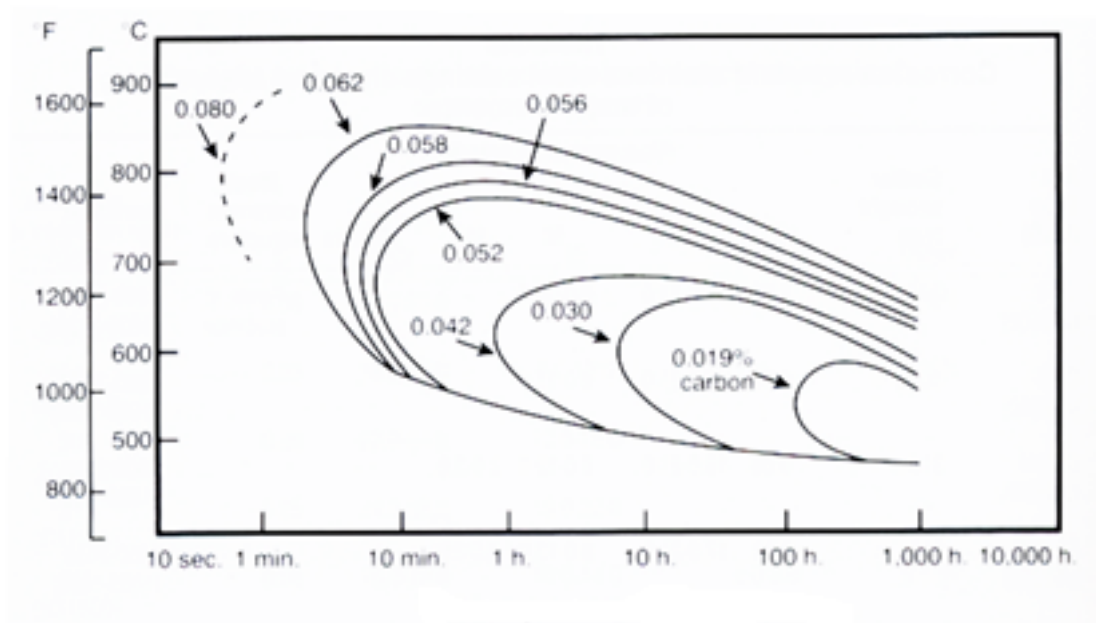


Figura 5 – Curva de tempo-temperatura-sensitização para ligas do tipo AISI 304 contendo diversos teores de carbono [13].

Observa-se também na Figura 5 a influência do teor de carbono no grau de sensitização do material, dado que o carbono é responsável pela formação dos carbeto. Por este motivo, uma das maneiras de se evitar este fenômeno é reduzindo a quantidade de carbono da liga, pois reduz a possibilidade da formação dos carbeto, e por isso que os aços 304L, 316L e 317L são mais resistentes à formação de carbeto que os aços 304, 316 e 317, e por isso são utilizados na fabricação de equipamentos que trabalham com meios capazes de provocar corrosão em materiais sensitizados [5].

A termodinâmica de precipitação dos carbeto de cromo depende da solubilidade do teor de carbono presente na liga a uma dada temperatura. A solubilidade do carbono nos aços austeníticos é reduzida, em torno de 0,4% na solidificação do material, e diminui a medida em que a temperatura diminui, de modo que quando atinge a temperatura específica de supersaturação na liga, o carbono fica disponível para a formação de carbeto pela sua rápida difusão nessa faixa de temperatura conhecida, susceptível à sensitização [14].

Como a difusão dos carbeto de cromo ocorrem nos contornos de grãos, as áreas vizinhas aos contornos de grão chegam a uma porcentagem crítica de cromo, abaixo do que se considera um aço inoxidável. Além disso, esta região empobrecida de cromo se torna muito instável, e com isso, nela propicia a transformação martensítica induzida por deformação à frio [6].

Com o próprio resfriamento após a sensitização pode também ocorrer a formação da fase martensítica α' pelo aumento da temperatura de início da transformação martensítica (M_i), que será abordado no item 2.7. O surgimento desta fase ocorre devido ao empobrecimento de cromo, e por isso torna mais suscetível a presença de martensita próxima aos contornos de grão [14]. Além disso, a presença dessa fase nos contornos de grão pode estar ligada à corrosão sob tensão [16].

Uma outra maneira de evitar a sensitização é pela adição de alguns elementos de liga formadores de carbeto, que se combinarão com o carbono presente no material por maior afinidade ao carbono que ao cromo, evitando a formação dos carbonetos de cromo, como é o caso dos aços 321, estabilizado ao titânio, e 347, estabilizado ao nióbio. Essa adição de elementos de liga é realizada no material por meio de um tratamento térmico de estabilização para que haja a precipitação desses carbeto. Os aços estabilizados, além da resistência à corrosão intergranular, adquire também outras melhorias em suas propriedades como dureza e resistência à fluência. Além disso, são mais eficientes para evitar a sensitização que as ligas reduzidas em carbono.

2.7 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA POR DEFORMAÇÃO A FRIO

A transformação martensítica é uma transformação adifusional em estado sólido. Ocorre por cisalhamento de planos cristalográficos por nucleação e crescimento da fase martensítica à partir da austenita. A microestrutura resultante possui uma alta resistência mecânica devido ao aumento de discordâncias [11].

Dois tipos de martensita podem ocorrer na transformação: a martensita ϵ , de estrutura cristalográfica HCP e paramagnética e α' , TCC e ferromagnética. De uma maneira geral, a quantidade de martensita aumenta com o aumento do grau de deformação, com a diminuição da temperatura em que o material está sendo deformado e com a taxa com que é deformado [4].

As transformações martensíticas nos AIA podem ocorrer através de transformação espontânea (térmica) e transformação induzida por plasticidade (TRIP) [11]. Na Figura 6 observa-se o crescimento da energia livre química, G , da fase mãe (austenita) e a fase produto (martensita) à medida a temperatura diminui. A transformação, portanto, é energeticamente favorável na temperatura de equilíbrio, quando as energias livres das fases mãe e produto são iguais. Portanto, quando $T < T_{equilíbrio}$ a austenita passa a ser metaestável até que ocorra a transformação de fases [6,17].

Abaixo estão expostas algumas das equações elaboradas, considerando M_i e M_{d30} em °C e os elementos de liga em porcentagem em peso. M_{d30} é a temperatura na qual 50% de α' é obtida para uma deformação verdadeira de 0,3 no ensaio de tração. Vale ressaltar que as fórmulas não se referem à formação de ϵ , pois os estudos relacionados à formação de ϵ são mais raros, e por isso não existem fórmulas empíricas que prevejam a temperatura de transformação como as de α' [6, 11]

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

$$M_i = 1350 - 1665(C + N) - 28(Si) - 33(Mn) - 42(Cr) - 61(Ni) \quad (2)$$

$$M_i = 1302 - 42(Cr) - 61(Ni) - 33(Mn) - 28(Si) - 1667(C + N) \quad (3)$$

$$M_{d30} = 413 - 462(C + N) - 9,2(Si) - 8,1(Mn) - 13,7(Cr) - 18,5(Mo) \quad (4)$$

$$M_{d30} = 497 - 462(C + N) - 9,2(Si) - 8,1(Mn) - 13,7(Cr) - 18,5(Mo) \quad (5)$$

A Tabela 4 expõe resultados obtidos em trabalhos anteriores de alguns autores para alguns aços inoxidáveis para fins comparativos das temperaturas de transformação, baseado nas equações (2), (3) e (4) [6, 11]. A tabela exemplifica quantitativamente que a temperatura de transformação induzida por deformação se torna bastante superior à temperatura de início da transformação espontânea.

Tabela 4 – Temperaturas M_i e M_{d30} para AIA. Adaptado [6, 11]

Amostra	M_i (°C)	M_{d30} (°C)
AISI 301LN	- 161,8	19,1
AISI 316L	- 179,6	- 67,1
AISI 304L	- 135	35
AISI 304	-173	20

Com a ocorrência de deformação à frio, parte da energia utilizada para a deformação (cerca de 10%) é armazenada no material na forma de defeitos pontuais, discordâncias e falhas de empilhamento. Nesse contexto, as falhas de empilhamento nos metais se tornam um importante fator para a compreensão da sua influência no encruamento dos aços inoxidáveis austeníticos [4].

As falhas de empilhamento dificultam a movimentação das discordâncias e os mecanismos de aniquilação e poligonização. Quanto maior o número de falhas, mais tensão necessária para deformar plasticamente o material. Quanto mais baixa a EFE, maior o número de falhas para uma mesma energia cedida.

A nucleação da martensita α' pode ocorrer nas sequências $\gamma \rightarrow \alpha'$ e $\delta \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, onde a segunda sequência ocorre, geralmente, através da nucleação assistida por deformação. De maneira geral, a ocorrência e quantidade das dessas duas possíveis fases martensíticas formadas dependem da energia de falha de empilhamento (EFE), da composição do aço, temperatura, velocidade e o modo de deformação.

Nesse contexto, estudos apontaram que a ocorrência de ε é associada às falhas de empilhamento, para energias de falha de empilhamento (EFE) baixas ($<20 \text{ mJ/m}^2$), como são os casos de alguns AIA exemplificados na Tabela 5. Num ensaio de tração de um aço AISI 304 foi verificada a formação de martensita ε com níveis baixos de deformação plástica alcançando um pico para uma deformação de aproximadamente 5%, e diminuindo gradualmente até zero com o aumento da deformação, enquanto a martensita α' experimenta um incremento contínuo, levando a sequência de transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ [6].

Tabela 5: Energia de falha de empilhamento para AIA reportados na literatura [18].

Ligas	EFE (mJ/m ²)
301LN	7,4
304	17,8
304L	18,0
305	34,0
310S	94,0
316	78,0
316L	50,8
310SN	42,9

A falha de empilhamento pode ser produzida por deformação plástica numa rede CFC à partir de deslizamentos de planos que dão origem à uma mudança na sequência de empilhamentos, em que a sequência de empilhamento de um material de estrutura cúbica de face centrada (CFC) ABCABC é transformada em ABCACAB. E assim, comparando a sequência de empilhamento falhada com uma sequência de empilhamento de estrutura HCP, observa-se que onde há a falha é gerada uma pequena região HC. Sendo assim, a região do defeito de empilhamento atua como sítio de nucleação da martensita (ϵ), que antecede a nucleação da martensita α' [6, 19].

Quanto aos efeitos da transformação martensítica, podem ser tanto positivos quanto negativos, pois aumenta a dureza e resistência mecânica, visto que os aços austeníticos não possuem resistência mecânica acentuada, mas podem ocorrer também aumentos locais na dureza, o que é uma propriedade não uniforme no material, e difícil de ser controlada, além de prejudicar a ductilidade da liga [6]. Por conta disso, seu estudo é importante devido às aplicações e processos de fabricação que os aços inoxidáveis austeníticos se submetem e que pode conduzir a formação martensítica por deformação. Figura 7 mostra a microestrutura do aço AISI 321 com -0,17 de deformação verdadeira (ϵ_V). Além da EFE e a metaestabilidade da austenita, a transformação martensítica também é influenciada pelo tamanho de grão, taxa e temperatura de deformação [20].

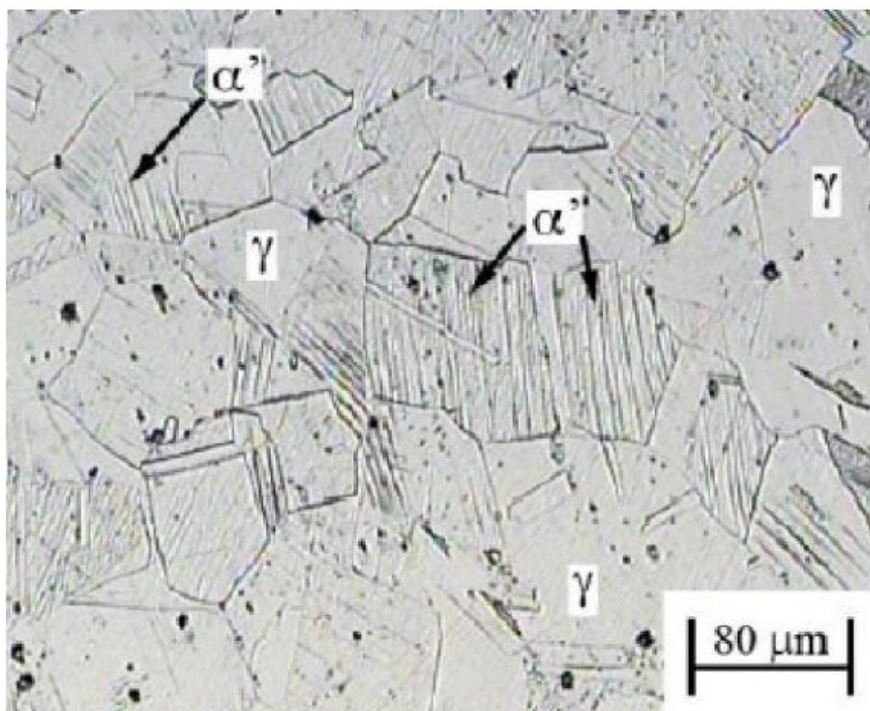


Figura 7 - Microestrutura do aço AISI 321 com $\epsilon_v = -0,17$. Ataque: ácido oxálico 10% [6].

2.8 RESISTÊNCIA A CORROSÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Nos países desenvolvidos, os problemas relacionados à corrosão nos metais têm um custo de aproximadamente 3% do PIB, e por isso foram desenvolvidos materiais com alta resistência à corrosão. São utilizadas, então, técnicas como pinturas nas superfícies das peças metálicas, revestimentos, metalizações para minimizar os problemas, entretanto, o desenvolvimento dos aços inoxidáveis conseguiu suprir a demanda de materiais onde a corrosão é indesejável por comprometer suas aplicações [5,9].

A resistência à corrosão dos aços inoxidáveis não se comporta como Au e Pt e outros metais nobres que são inertes ao meio corrosivo, porque as ligas ferrosas reagem com bastante facilidade [5]. Entretanto, devido ao fenômeno da passivação que essas ligas apresentam, o material se torna resistente à corrosão na presença de meios oxidantes pela formação da camada passiva, que se dá principalmente pela presença de teores de cromo, que nos aços inoxidáveis se dá com maior propriedade pelo seu teor, exemplificado através da Figura 8 a influência da porcentagem de cromo, que se dá com maior eficiência com cerca de 11% [9].

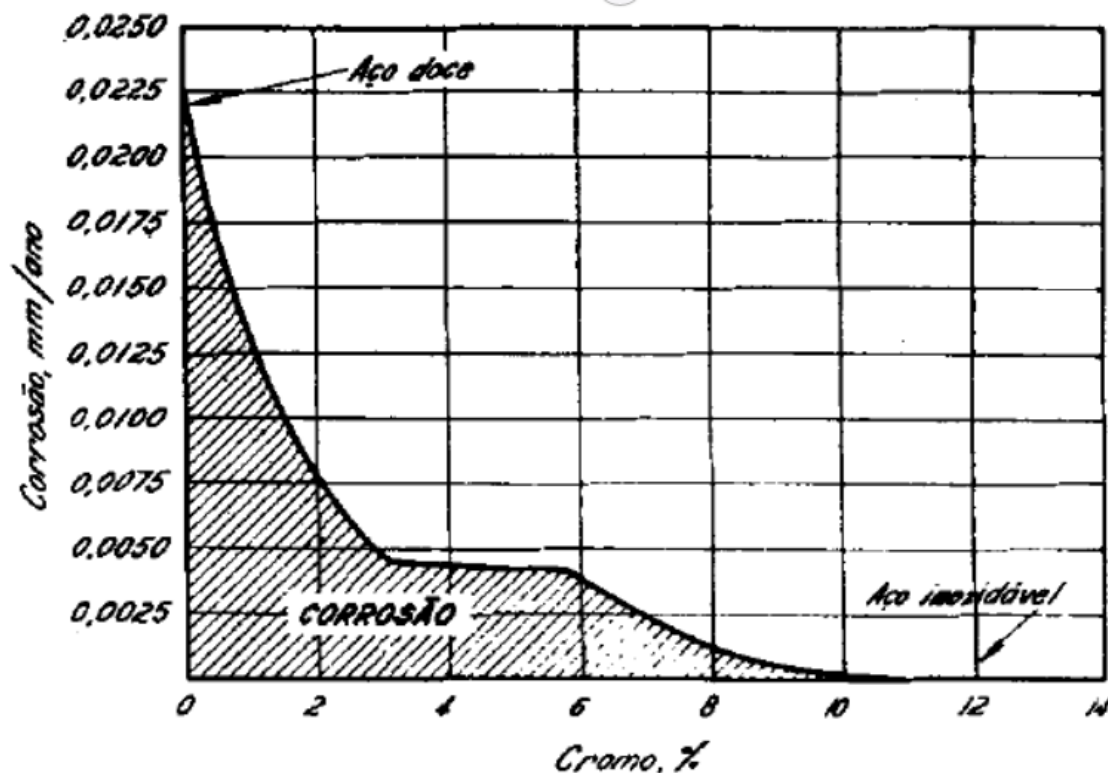


Figura 8 – Gráfico da passivação dos aços-cromo expostos durante 10 anos à uma atmosfera industrial [3].

2.8.1 A Passivação de Aços Inoxidáveis Austeníticos

O fenômeno da passivação caracteriza-se pela formação de um filme fino de óxido, favorecido na presença de meios oxidantes, e altamente aderente à superfície do metal, que serve como uma barreira de proteção contra a corrosão adicional. Além do cromo, a passivação também é exibida por outros elementos como, ferro, níquel, titânio e muitas das ligas desses metais, como nos aços inoxidáveis, que contém a quantidade suficiente de cromo que permite a formação da camada passiva [3].

A diferença de comportamento entre um aço inoxidável e outro material que não exhibe a passivação em um determinado meio é exemplificada na Figura 9, com o traçado de curvas da velocidade da corrosão *versus* concentração de oxidante no meio. Observa-se que quanto mais se aumenta a concentração de oxidante, maior é a velocidade da corrosão [5].

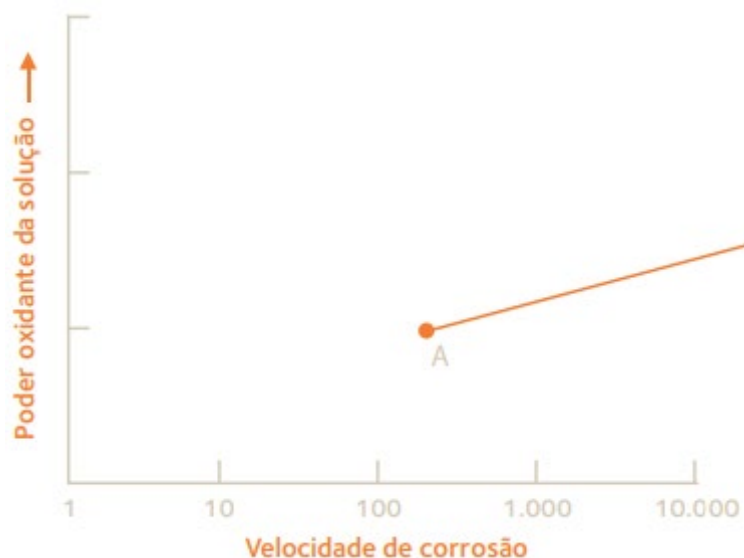


Figura 9 – Velocidade de corrosão de um material que não exibe passivação [5].

Já o comportamento do aço inoxidável em atmosfera oxidante, pode-se observar na Figura 10 que do ponto A ao ponto B, semelhante à figura anterior, apresenta também uma elevada velocidade de corrosão, se comportando primariamente como um metal não sujeito à passivação. Porém, depois de atingida uma determinada concentração de oxidante (ponto B), o meio será suficientemente oxidante provocando a formação do filme passivo e a velocidade de corrosão cairá bruscamente não voltando a crescer com novos aumentos da concentração de oxidante. Quando esta concentração é muito alta, novos aumentos na velocidade de corrosão poderão acontecer. Essas três fases são exibidas na figura como a fase de atividade, passividade e transpassividade [5].

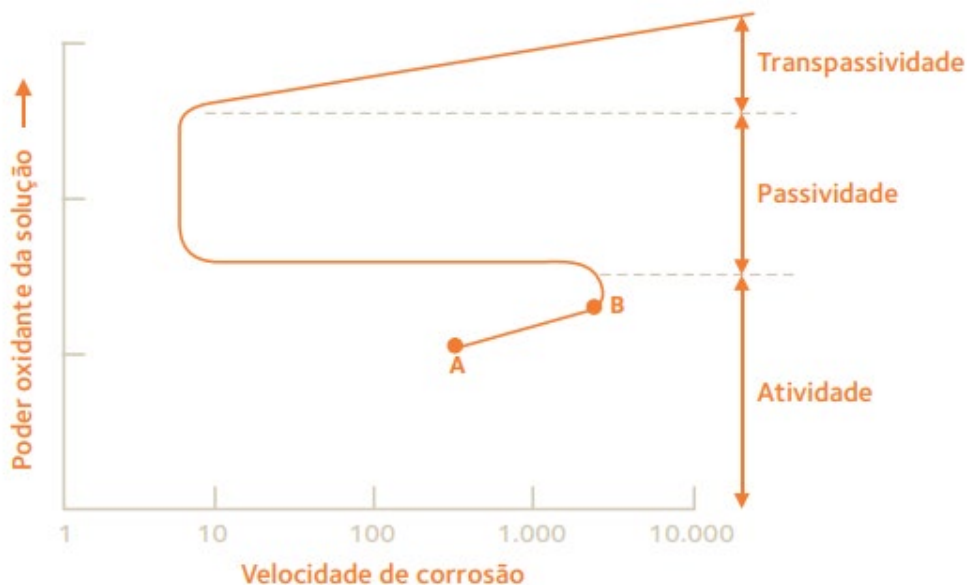


Figura 10 – Velocidade de corrosão de um material que exibe passividade (aço inoxidável) [5].

2.8.2 Corrosão Intergranular

A corrosão intergranular é uma forma de ataque localizado em que uma faixa estreita do material é corroído. Ocorre principalmente no aço inoxidável austenítico, e também nas ligas de cobre e alumínio. Esse tipo de corrosão ocorre pela formação de carbeto de cromo que se precipitam preferencialmente nos contornos de grão. Para a precipitação desses carbeto, que ocorrem nos contornos de grão, há um empobrecimento de cromo nas regiões vizinhas como ilustrado na Figura 11, o que prejudica a formação da camada passiva [3].

Por conta disso, evita-se a corrosão intergranular garantindo baixos teores de carbono nos aços, visto que o carbono é necessário para a formação dos carbeto, e por isso o aço AISI 304L é melhor recomendado para aplicações onde se exige uma temperatura de trabalho onde geralmente o aço AISI 304 não seria uma melhor opção, como já comentado. Uma outra alternativa para se evitar esse tipo de corrosão são os aços estabilizados ao titânio ou ao nióbio, pois estes elementos formam carboneto preferencialmente ao cromo, evitando, assim, a precipitação de Cr_2C_6 [5, 6].

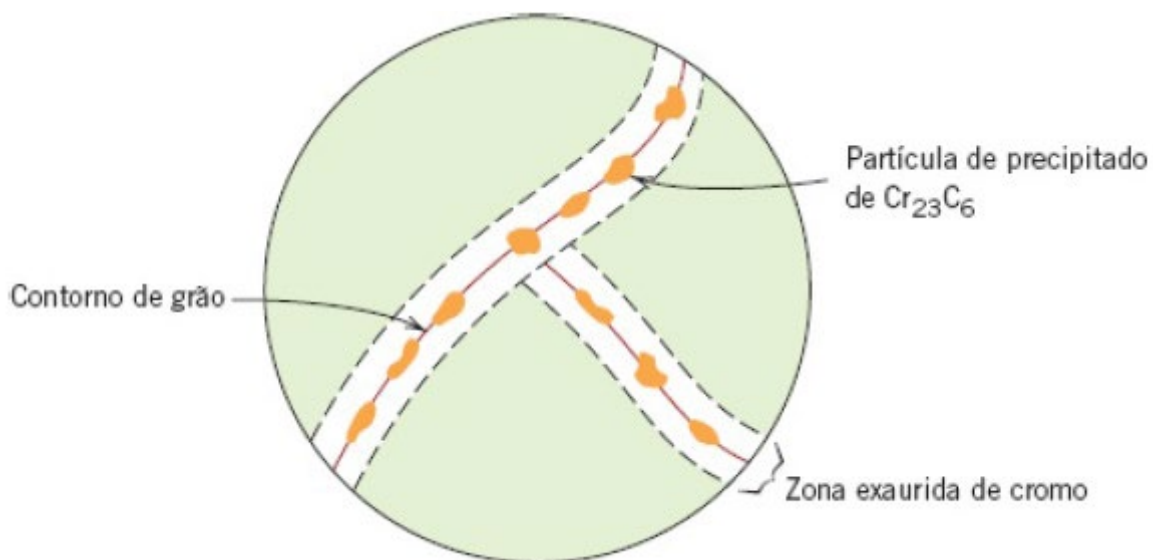


Figura 11 – Esquema da corrosão intergranular [13].

A Figura 12 mostra a corrosão intergranular causada num cordão de solda em um aço inoxidável. As ranhuras foram causadas pela sensibilização do material, visto que o processo de soldagem requer temperaturas elevadas, e que nos AIA é uma faixa de temperaturas onde o material se sensibiliza. Esse problema é prejudicial nos processos de soldagem, sendo também denominado de corrosão em torno de cordão de solda.

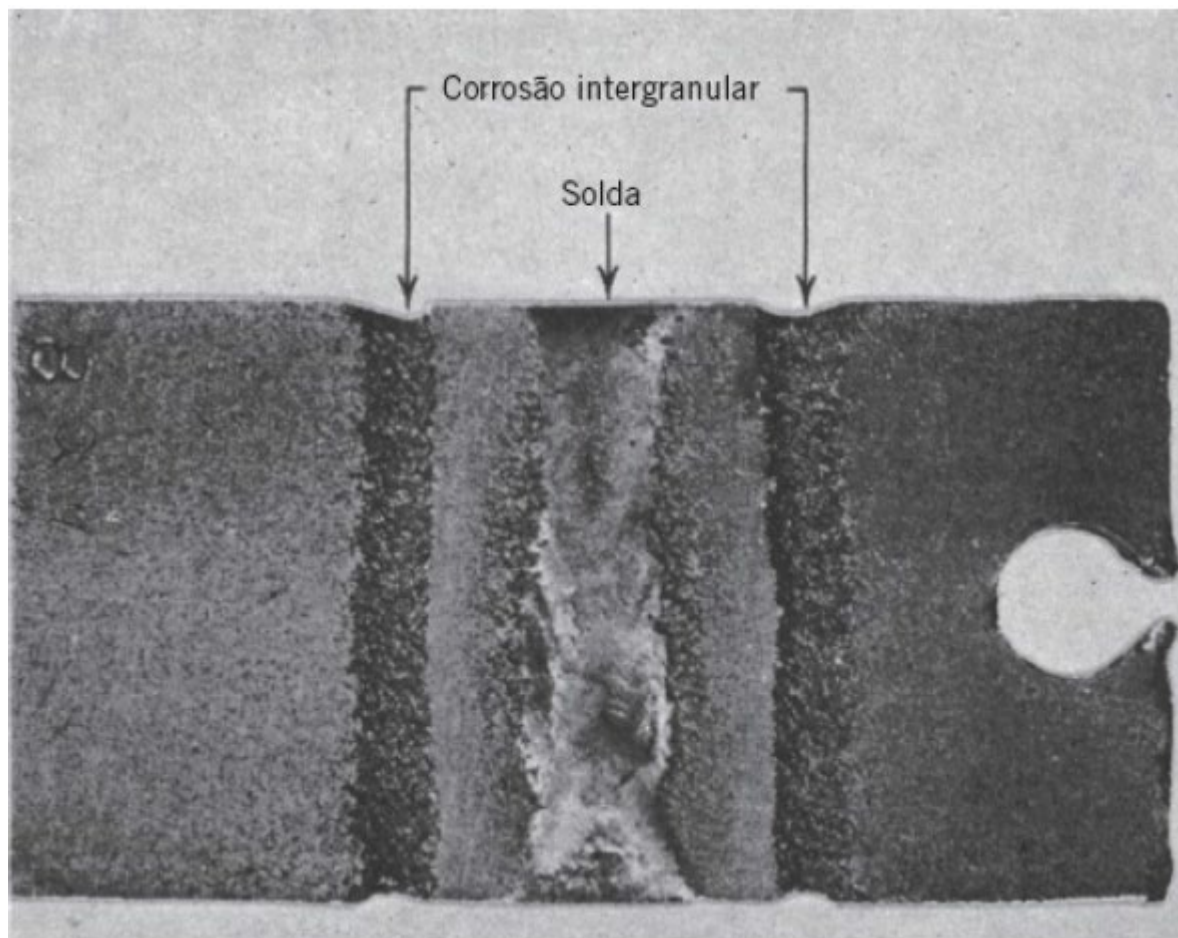


Figura 12 – Corrosão em torno de cordão de solda [3].

2.8.3 Corrosão por Pites

A corrosão por pites é um tipo de corrosão localizada. São cavidades com diâmetro variando de microns a milímetros e que pode perfurar um material num tempo relativamente curto. Os aços inoxidáveis austeníticos, apesar de se possuírem o filme passivo, são susceptíveis à corrosão por pites principalmente quando submersos em soluções aquosas contendo apreciáveis concentrações de Cl^- e Br^- . O cloro penetra na camada de óxido através de poros e defeitos mais facilmente do que outros íons. Os fatores que causam esse tipo de corrosão podem ser o aumento da concentração do íon causador, a diminuição do PH do meio e o aumento de temperatura. A Figura 13 mostra a influência da temperatura na corrosão por pites em peças de aço inoxidável superferrítico sujeitas à uma solução de cloreto de ferro [4, 21].

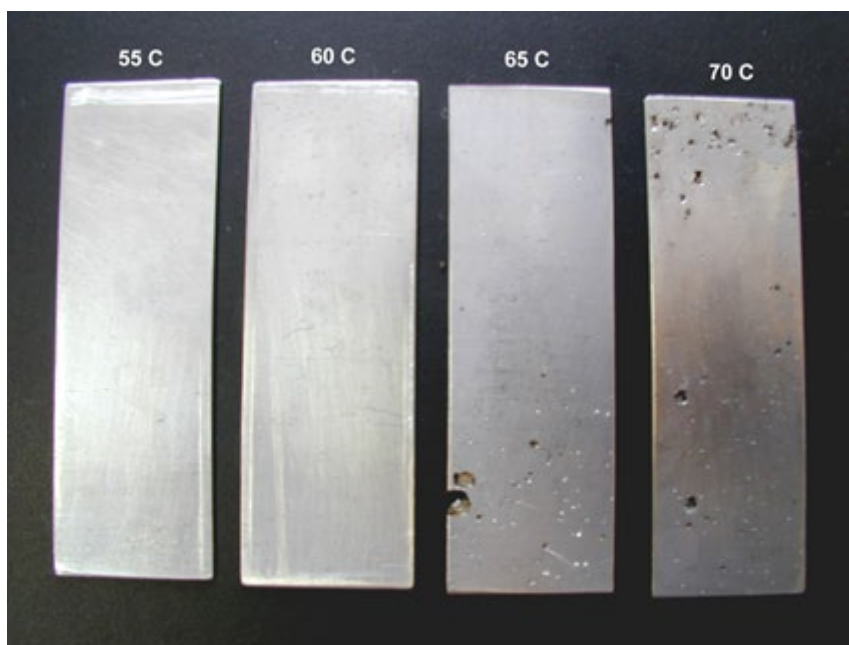


Figura 13 – Efeito da temperatura na resistência à corrosão por pites do aço inoxidável superferrítico S44660 contendo 6% de cloreto de ferro [21].

Como já mencionado, adições de molibdênio, geralmente acima de 2%, reduz a propensão à corrosão por pites, como é o caso dos aços 316 e 317. São também fatores que evitam esse tipo de fenômeno a redução do número de inclusões e precipitados, e também um aumento no teor de níquel [4].

2.9 CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

Vários estudos utilizam análises específicas por difração de elétrons retroespalhados (*Electron backscattered scanning diffraction – EBSD*), para caracterização das fases presentes nos AIA. O funcionamento do *EBSD* baseia-se na Lei de Bragg. Esta determina que, caso uma onda de comprimento comparável ao do espaçamento entre os átomos incida em um reticulado cristalino, esta sofrerá reflexão em cada um dos planos cristalinos expostos. O espaçamento interplanar depende da direção do plano a ser analisado e da distância entre os átomos no reticulado em questão. Portanto, de posse do valor do ângulo de difração, medido no equipamento e do espaçamento atômico, pode-se determinar as direções do plano cristalino

[22]. Os feixes de elétrons retroespalhados, quando excitam uma tela de fósforo, formam as chamadas linhas de Kikuchi (Figuras 14 e 15).

A identificação de fases por *EBS*D é feita comparando as informações cristalográficas obtidas por meio das linhas de Kikuchi geradas pela difração de elétrons na amostra com aquelas presentes em um banco de dados. No entanto, é necessário que se tenha informações sobre a composição química da amostra. Atualmente, é comum que equipamentos de *EBS*D estejam equipados com espectrômetros de raio-x para a obtenção destas informações [22].

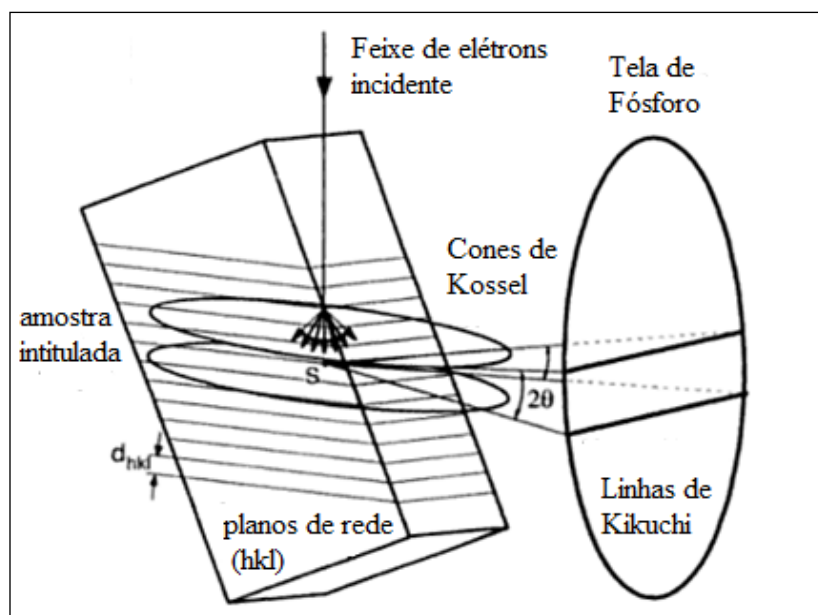


Figura 14 - Origem das linhas de Kikuchi em virtude da difração do feixe de elétrons incidente [22].

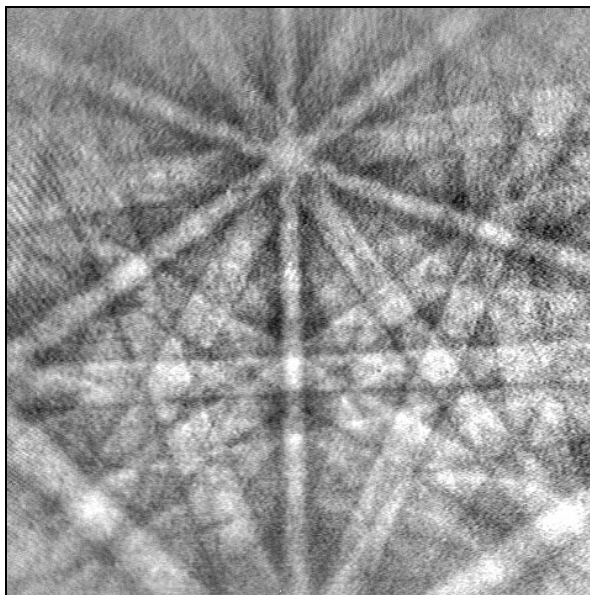


Figura 15 - Linhas de Kikuchi obtidas pela difração de elétrons retroespalhados [22].

O volume da célula unitária assim obtido e a composição química da amostra são comparados com o *PDF (powder diffraction file)*, para determinação da fase em questão. Geralmente a busca retorna aproximadamente 20 elementos possíveis. Logo, deve-se comparar os ângulos de difração obtidos na análise por *EBSD* com aqueles dos elementos fornecidos pelo banco de dados, de modo a determinar exatamente do que se constitui a fase estudada [22]. A Figura 16 exemplifica o esquema de funcionamento do *EBSD*.

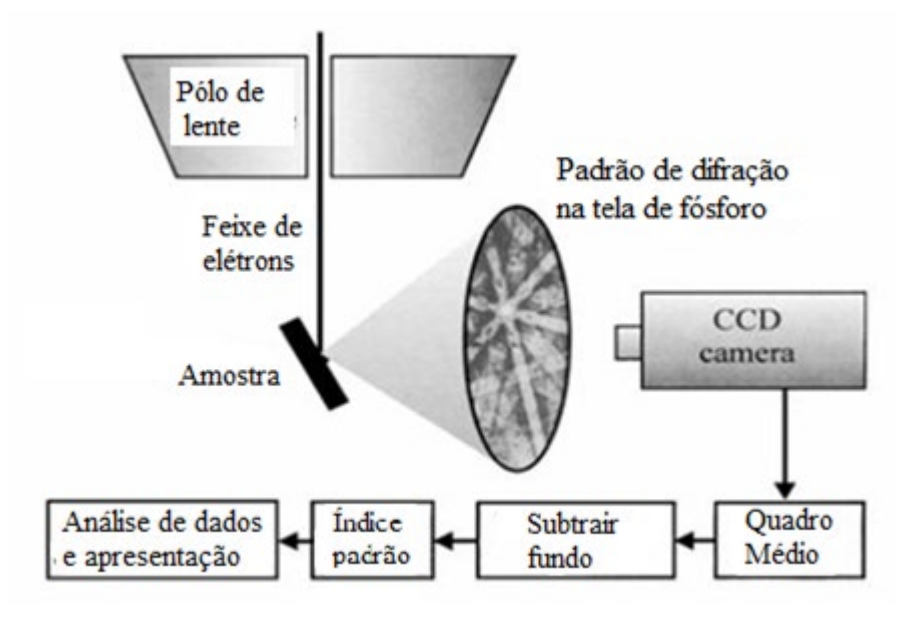


Figura 16 - Esquema do funcionamento do EBSD [23].

3 DISCUSSÃO

3.1 EFEITOS NA MICROESTRUTURA

Silva et al. [24] desenvolveram um estudo sobre os efeitos da deformação na microestrutura de aços 301LN e 316L, deformados à frio por meio de laminação com deformação verdadeira à 0,31 (26%) e 0,64 (47%). O estudo foi realizado utilizando microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM), onde neste presente trabalho serão mostradas algumas figuras para discussão.

As Figuras 17a e 17b mostram, respectivamente, os aços AISI 301LN e 316L, nos seus estados iniciais, observando-se os grãos equiaxiais. As amostras respresentadas foram normalizadas à 950°C por 2h. Já a Figura 17c mostra, nas mesmas condições, o aço 301LN com ampliação de 200x, no qual pode-se obsevar distintamente as fases α' e γ , mostrando também que a fase austenítica se mostra irregular.

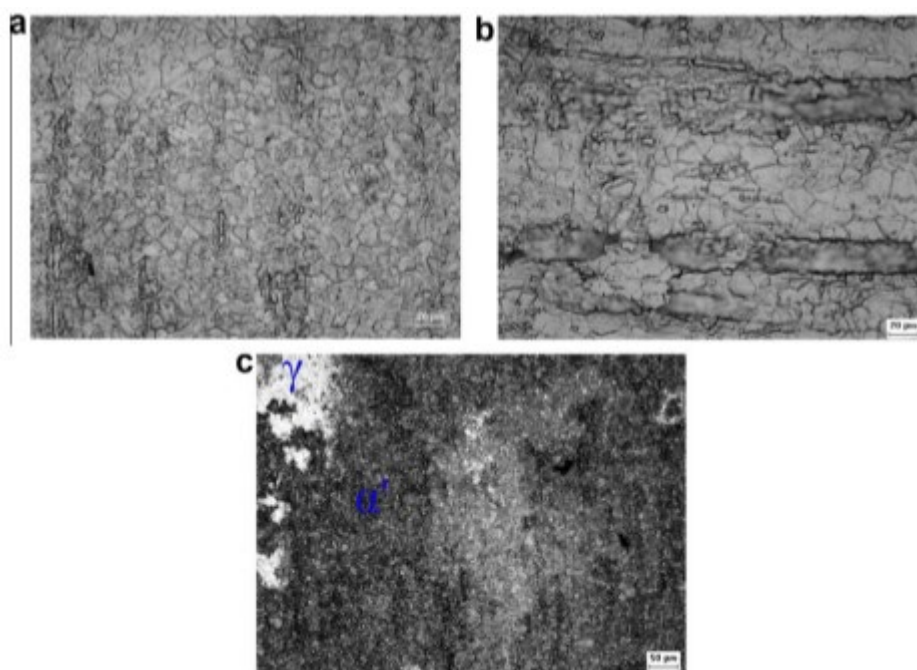


Figura 17 – Microscopia óptica de (a) AISI 301LN, (b) AISI 316L (500x), e (c) AISI 301LN (200x) [24].

As Figuras 18a e 18b, mostram, respectivamente, às deformações à 0.31 e 0.64 da amostra do aço AISI 301LN. Com isso, comparando as duas micrografias, observou-se na Figura 18a agulhas de martensita e regiões austeníticas bem definidas. Os autores puderam constatar também um aumento da deformação com base na análise das micrografias, devido a observação de ilhas de austenita bem distinguidas na martensita da segunda micrografia da Figura 18.

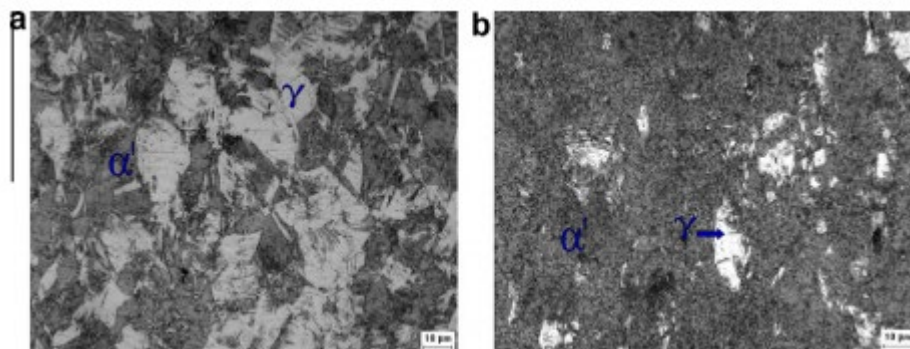


Figura 18 – Micrografia da amostra do AISI 301LN (a) deformada de 0.31 e (b) deformada de 0.64 (1000x) [24].

Obtida a Figura 19 por microscopia eletrônica de varredura (MEV), a Figura 19a conseguiu mostrar, segundo os autores, um aspecto poroso da fase austenítica, sugerindo aumento de deformação, que aumenta a concentração de discordâncias e causa corrosão por pites. Já a Figura 19b aparece a fase α' mais fragmentada, e é mais difícil de distinguir a fase γ . Entretanto fica bem destacados pites na micrografia, o que aumenta a vulnerabilidade na corrosão.

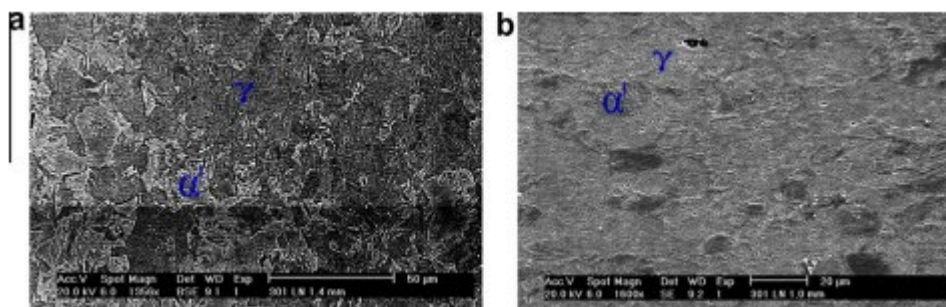


Figura 19 – Micrografia da amostra do AISI 301LN (a) deformada de 0.31 e (b) deformada de 0.64, obtidas por MEV [24].

Outro método utilizado na análise micrográfica pelos autores foi à partir da microscopia de força atômica (AFM), representado na Figura 20. Com isso, é possível distinguir duas regiões martensíticas do aço 301LN distintas. Na Figura 320a se apresenta em formato de agulhas, e na Figura 20b, ripas de martensita.

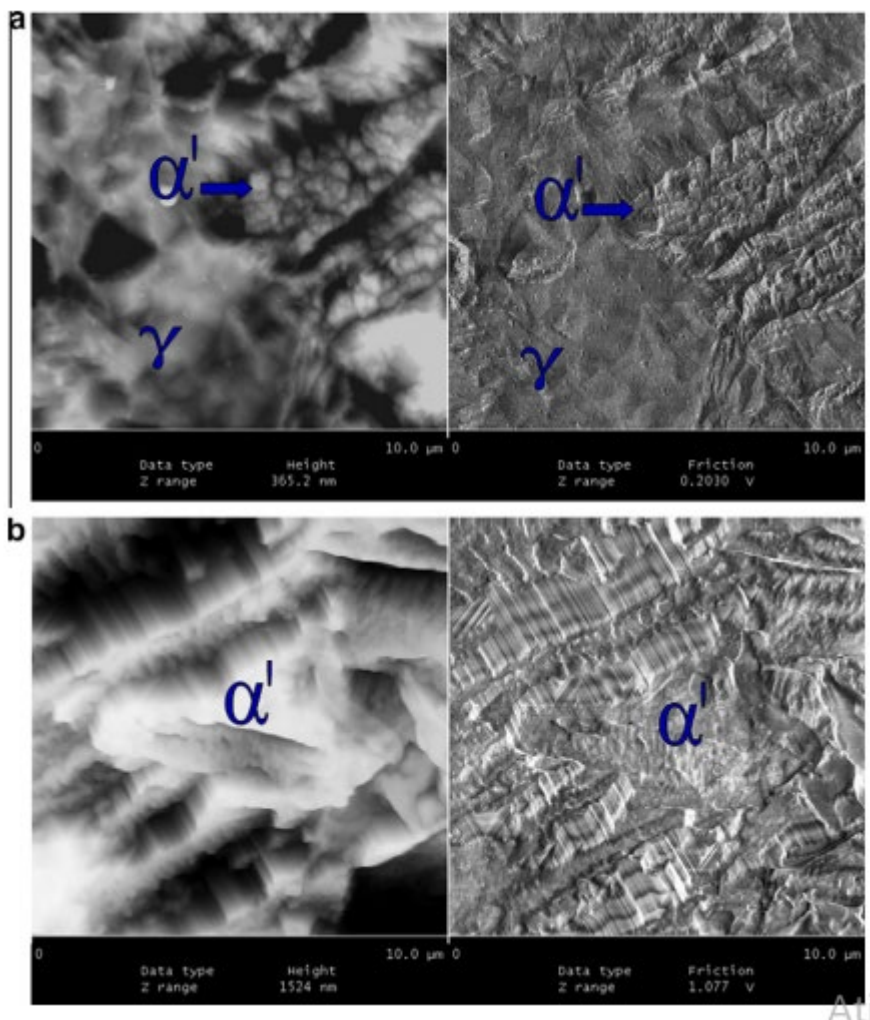


Figura 20 – Micrografia da amostra do AISI 301LN revelando (a) geometria em formas de agulhas e (b) ripas, obtidas por AFM nos modos não-contato e contato [24].

Na Figura 21a, do aço AISI 316L deformado de 0.31, os autores encontraram grãos austeníticos deformados, e na Figura 21b esses grãos aparecem mais deformados e destacados, e ainda há presença de ferrita delta alinhada na direção de laminação.

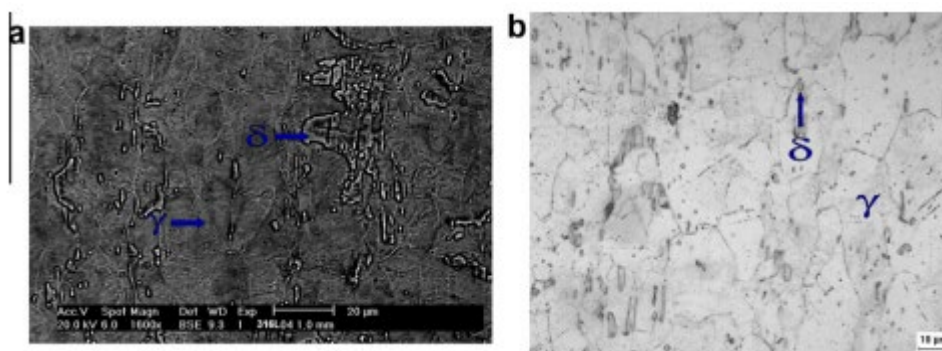


Figura 21 – Micrografia da amostra do AISI 316L (a) deformada de 0.31 e (b) deformada de 0.64 (1000x) [20].

SILVA et al [24] concluíram, à partir das micrografias analisadas em seu estudo, que a amostra do aço 301LN teve um aumento da martensita com o aumento de deformação, e através do microscópio ótico e eletrônico de varredura que as placas de martensita mudam sua morfologia de acordo com o nível de deformação. Já na amostra do aço 316L constatou-se a regressão da fase austenítica, e que além disso, quanto maior a deformação, mais facilmente a fase γ deformada pode ser vista.

Também sobre o aço 301LN, BEESE et al [25] desenvolveram um trabalho sobre a caracterização experimental da evolução microestrutural da transformação de fase. Na figura 21 observa-se amostra do 301LN na condição inicial. As regiões escuras são fases martensíticas, e as fases claras, austeníticas. Já na figura 22 observa-se a micrografia da amostra laminada à 15% de deformação.

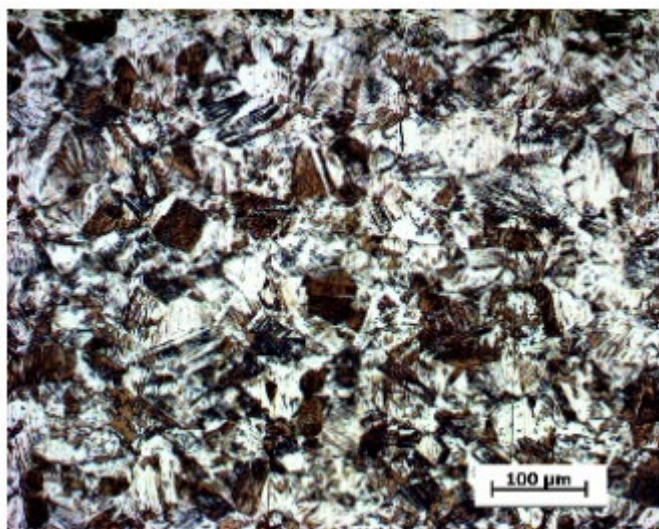


Figura 21 – Amostra do aço 301LN na condição recebida [25].

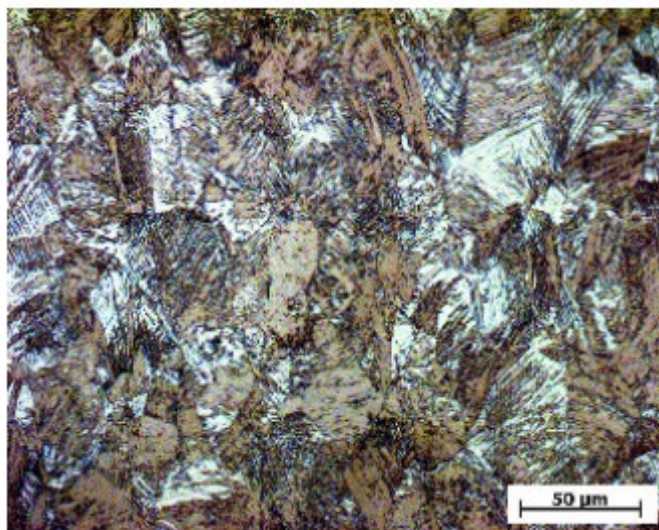


Figura 22 – Amostra do aço 301LN com deformação de 15% na direção da laminação [25].

As análises quantitativas das micrografias do estudo foram feitas através de Tagged Image File Format (TIFF), em que foram calculadas as áreas percentuais da martensita em cada amostra. O resultado mostrou a área percentual de 63% para a condição não deformada e 96% para a condição laminada com 15% de deformação, o que leva a conclusão de aumento da fase martensítica por deformação à frio. Neste estudo também foram realizados os procedimentos de difração de raios X e Indução Magnética juntamente com a análise micrográfica, que também constatarem aumento de fase martensítica com o aumento da deformação.

TIAMIYU et al. [26] desenvolveram um estudo comparativo sobre o comportamento do aço austenítico 321 sob compressão quase-estática e impacto utilizando avaliação microscópica de alta resolução EBSD. A Figura 23a revela a figura de polo inversa da amostra do aço 321, onde cada cor mostrada na micrografia representa uma direção cristalográfica de cada grão. A Figura 23b mostra que o aço possui mais de 98% de fase austenítica, e também uma pequena fração de carbonetos de titânio TiC precipitados predominantemente em contornos de grão, como esperado do comportamento de um aço estabilizado ao titânio 321 [6].

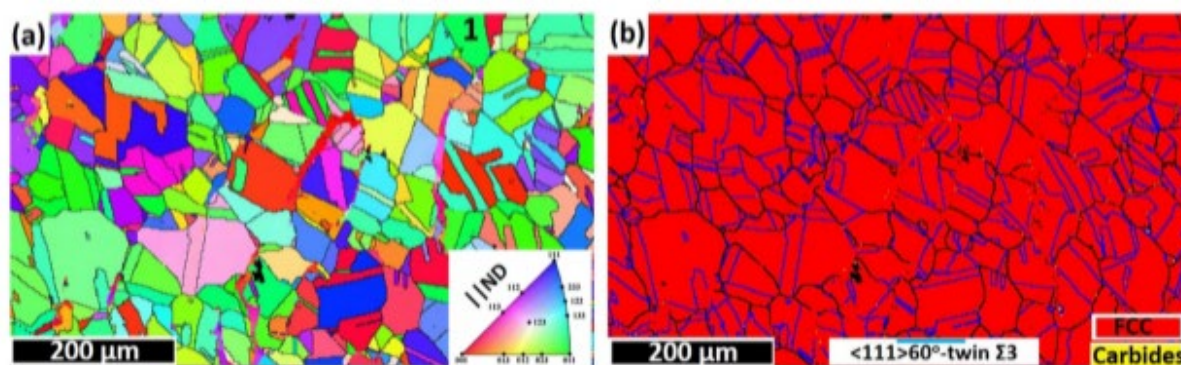


Figura 23 – Caracterização por EBSD mostrando (a) figura de polo inverso e (b) cores de fase mostrando carbonetos de titânio precipitados no plano perpendicular à direção normal no aço austenítico 321 não deformado [26].

Na Figura 24a é apresentada a curva de engenharia comparando o comportamento dos dois tipos de carregamento e a figura 24b mostra a comparação na dureza. A figura 24c mostra a micrografia do material que foi impactado, destacando a região que foi estudada por EBSD. Já a Figura 24d mostra à partir da difração de raio X que as amostras deformadas com baixa taxa de deformação (carregamento quase-estático) apresentaram maiores picos de martensita CCC

Os autores puderam concluir por meio de micrografias de alta resolução EBSD e difratograma de raio X da Figura 24d que a estabilidade da fase austenítica é menor nas amostras sob compressão quase estática do que sob impacto, e que a baixa capacidade de endurecimento por deformação da amostra impactada se deve, em parte, ao aumento da temperatura no impacto, o que leva à estabilidade da austenita. [4, 26]

A análise micrográfica EBSD pôde concluir também, segundo os autores, que a precipitação de carbeto de tamanho nanométrico contribui para o aumento da resistência do material, além da contribuição da martensita nesta propriedade.

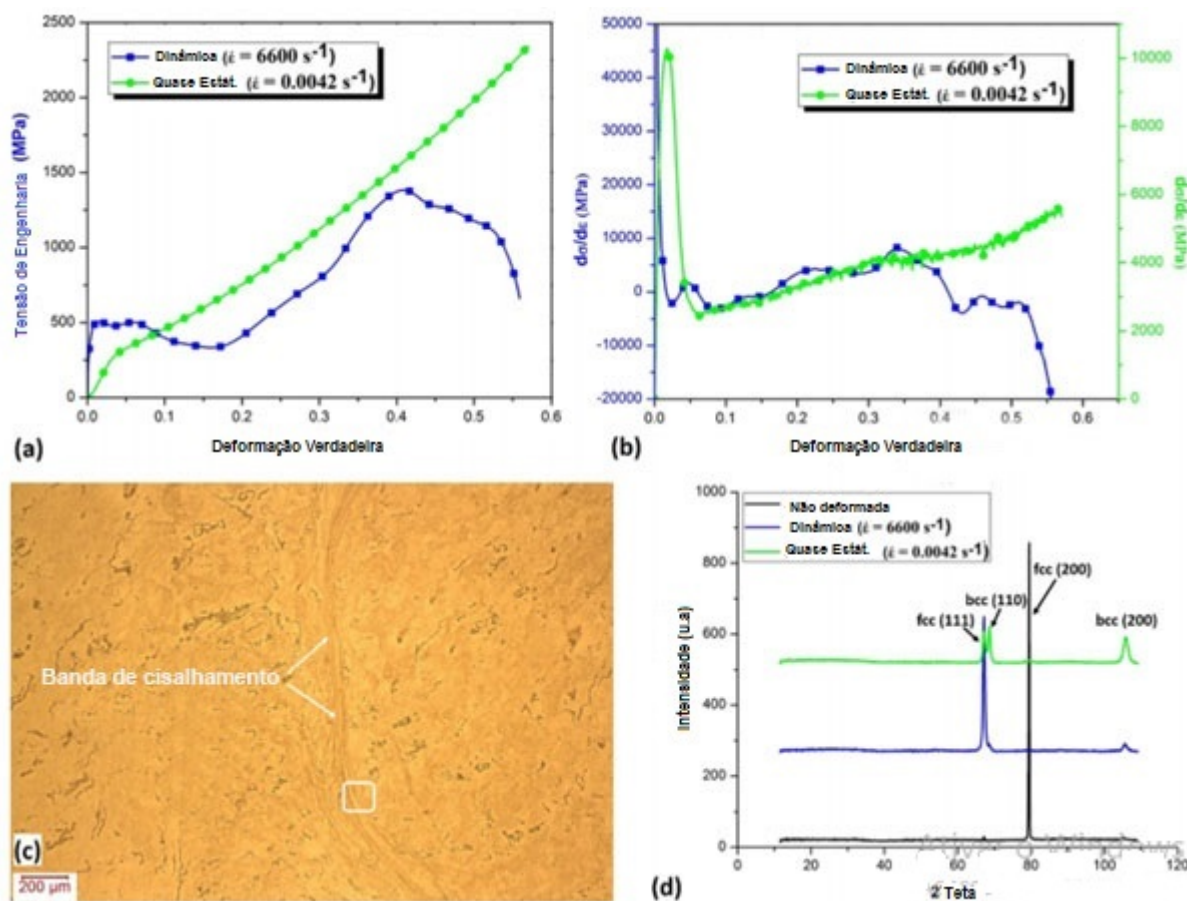


Figura 24 – (a) Curva tensão x deformação, (b) Curva de dureza para o carregamento de choque dinâmico e compressão quase-estática, (c) MO da amostra impactada mostrando banda de cisalhamento transformada e (d) Difratoograma de raios X das amostras [26].

JHA et al [27] estudaram a influência da martensita em tubulações fissuradas, fabricadas em aço AISI 321, cuja trinca estudada é mostrada na Figura 25, que está localizada na parte curva do tubo. A análise por meio de um microscópio óptico é mostrada através das figuras 26 e 27, em que podem ser observadas pequenas trincas também na parte curva do tubo.

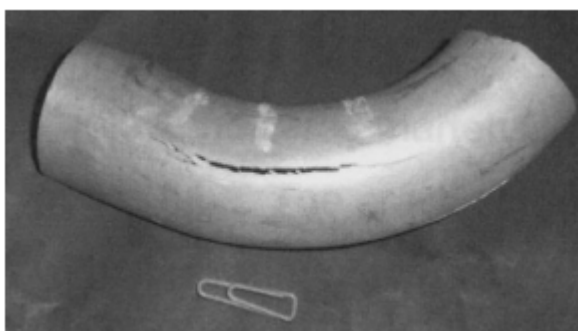


Figura 25- Fotografia mostrando a trinca na tubulação [27].

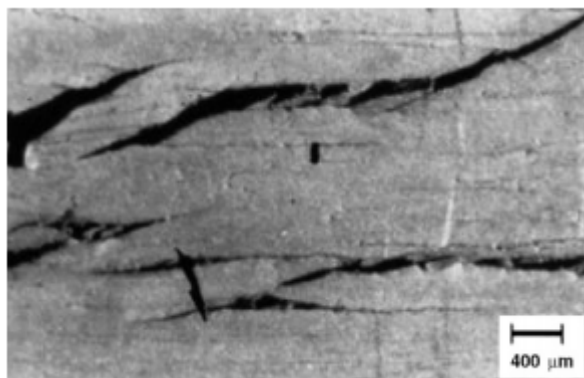


Figura 26 – Presença de múltiplas trincas abertas, facilitadas por finas trincas no interior do tubo [27].

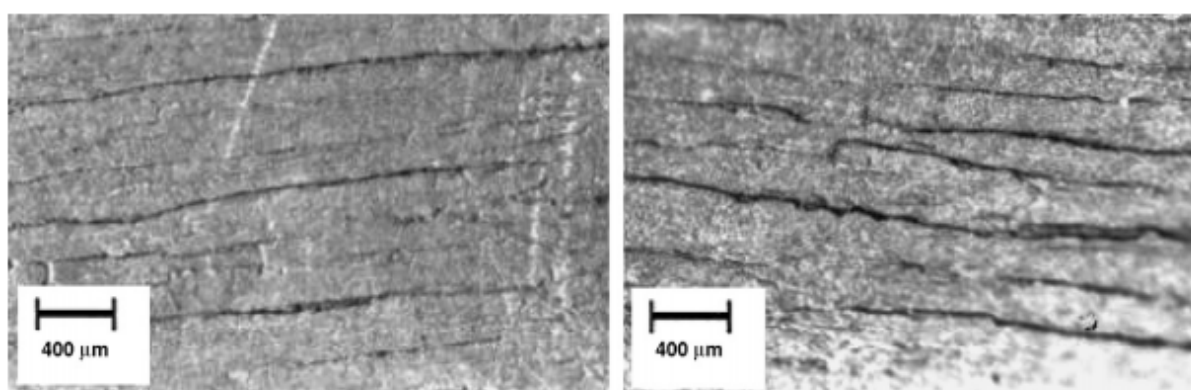


Figura 27 – Presença de múltiplas trincas no interior do tubo na região longe da região da trinca [27].

Na pesquisa de JHA et al [27] foi analisado, através de Ferritoscópio, a quantidade de martensita encontrada por toda a parte axial e longitudinal da porção do tubo estudado, (Figura 25). A quantidade de martensita encontrada na região reta do tubo foi de 0,2%, enquanto na região curva, em torno de 50%. Os autores constataram também que a tenacidade do aço na região curva do tubo, onde há presença de grande parte da fase martensítica, diminuiu.

Além disso, as fissuras finas longitudinais na superfície interna do tubo, como visto nas Figuras 26 e 27, são devido ao processo de extrusão impróprio. Numerosas inclusões de óxido foram identificadas por meio de micrografias, e também facilitaram o início da fissura e sua propagação.

3.2 EFEITOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

HEDAYATI et al. [28] pesquisaram sobre o efeito da deformação à frio do aço AISI 304L na microestrutura e propriedades mecânicas através de tiras de aço laminadas à quente que foram submetidas à laminação a frio em 0°C. A Figura 3.13 mostra a fração volumétrica de α' 0°C em função da redução da espessura através da laminação a frio. Pode-se observar que a microestrutura austenítica é transformada em martensita α' durante o processo.

A curva sigmoidal da Figura 28 mostra que nos estágios primários da laminação a frio, ao invés de aumentar o percentual da fase α' , novos sítios para martensita induzida por deformação foram criados. As bandas de cisalhamento podem ser locais de nucleação induzida por deformação muito eficazes, e podem ser na forma de martensita ϵ , geminação mecânica ou feixes de falha de empilhamento denso (Olsen e Cohen, 1972, 1975). Em níveis de deformação mais altos, o teor de martensita α' aumenta durante a deformação abaixo de aproximadamente 70% e, em seguida, nivela com a redução.

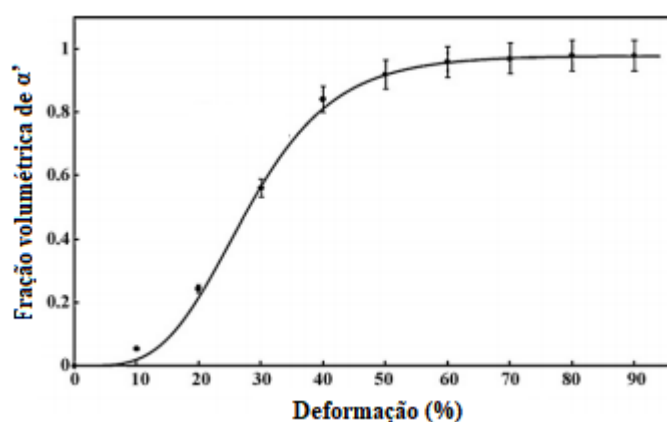


Figura 28 – Fração volumétrica de martensita α' em função do grau de trabalho a frio no aço inoxidável austenítico AISI 304L a 0 °C. Adaptado [28].

HEDAYATI et al. [28] puderam concluir na sua pesquisa que a austenita metaestável do aço AISI 304L foi transformada em martensita induzida pela deformação à frio, e que ambas as fases, ϵ e α' , foram formadas com pequenas deformações, em torno de 10% conforme a Figura 28. Com o aumento da deformação as fases ϵ e austenita foram transformadas em α' , cuja fração volumétrica aumentou mais de 95% à partir de 70% de deformação.

Com relação às propriedades mecânicas, pode-se depreender na Figura. 29 que os valores de dureza aumentaram de 200 a 600 Vickers com laminação a frio, que pode ser

atribuída ao efeito do aumento da densidade de discordâncias e à formação de martensita induzida por deformação. Já a curva tensão-deformação é mostrada na Fig. 30, onde pode-se ver também um aumento da tensão. Pode-se perceber que a amostra primária possui uma tensão-limite de escoamento de, aproximadamente, 300MPa e tensão de ruptura de 600MPa. A amostra laminada a 90% aumentou a tensão de ruptura para, aproximadamente, 1825MPa, ou seja, quase 6 vezes maior que a tensão da amostra primária.

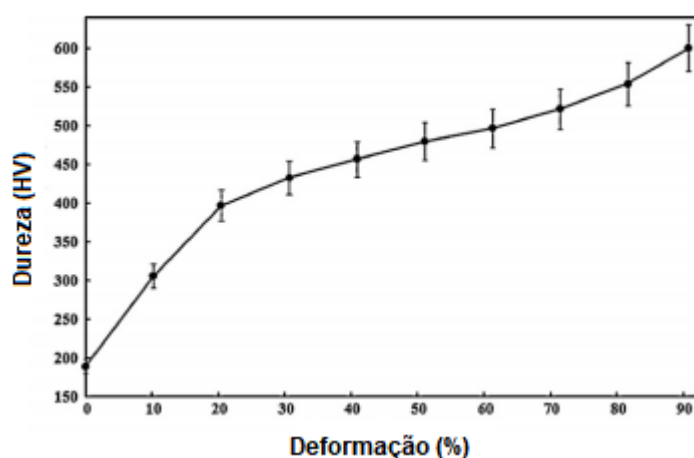


Figura 29- Efeito da redução da laminação a frio na dureza Vickers do aço AISI 304L [28].

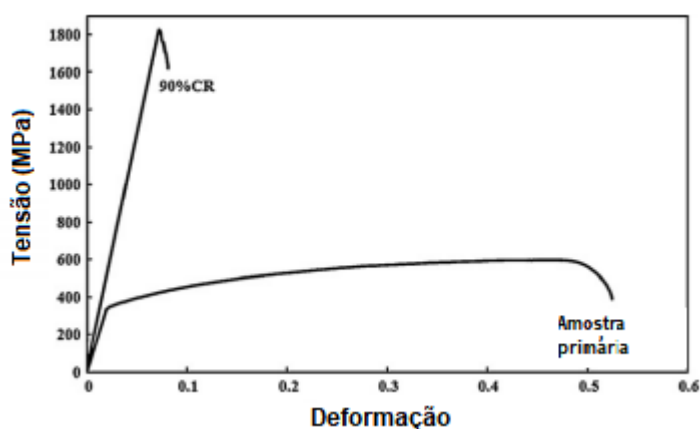


Figura 30- Comportamento tensão-deformação de engenharia de AISI 304L para amostra primária e amostra de 90% de deformação [28].

Portanto, os valores de tensão e dureza aumentaram consideravelmente com o aumento da deformação, o que leva à concluir que a amostra laminada teve um grande incremento na

dureza e resistência mecânica por causa da transformação martensítica induzida por deformação à frio, como esperado de um aço austenítico 304L [7].

ISHIMARU et al. [29] pesquisaram sobre Comportamento de transformação martensítica induzida por deformação da chapa de aço AISI 304 no processo de flexão por estiramento. A Fig. 31 mostra o esquema da flexão através do estiramento. O experimento foi conduzido para 3 níveis de força de fixação da chapa, 10, 30 e 50 kN), a uma velocidade do punção de 0,167 mm/s e até 40 mm de curso de punção, onde um lubrificante com alta viscosidade é aplicado na superfície do molde. A chapa possui 1 mm de espessura.

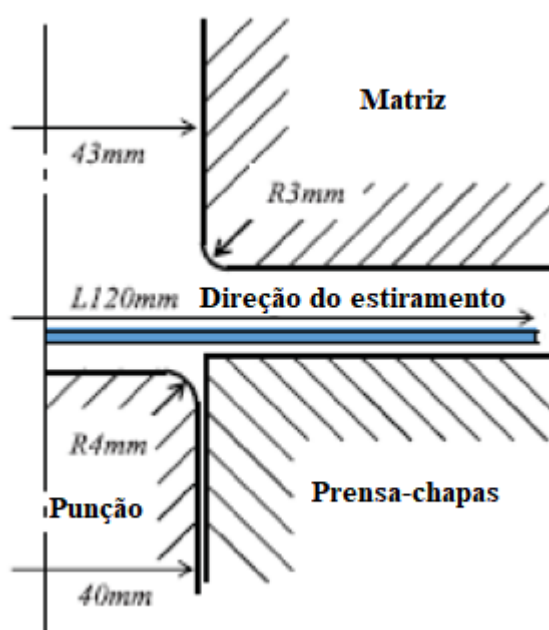


Figura 31 - Configuração experimental e amostra para flexão de estiramento [29].

Com isso, as medições de dureza na chapa na direção longitudinal e na direção da espessura pela de microdureza Vickers. O esquema de medição é feita em 2 direções. Na Fiura 32a mostra a medição feita na direção longitudinal, no ponto médio da chapa na parte dobrada do canto da matriz, com distâncias de 1 mm entre as medições, enquanto a Fig. 32b ilustra a medição na direção da espessura da chapa, da superfície do lado matriz até a superfície do punção, o ponto zero. A direção medida se situa a 10 mm distância da parte dobrada da chapa, conforme detalhamento.

As amostras após a deformação são mostradas na Fig. 33, onde se pode ver que a curvatura da parede lateral diminui significativamente com o aumento da força de fixação, uma

vez que dá uma carga de tração à chapa, aumentando assim a tensão sobre a espessura e deslocando a linha neutra em direção à matriz.

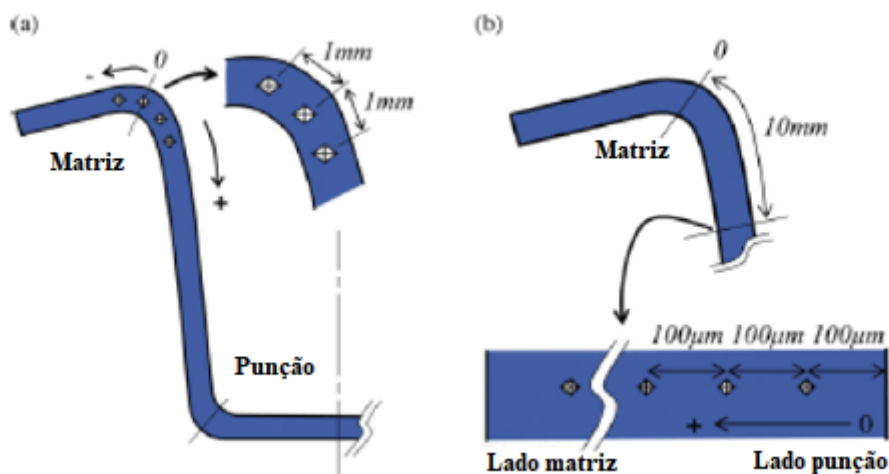


Figura 32 - Locais para medição de microdureza Vickers (a) na direção longitudinal; (b) na direção da espessura [29].

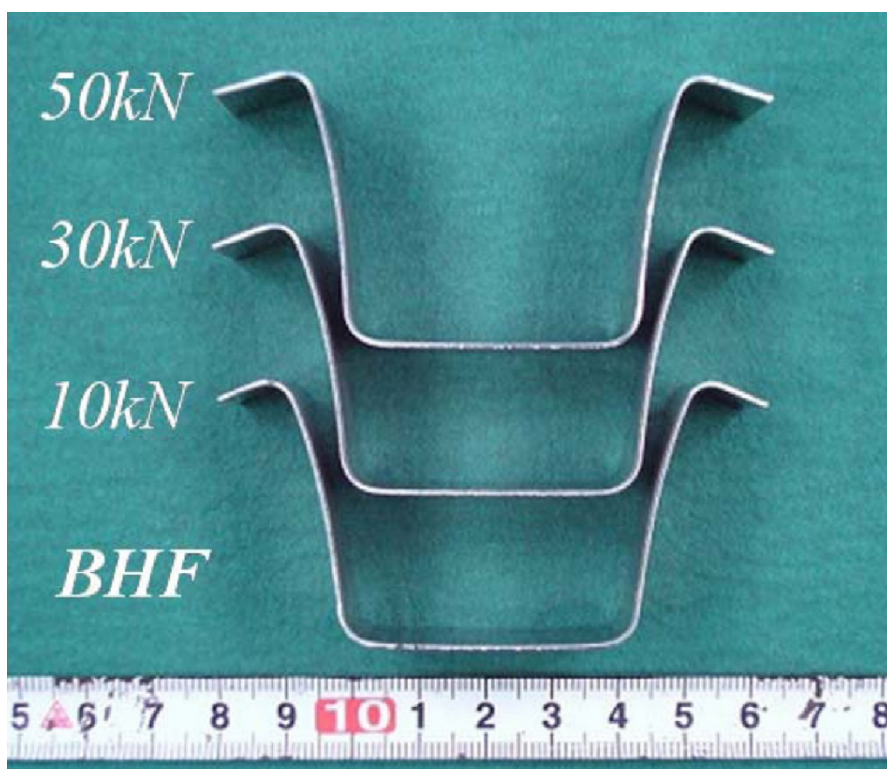


Figura 33 - Perspectiva das amostras após deformação de flexão da chapa [29].

Os resultados das medições de dureza são mostrados nas Figuras 34a e b, onde a Figura 34a mostra a dureza no plano médio (longitudinal), e a Fig. 34b o resultado na direção da

espessura, por três diferentes forças de fixação, 10, 30 e 50 kN. Na flexão de estiramento, a chapa é submetida à deformação de flexão juntamente com a deformação de alongamento. A partir dessas figuras, fica claro que o endurecimento geral aumenta com o aumento da força de fixação por causa de uma maior tensão de alongamento. Sob baixa força, de 10 kN, a deformação de flexão é dominante em comparação com a deformação de alongamento, portanto, os valores de dureza nas superfícies da chapa são muito maiores do que no plano médio. Por outro lado, sob grande força, de 50 kN, a diferença na dureza entre na superfície e no plano médio não é tão grande, uma vez que uma grande tensão de alongamento é induzida pela força de fixação.

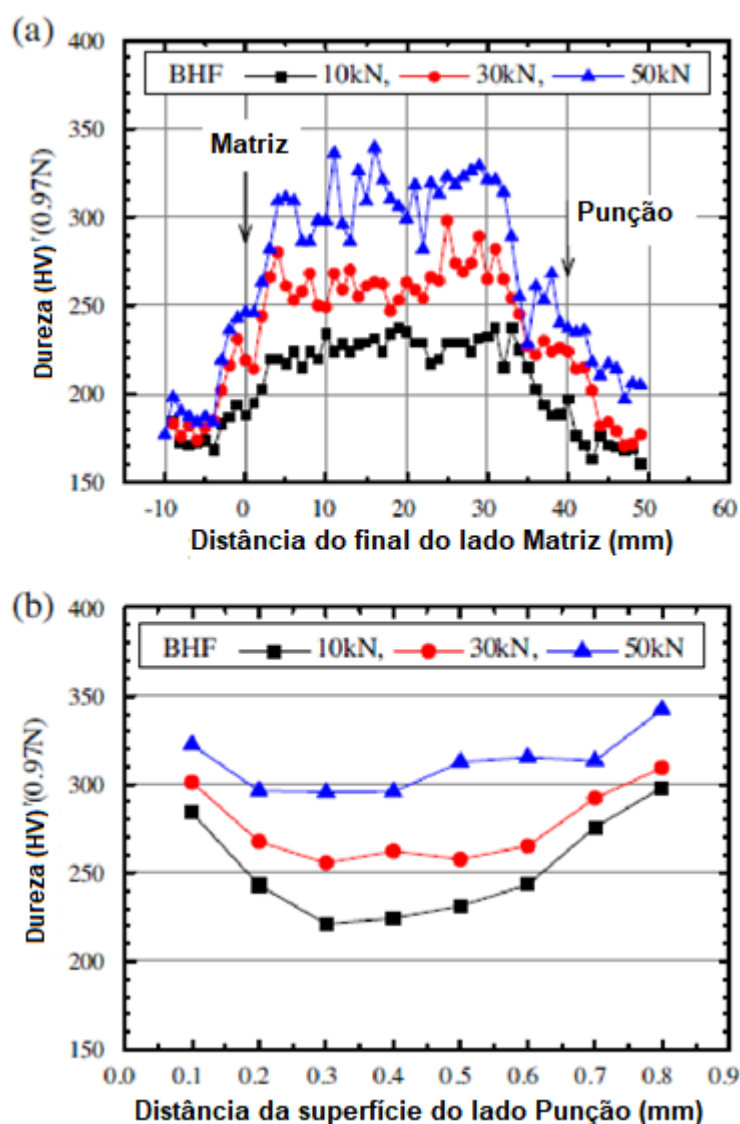


Figura 34 - Distribuições de dureza nas placas dobradas: (a) na direção longitudinal (medida no plano médio); (b) na direção da espessura (medida a 10 mm de distância da curvatura da placa) [29].

A correlação da dureza com a fase martensítica pode melhor analisada à partir da Figura 35, onde mostra análise EBSD com fração volumétrica de α' para as placas dobradas na superfície da matriz, plano médio e superfície do punção testadas sob cada força aplicada, 10, 30 e 50 kN.. O resultado para a amostra puxada uniaxialmente, com 22% de deformação também é mostrado na figura. A partir dessas imagens, pode-se ver claramente que a fração volumétrica de martensita α' aumenta com o aumento da força de fixação da chapa.

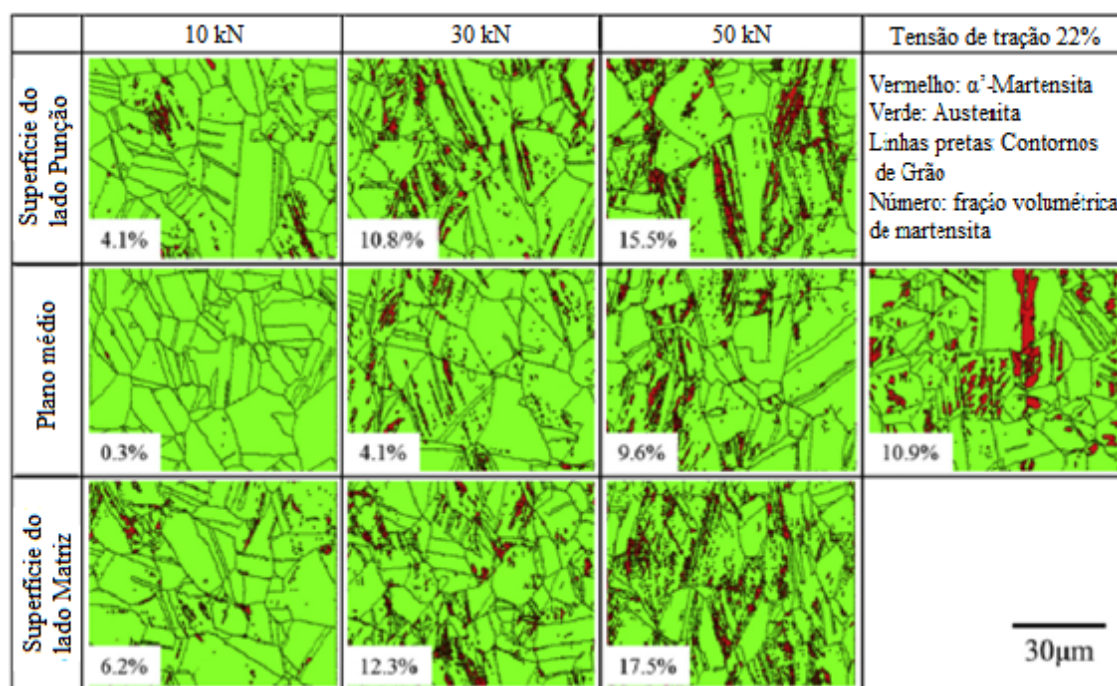


Figura 35 - Análise EBSD na transformação martensítica induzida por deformação das amostras após o dobramento e tração [29].

Portanto, Para a distribuição da dureza na direção da espessura da chapa, a dureza na superfície é maior do que no meio, por causa do efeito de flexão. A dureza é dada como uma função única da fração volumétrica de martensita α' , conforme esperado. Desse fato, conclui-se que o principal mecanismo de endurecimento do material é a evolução da fase martensítica.

OGAWA et al [30] estudaram sobre os efeitos da transformabilidade martensítica e endurecimento dinâmico por encruamento na plasticidade em aços austeníticos metaestáveis contendo carbono. A Figura 36 mostra as curvas de tensão-deformação dos aços Fe-19Cr-8Ni-0,05C e Fe-19Cr-8Ni-0,14C, que são aços inoxidáveis de austenita metaestável, e Fe-19Cr-14Ni-0,15C, que possui fase austenítica estável mesmo com trabalho a frio, a uma taxa de deformação inicial de $10^{-4}s^{-1}$. Ambos os aços de austenita metaestável tiveram a resistência à tração de, aproximadamente, 1 GPa. O aço Fe-19Cr- 8Ni-0.14C apresentou serrilhados a partir de aproximadamente 15% de deformação, enquanto o aço Fe-19Cr-14Ni-0.15C não. A

estricção dos aços Fe-19Cr-8Ni-0.14C e Fe-19Cr-14Ni-0.15C foi duas vezes a do aço de concentração de carbono mais baixo.

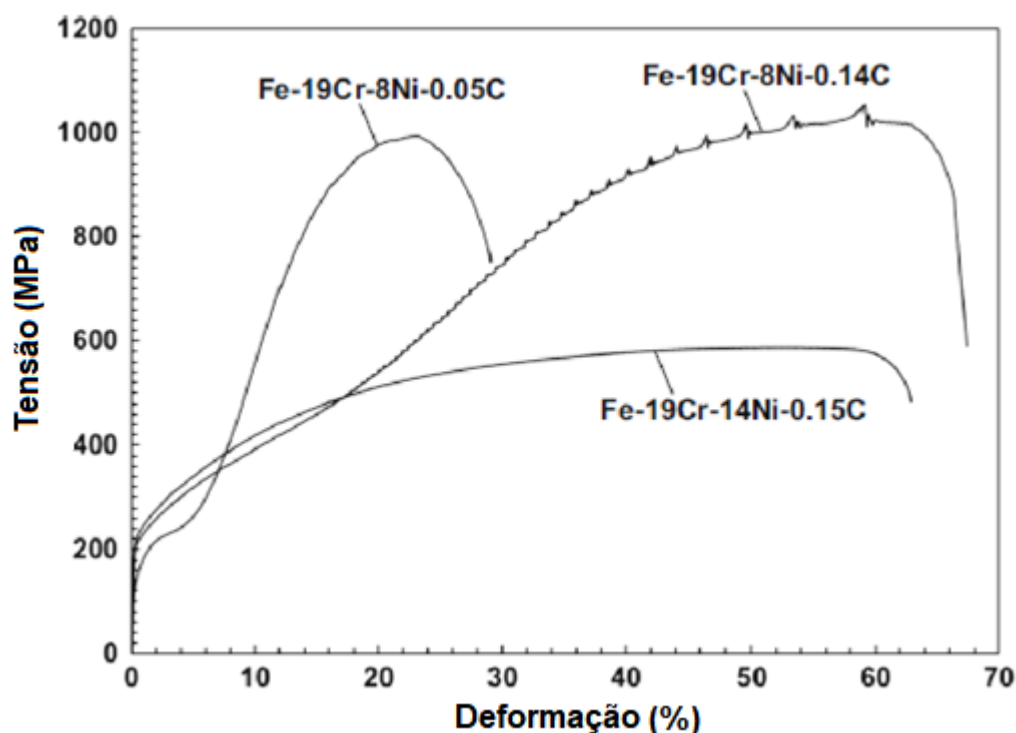


Figura 36 - Curvas de tensão-deformação de engenharia em uma taxa de deformação inicial de 10^{-4}s^{-1} [30].

Os comportamentos de transformação martensítica dos aços Fe-19Cr-8Ni-0,05C e Fe-19Cr-8Ni-0,14C são esquematicamente representados na Fig. 37. No estágio inicial de deformação, a transformação martensítica ε ocorre em ambos os aços. Porém, a martensita ε do aço de menor teor de carbono se transforma em α' imediatamente e, portanto, a resposta é relativamente baixa no estágio inicial de deformação por causa da acomodação plástica, e posteriormente mostra um aumento notável nas taxas de endurecimento pela alta transformação martensítica α' induzida por deformação. A medida em que martensita α' aumenta acentuadamente, outros mecanismos de sua formação podem ser ativados, por exemplo, transformação direta de fase α' de austenita sem passar pela fase ε . Quando a transformação martensítica está quase concluída, a taxa de encruamento diminui, o que causa empescoamento e fratura dúctil subsequente, como já mostrado na Fig. 9.

Já no aço Fe-19Cr-8Ni-0.14C, ε -martensita permanece estável no estágio inicial de deformação, que é o fator predominante que controla o endurecimento precoce. Deformação adicional aumenta a fração de α' através da interseção de ε , e a transformação de α' nas intersecções de placas da fase ε também atuam como um mecanismo de acomodação plástica.

No entanto, o subsequente encruamento dinâmico em α' -martensita mantém a alta taxa de endurecimento de trabalho mesmo na deformação posterior.

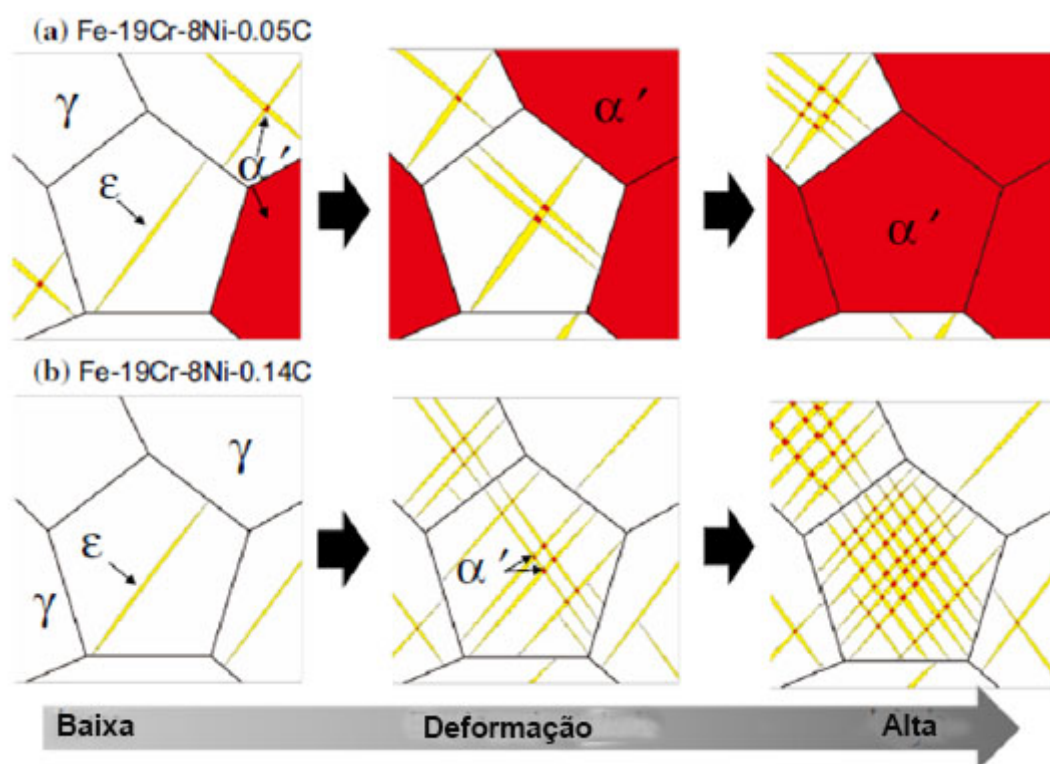


Figura 37 – Comportamento da transformação martensítica de a) Fe-19Cr-8Ni-0,05C e b) Fe-19Cr-8Ni-0,14C [30].

Por fim, OGAWA et al. [30] concluem em seu trabalho que o carbono, que é estabilizador da austenita, afeta a estabilização não apenas a fase austenítica, mas também ϵ -martensita induzida por deformação. Este fato suprime a acomodação plástica, que aumenta a capacidade de encruamento. O encruamento de tração foi aprimorado por um efeito combinado do TRIP, ou seja, da transformação martensítica, e do envelhecimento dinâmico, que requer uma alta difusividade de carbono, e por isso a transformação de CFC, de baixa difusividade, para CCC, de alta difusividade, favorece o encruamento dinâmico.

Em comparação dos dois aços, o de baixo teor de carbono demonstrou alta taxa de encruamento devido a uma alta taxa de transformação por deformação. Em contrapartida, o aço com alto teor de carbono apresentou taxas de endurecimento por trabalho contínuo altas devido ao envelhecimento dinâmico.

PARDAL et al. [31] desenvolveram um estudo sobre a influência do teor de carbono na transformação martensítica de aços inoxidáveis austeníticos estabilizados com titânio, no qual foram analisados três diferentes corridas do aço AISI 321, com composições de Ti variando em função do carbono. Assim, as amostras retiradas dos tubos foram identificadas como baixo carbono (LC), médio carbono (MC) e alto carbono (HC). As composições químicas estão dispostas conforme a Tabela 6.

Tabela 6 – Composição química (com Fe em balanço) de amostras dos aços inoxidáveis austeníticos estudados na condição primária. Adaptado [31].

Ligas	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	C	S	P	Mo	N
LC	17,11	9,22	0,85	0,52	0,10	0,015	0,002	0,03	0,06	0,01
MC	17,16	9,08	1,50	0,41	0,38	0,035	0,009	0,02	-	0,02
HC	17,53	9,79	1,65	0,30	0,45	0,064	0,006	0,03	0,32	0,01

A Tabela 7 mostra os valores de força motriz calculados em Temperatura M_s usando, bem como os resultados de uma abordagem termodinâmica do trabalho desenvolvido, para estimar a energia de falha de empilhamento. Os valores da temperatura de equilíbrio (T_0) também são relatados na Tabela 7, onde observa-se que a austenita se torna mais estável com o aumento de teor de carbono, dada a queda da temperatura de equilíbrio.

Tabela 7 – Valores de força motriz, energia de falha de empilhamento e Níquel equivalente para os aços LC, MC E HC [31].

Liga	$\Delta G^{y \rightarrow \alpha'}(M_s)(J/mol)$	EFE ($mJ.m^{-2}$)	T_0 (K)	Ni_{eq}^{mod}
LC	-1150,3	26,12	647,5	22,14
MC	-1059,3	27,97	606,6	22,93
HC	-908,7	32,63	519,7	24,43

A Fig. 38 mostra a fração volumétrica da austenita transformada em martensita em função da deformação verdadeira absoluta, $|\epsilon|$, para aços LC, MC e HC. Observa-se, conforme esperado que quanto menor o teor de carbono, maior a fração volumétrica de martensita para um mesmo valor de deformação. Além disso, pode-se perceber um comportamento sigmoidal das curvas, que pode ser observado através das taxas de transformação, é característico de gráficos de fração volumétrica de aços TRIP por deformação [28]. Já a Fig. 39 compara os aços inoxidáveis conhecidos comparados com as amostras LC, MC e HC. É possível observar que o comportamento cinético do AIA LC é semelhante ao AISI 301LN, enquanto o AIA HC é próximo ao aço inoxidável duplex S31803. A Figura 40 apresenta a variação da microdureza versus valores absolutos de deformação verdadeira para as ligas estudadas.

Os pesquisadores concluíram que o aumento do teor de carbono também aumenta a energia de falha de empilhamento (EFE), resultando em uma transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ retardada. A maior fração da variação no EFE calculada pelo modelo termodinâmico é devido às mudanças no percentual de carbono. Nos estágios iniciais de laminação a frio, o teor de carbono em ligas de aço inoxidável austenítico estabilizadas com Ti afetam o principal mecanismo de endurecimento, onde o processo de endurecimento para baixo teor de carbono é governado principalmente por transformação martensítica. Assim, quando o teor de carbono aumenta, o efeito de encruamento torna-se mais predominante.

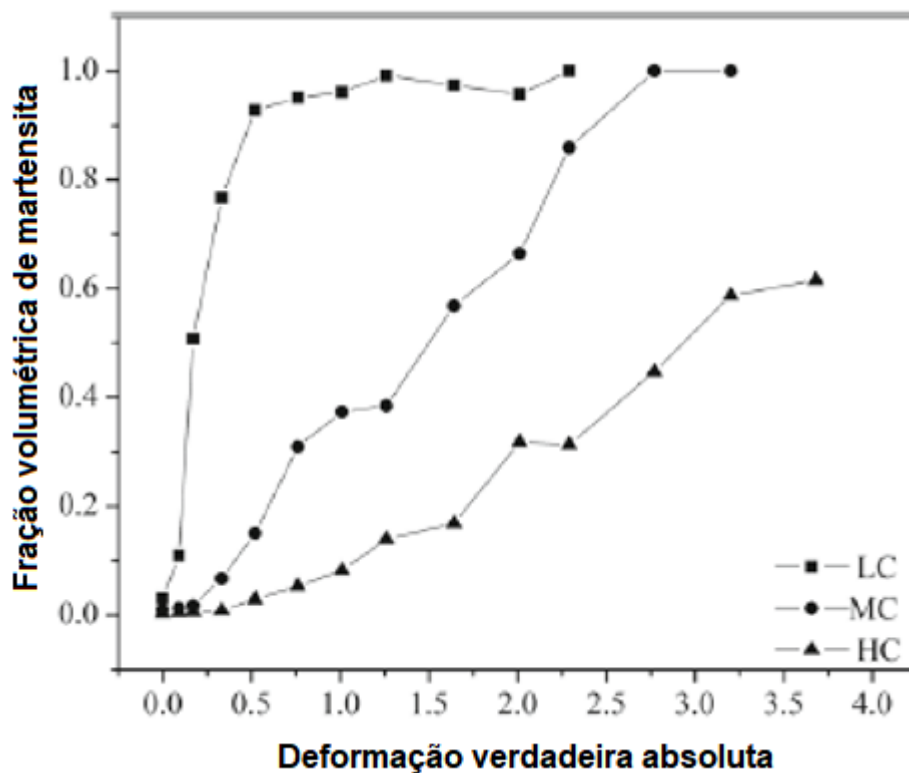


Figura 38 – Fração volumétrica da martensita em função da deformação verdadeira para os aços inoxidáveis austeníticos LC, MC e HC [31].

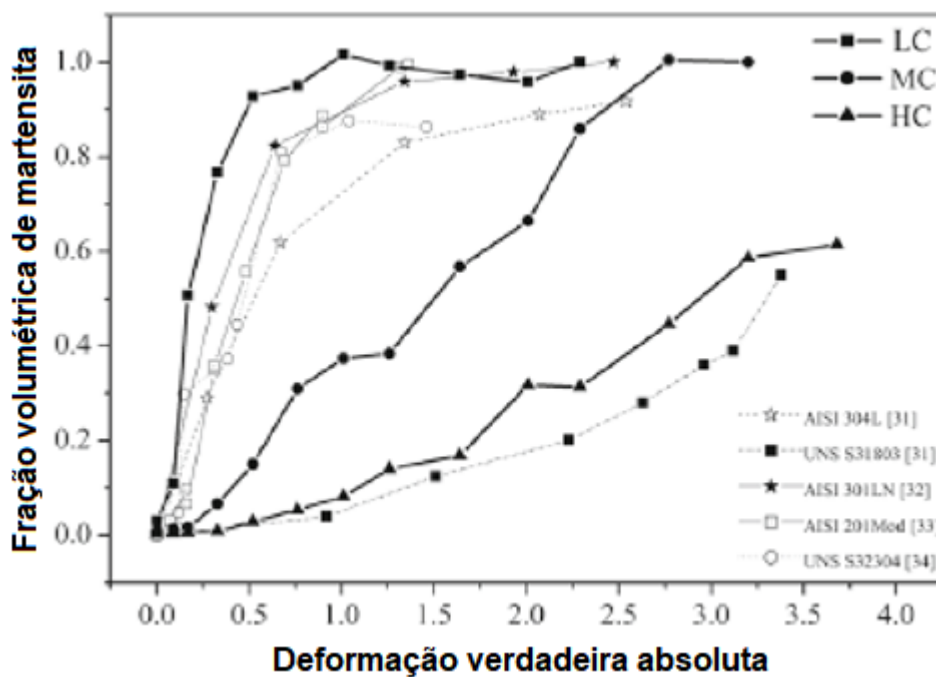


Figura 39 – Fração volumétrica da martensita em função da deformação verdadeira para diferentes aços inoxidáveis em comparação com os aços estudados LC, MC e HC [31].

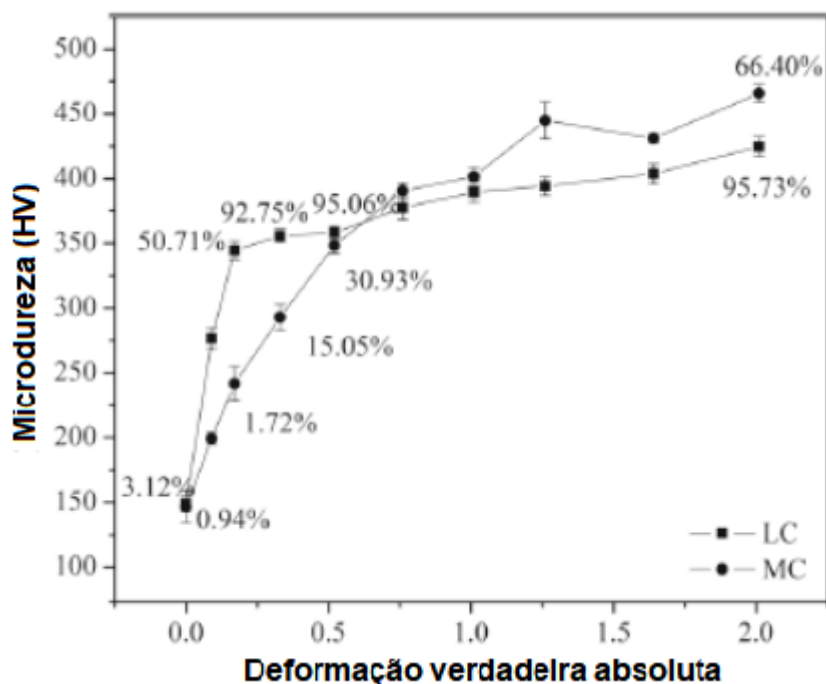


Figura 40– Microdureza Vickers versus deformação verdadeira absoluta das ligas LC e MC. A fração volumétrica de martensita foi inserida em alguns pontos da curva [31].

3.3 EFEITOS NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO

CHUNCHUN et al. [32] estudaram o efeito da transformação martensítica induzida por deformação no comportamento de propagação de Pites no Aço inoxidável AISI 304. Foram realizados experimentos a partir de amostras com vários percentuais de martensita por método de alongamento a uma temperatura de -70°C . Em seguida, foram feitos os testes para o desenvolvimento do trabalho.

A Figura 41 apresenta a análise da fração volumétrica de martensita obtida pelo uso do ferromagnetômetro, onde é possível verificar a curva crescente de martensita induzida pela deformação através de um ensaio de tração. Observa-se que acima de 10% de deformação, a porcentagem de martensita deformada cresce a uma taxa maior que para valores abaixo, o que é coerente com trabalhos já vistos. Já a a Fig. 42 mostra as curvas de polarização potenciodinâmica de amostras contendo diferentes percentuais de martensita medidos em solução OC (*occluded cell*) correspondente após 8h de testes. Com o teor de martensita aumentado, o valor do potencial de corrente zero e o potencial de corrosão tornou-se mais negativo. A densidade da corrente de corrosão foi avaliada com base das curvas de polarização potenciodinâmica. Evidentemente, a densidade de corrente de corrosão aumenta com o aumento

do teor de martensita do aço inoxidável AISI 304. A atividade eletroquímica do aço aumenta com o aumento do percentual de martensita na solução OC.

De acordo com os resultados dos testes simulados OC, reagentes analíticos de $\text{NiCl}_{12} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NaCl e água destilada foram usados para compor as soluções. O pH de cada solução foi ajustada com ácido clorídrico. A solução foi desoxidada com N_2 por 20 min e mantido a 50°C . As amostras foram polarizadas catodicamente a $-1000\text{mV}_{\text{SCE}}$ por 3 min para garantir remoção do filme de óxido. As varreduras de polarização foram iniciadas a partir de $-200\text{mV}_{\text{SCE}}$ em relação ao potencial de corrosão na direção anódica até a densidade de corrente anódica atingir $0,5 \text{ mA/cm}^2$.

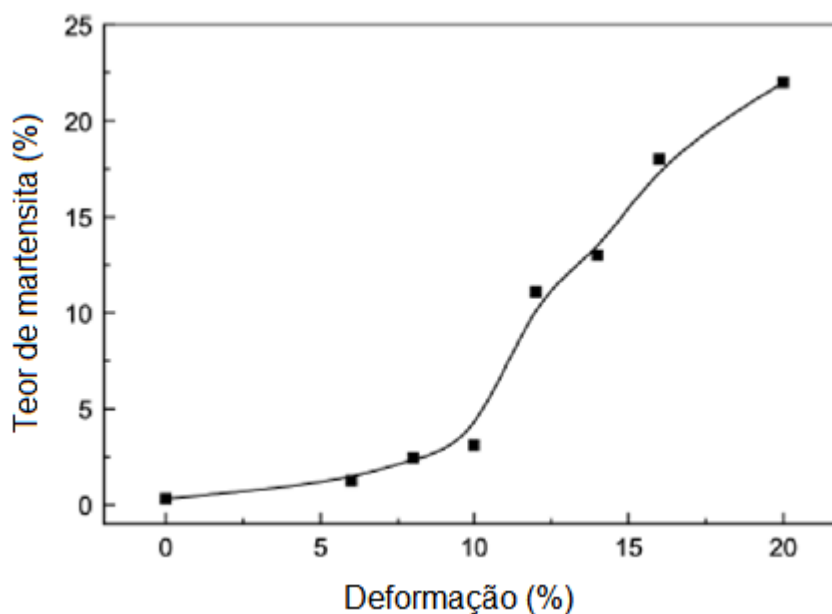


Figura 41 – Relação entre a porcentagem de martensita por deformação no aço inoxidável 304 [32].

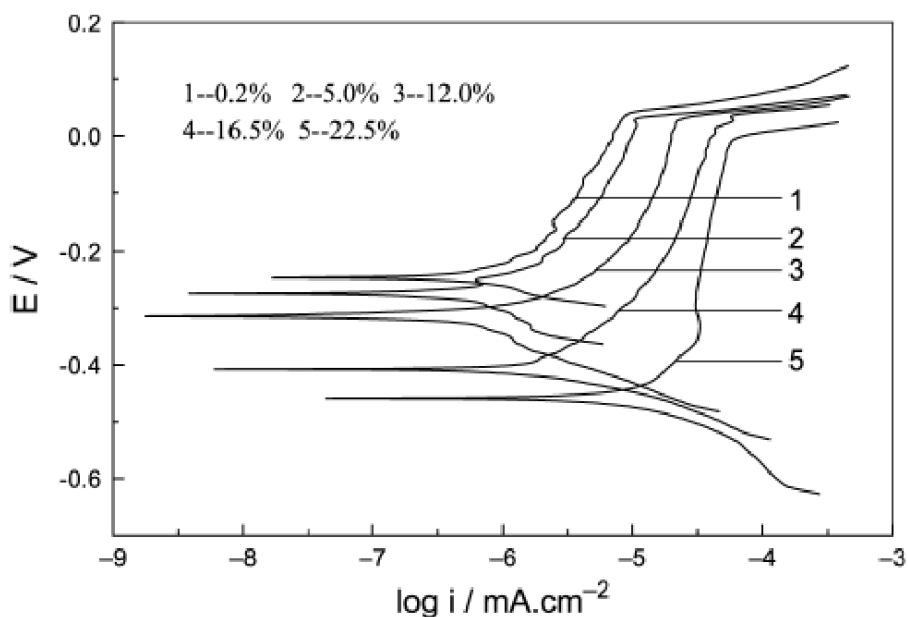


Figura 42 – Curva de polarização potenciodinâmica contendo diferentes teores de martensita em solução OC [32].

Como principal conclusão à partir dos resultados aqui citados do trabalho de CHUNCHUN et al. [32], foi observado que a transformação de martensita aumentou a atividade eletroquímica do aço inoxidável 304. Diminuiu não só a resistência dentro do pite, mas também a resistência de polarização entre metal e anódico ativo em locais dentro do pite.

WANG et al [33] pesquisaram sobre as influências das transformações martensíticas na iniciação de danos por cavitação-erosão e na resistência a corrosão de um aço inoxidável austenítico lean. Os principais elementos presentes no *lean*, alto-Mn (baixo- Ni) usados neste trabalho são mostrados na Tabela 8. WANG et al. [33] selecionaram um aço sem denominação conhecida, e o aço, cujos teores foram mostrados, foi escolhido pois continha um teor de Ni relativamente baixo, pois o níquel tem um alto custo na composição do aço inoxidável, e tem, por isso, conteúdo de Mn relativamente alto. Embora o presente aço não seja um tipo comercial com designação conhecida, acredita-se que os resultados relatados ajudar a tomar decisões assim como o aço alto Mn baixo Ni, os quais a cavitação-erosão é uma preocupação.

Tabela 8 – Composição nominal do aço lean usado neste trabalho [33].

Fe	Cr	Ni	Mn	S	Si	C	N
Em balanço	14,67	1,05	10,77	0,05	0,79	0,12	0,26

Para os experimentos, todas as amostras para testes de CE (cavitação-erosão) foram tratadas com solução em 1100 ° C por 1 h e, em seguida, resfriadas rapidamente em água. Os testes vibratórios CE foram conduzidos usando um Processador Ultrassônico de acordo a norma ASTM G 32-06 a 25 ° C em 3,5% NaCl . Os testes de CE foram interrompidos em momentos diferentes para observações da morfologia da superfície e danos nas amostras usando um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Testes de polarização potenciodinâmica anódica foram feitos em 3,5% NaCl com uma taxa de varredura de 1 mV/s a partir de 0,4 V sob o potencial de circuito aberto. Para cada condição, pelo menos 3 testes de polarização foram feitos. As curvas de polarização apresentadas no trabalho dos pesquisadores mostram as tendências gerais dos testes de polarização. As amostras para os testes de polarização foram tratadas com soluções variadas entre 1100 ° C e 1300 ° C por 1 h e, em seguida, resfriadas com água, com a visão de avaliar o efeito do tamanho do grão na transformação martensítica e resistência à corrosão por pite. A identificação de ϵ e α' foi feita usando difração de raios-X com uma taxa de varredura de 0,1 grau/s.

De acordo com os resultados de difração de raios-X, algumas amostras tratadas continham martensita, enquanto outras não. As amostras escolhidas para os testes de CE foram aquelas que não continham qualquer martensita pré-existente. Os espectros de difração retirados de uma dessas amostras originalmente sem martensita em diferentes tempos de CE são mostrados na Figura 43. Para as amostras contendo martensita, os potenciais de corrosão foram reduzidos visivelmente em comparação com seus homólogos sem martensita que foram resfriados a partir da mesma temperatura como mostra a Fig. 44.

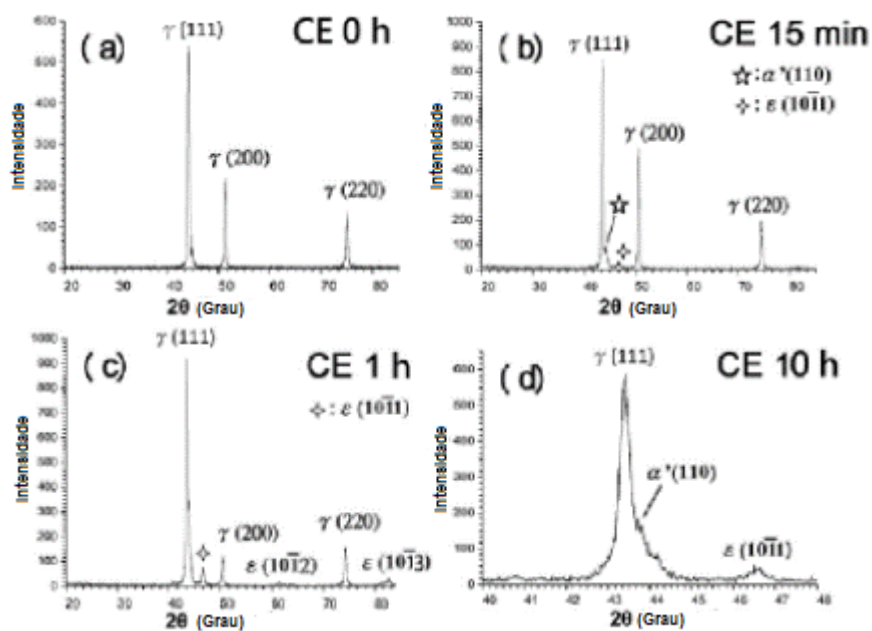


Figura 43 – Espectro de difração de raio-X de amostras originais livres de martensita através de um processo de CE de diferentes durações [33].

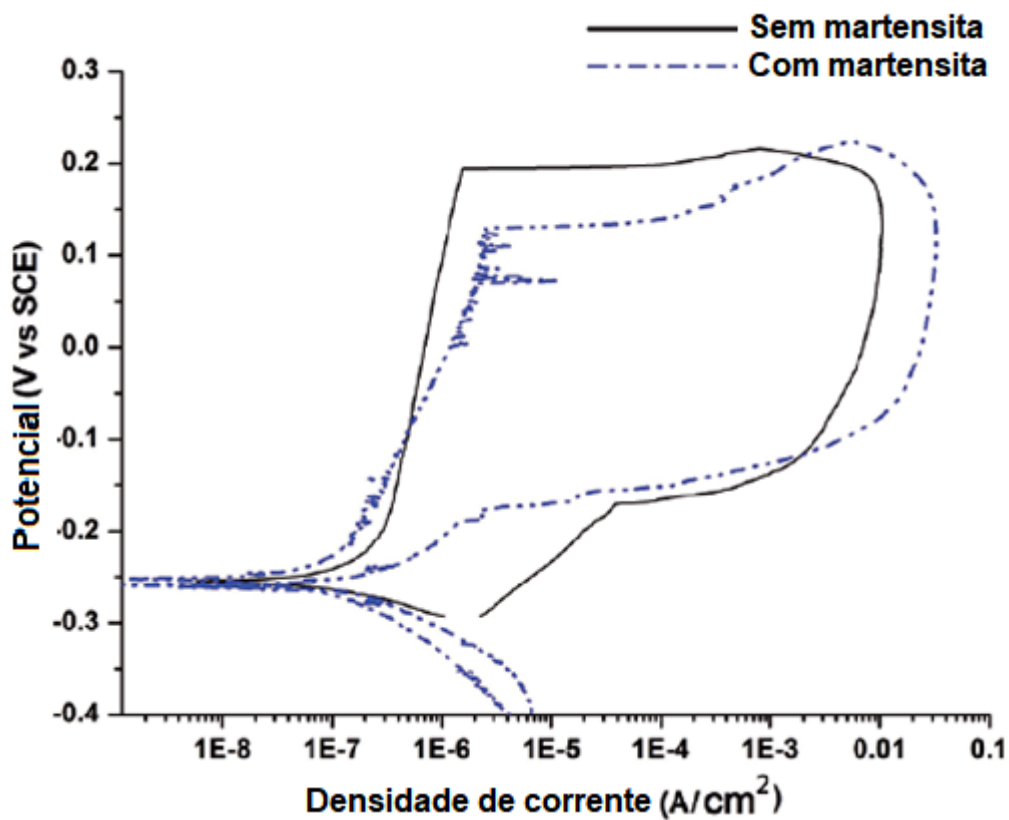


Figura 44 – Influencia de α' e ϵ no comportamento da polarização potenciodinâmica anódica no aço lean após têmpera de $1100^\circ C$ [33].

Portanto, WANG et al [33] concluíram com os resultados que, apesar de as transformações martensíticas envolvendo ϵ e α' tenham sido benéficas, provadas por muitos pesquisadores, para a resistência à erosão por cavitação (CE) de aços inoxidáveis austeníticos, ϵ e α' foram considerados a primeira iniciação de danos locais para o aço austenítico *lean*, que conduzem a rápidos danos na superfície. A onipresença de ϵ e α' nas amostras facilita a coalescência de pites CE e, portanto, resulta em uma morfologia de dano superficial granulada. Além disso, ϵ e α' diminui a resistência à corrosão por pite deste aço, que por sua vez, é prejudicial à resistência CE em meios corrosivos.

Foi desenvolvido por ABREU et al [34] uma pesquisa sobre a caracterização e influência na resistência à corrosão por pite da martensita induzida por deformação em aço inoxidável AISI 301LN. Os experimentos foram conduzidos a partir de amostras de aços inoxidáveis comerciais AISI 301LN, cujos teores são 17,91 Cr, 6,53 Ni, 1,80 Mn, 0,79 Si, 0,17 Mo, 0,18 Cu, 0,10 N, foram tratados com solução a 1100 ° C por uma hora e laminados a frio com reduções de espessura de 5, 10, 26 e 47%. A fim de comparar os resultados principais, uma chapa de aço inoxidável AISI 316L comercial com o 16,91 Cr, 9,97 Ni, 1,72 Mn, 0,62 Si, 2,68 Mo, 0,12 Cu e com outros elementos inferiores a 0,1 (em peso (%)), foi laminado a frio com as mesmas reduções de espessura e submetidos aos mesmos testes.

A Tabela 9 compara os valores de Ms, Md e a Energia de Falha de Empilhamento (EFE) de AISI 301LN com AISI 316L, aço de EFE média. Ambos os valores para Ms são na escala sub-zero. Os valores Md expressam as temperaturas em que 50% da austenita é transformado em martensita com 30% de deformação verdadeira, sugerem que a formação de martensita à temperatura ambiente para AISI 301LN é mais fácil. O valor de EFE para AISI 301LN é muito baixo, indicando uma fraca estabilidade da fase de austenita neste aço.

Tabela 9 – Valores de Ms, Md e EFE. Adaptado [34].

Amostra	Ms (°C)	Md(°C)	EFE (mJ.m ⁻²)
AISI 301LN	-161.8	19.1	7.4
AISI 316	-179.6	-67.1	50.8

A Figura 45 mostra difratogramas de raios-X para amostras de AISI 301LN laminados a frio com 5, 26 e 47% de reduções de espessura. Os três difratogramas mostram apenas as fases γ e α' , e não há pico indicando a presença de martensita ϵ . A transformação foi realizada em

um teste com tensão sub-zero, com pequenas deformações. Foi demonstrado que a martensita ε é apenas uma etapa da transformação, e aumentando a deformação, ela se transforma em martensita α' . Provavelmente, pela quantidade de deformação aplicada em neste trabalho, a reação $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ foi concluída. A quantidade de martensita aumenta com a deformação por laminação a frio. A técnica de difração de raios X indica 14, 46 e 60% de martensita para amostras laminadas a frio com reduções de 5, 26 e 47% ,respectivamente. Os difratogramas do AISI 316L laminado a frio com reduções de 5, 26 e 47% são apresentados na Figura 46. O percentual de martensita medida por esta técnica para AISI 316L foram respectivamente 6,5, 7 e 8%.

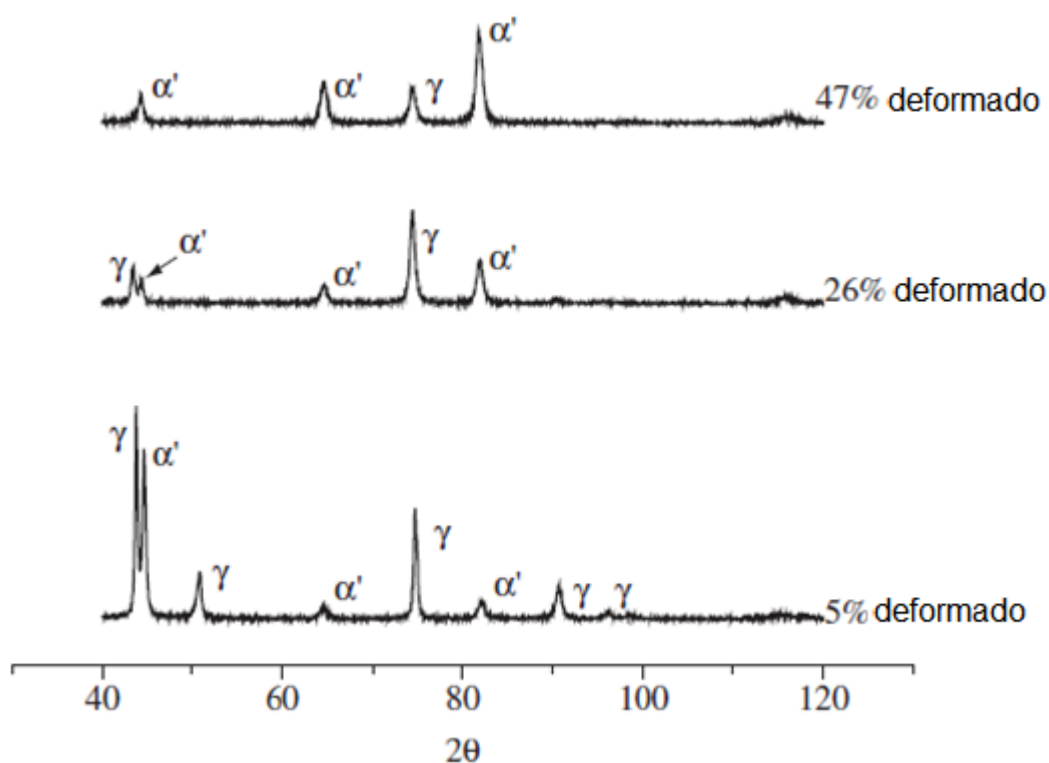


Figura 45 – Difratograma de raios-X mostrando apenas as fases γ e α' no aço AISI 301LN [34].

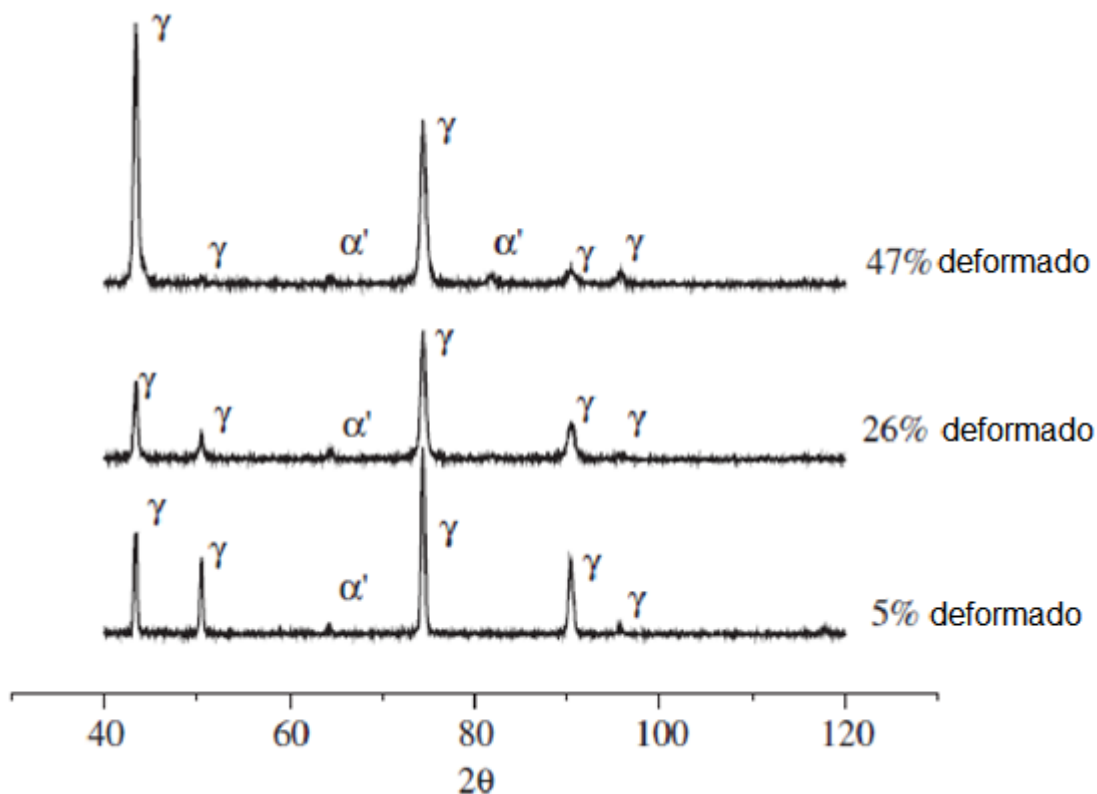


Figura 46 – Difratoograma de raios-X mostrando apenas as fases γ e α' no aço AISI 316L [34].

A Figura 47 exibe a influência da deformação no número de pites para ambos materiais estudados. Esta figura mostra que o número de pites aumenta com deformação para ambos os aços estudados, associado a defeitos introduzidos em ambos os materiais pelo processo de deformação, que conduz o surgimento de sítios preferenciais para nucleação de pites. A Figura 47 também mostra que para as amostras como recebidas, o AISI 301LN apresenta maior número de pites do que o AISI 316L, enquanto o número de pites foi semelhante para os materiais estudados, com a deformação de 26%.

Por fim, para o material deformado 47%, o AISI 316L apresenta maior número de pites que AISI 301LN. Assim, os resultados apresentados na Figura 47 mostram que para deformação menor que 26%, o AISI 316L é o mais resistente à corrosão por pites, enquanto para maior deformação o AISI 301LN apresentou melhor resistência à corrosão por pites do que o AISI 316L.

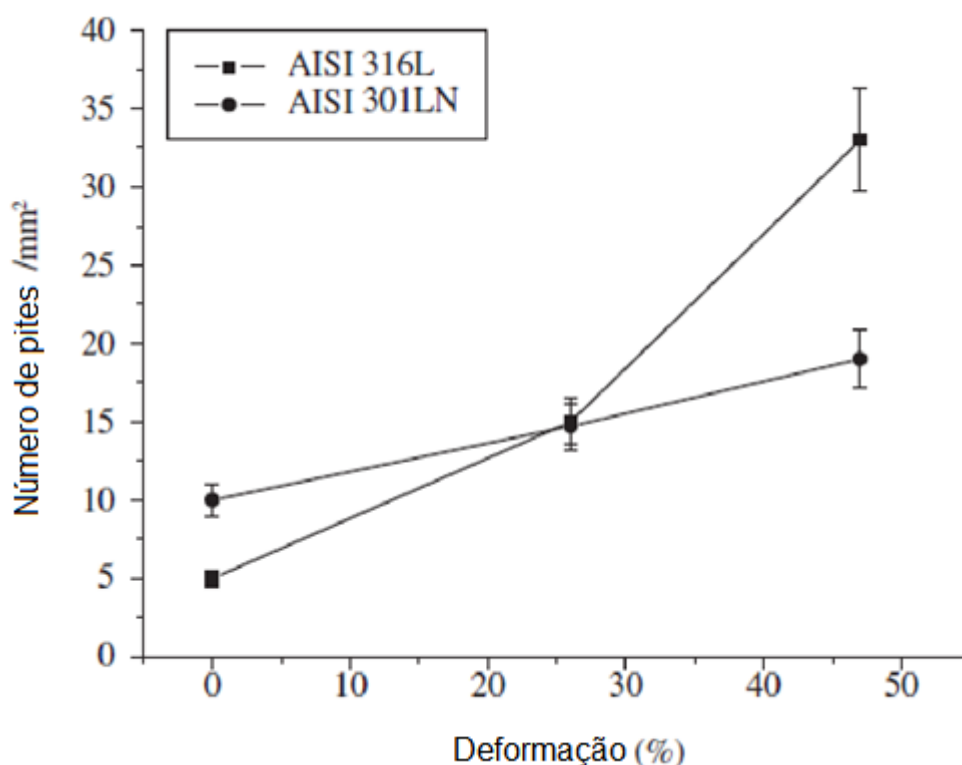


Figura 47 – Aumento do número de pites com a deformação [34].

Os resultados obtidos por análise EBSD e a martensita induzida por deformação quantificada por difração de raios-X foram muito próximos e revelaram que a quantidade de α' aumenta exponencialmente na faixa de deformação analisada. Pela quantidade de deformação estudada por ABREU et al. [34], a corrosão por pite e resistência à corrosão generalizada diminui com o aumento da fração de volume da martensita.

SILVA et al [35] pesquisaram um estudo de caso de corrosão sob tensão de uma junta de expansão de aço inoxidável austenítico. Para o experimento, cinco amostras de um aço austenítico AISI 304 foram utilizadas: um tubo cilíndrico liso, três novas juntas de expansão de fole com extremidades de soldadas e uma junta de expansão anteriormente usada em serviço. As dimensões das juntas do fole de expansão e do tubo liso são mostrados na Figura 48. Em serviço, os tubos planos e as juntas de expansão são unidos por soldagem TIG. Dentro do sistema tubo/junta há passagem de outro tubo de 50,8 mm de diâmetro. A região interna do sistema está sujeita a pressão negativa para evitar a troca de calor com o ambiente externo para o duto que está localizado dentro do sistema tubo/junta. Assim, esse sistema é necessário para manter sua integridade sob as condições ambientais, evitando falhas que façam com que o ar

entre no sistema de tubulação e como consequência a troca de calor do meio para o interior do sistema.

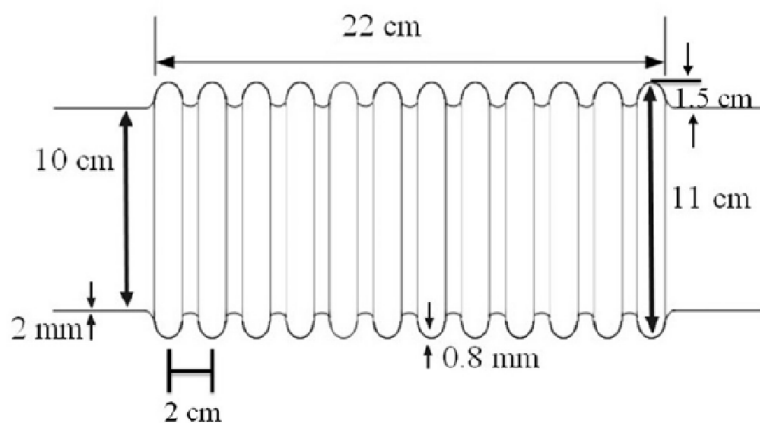


Figura 48 – Esquema do fole de expansão e tubo liso com dimensões [35].

As amostras foram obtidas cortando o tubo liso nas regiões interna e externa, e as amostras de juntas de fole de expansão foram obtidas nas regiões interna e externa da solda que atravessam todo o comprimento da junta e nas regiões interna e externa que estão longe da solda, cujas posições são mostradas na Figura 49.



Figura 49 – Posição das amostras retiradas da junta de expansão [35].

A Fig. 50 mostra a superfície interna do tubo liso. É possível notar que a superfície interna possui uma série de pontos localizados de corrosão, sugerindo que esta região está sofrendo de corrosão por pite. Uma vez que o tubo plano não foi empregado no serviço, a

corrosão na parte interna sugere que o tubo passou por um processo de corrosão em um ambiente contendo cloreto no armazenamento ou fase de transporte.

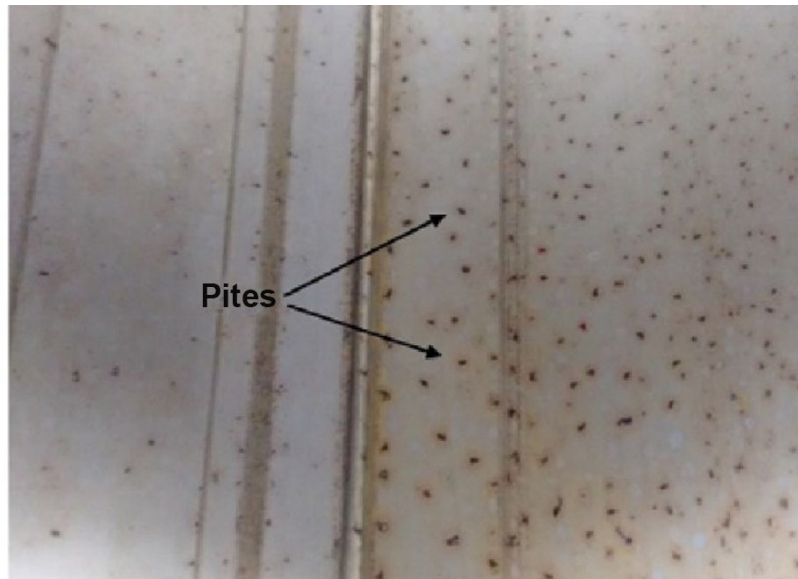


Figura 50 – Superfície interna do tubo plano com pites [35].

Lâminas de martensita podem ser observadas na micrografia da junta de expansão metálica obtida a partir do ataque eletrolítico, usando o ácido nítrico HNO_3 , como mostrado na Fig. 51a. A micrografia de junta de expansão nova apresenta uma série de pequenas agulhas ao longo de sua estrutura, enquanto a micrografia do tubo liso não os apresenta, vide Fig. 49b, mas isso não significa que o tubo liso não apresenta uma estrutura martensítica, e sim que a microestrutura da junta de dilatação apresenta um maior volume de martensita como consequência de uma maior conformação no processo de fabricação.

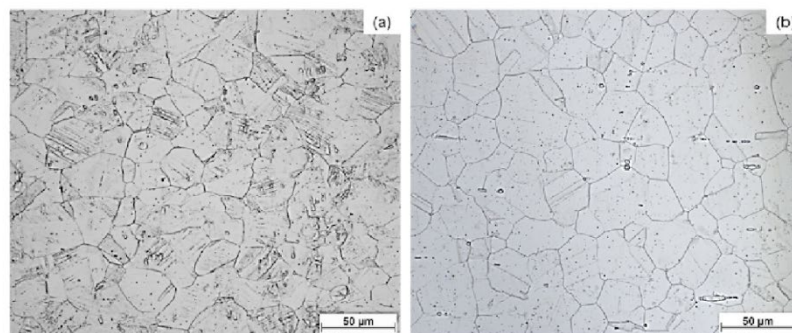


Figura 51 – Microscopia óptica de (a) junta de expansão metálica e (b) tubo liso. As microestruturas foram obtidas por ataque eletrolítico com (a) 60% de ácido nítrico e (b) 40% de ácido nítrico [35].

Para confirmar a presença da martensita induzida por deformação, uma medição EBSD na junta de expansão de metal foi realizada. A Fig. 52 mostra a presença da estrutura martensítica dentro do grão austenítico por meio de EBSD.

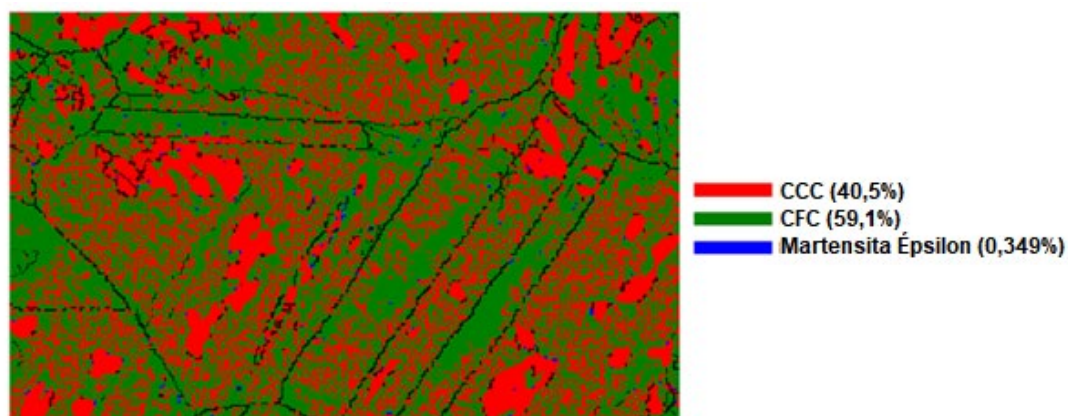


Figura 52 – EBSD na região interna da junta de expansão nova [35].

Portanto, dados os resultados da pesquisa de SILVA et al. [35], chega-se a principal conclusão para esse trabalho, segundo os pesquisadores, que a corrosão observada apenas no interior do fole da junta de dilatação e no tubo de aço inoxidável evidenciou uma ineficiência de limpeza da região, o que permitiu a formação de pites no local durante o condicionamento, transporte e instalação dos componentes. O processo de fabricação do fole, que consiste na conformação de um tubo, permitiu a formação de martensita induzida por deformação bem como acúmulo de tensões residuais. A ação conjunta da tensão residual, originada da formação do fole durante sua fabricação, a tensão aplicada durante o serviço e as condições metalúrgicas relacionadas com a estrutura martensítica favoreceram a nucleação dos pites e cavidades pré-existentes, o que comprometeu a resistência à corrosão do componente até sua falha.

SILVA et al. [35] ainda acrescentam, como recomendação, que existe um conjunto de padrões que podem ser adotados para que se evite a falha prematura desses componentes. A norma ASTM F1120-87 (2015) [36] lista uma série de ações que podem ser tomadas em relação à limpeza e ao transporte de foles de juntas de foles de expansão de metal para evitar a formação prematura de descontinuidades que pode comprometer o uso do componente. A norma ASTM A269-15 [37] estabelece uma série de tratamentos térmicos a ser realizada em tubos de aço inoxidável série 300 para evitar a formação de fases indesejáveis no aço, bem como o acúmulo de tensão residual.

4 CONCLUSÃO

Com base nas pesquisas abordadas neste trabalho, foram discutidos os efeitos da deformação a frio dos aços inoxidáveis austeníticos na microestrutura, nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão e, a partir disso, pôde-se chegar as seguintes conclusões:

- Os aços inoxidáveis austeníticos com baixa energia de falha de empilhamento são mais suscetíveis a sofrerem transformação martensítica quando deformados a frio
- As partes de um material que sofrem maiores deformações exibem um maior percentual de martensita, que é resultado de um aumento no nível da deformação de forma localizada.
- O aumento do teor de carbono nos AIA deformados aumenta a estabilização de austenita e martensita ϵ e retarda a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$.
- Em deformações abaixo de 10% ambas as martensitas ϵ e α' são formadas, com o aumento da deformação as fases de martensita ϵ e austenita são transformadas em martensita α' .
- A deformação a frio nos aços inoxidáveis austeníticos causa endurecimento na liga por causa da transformação martensítica gerada, e quanto maior o nível de deformação, maior a dureza, em virtude do aumento do percentual de martensita α' .
- A martensita induzida por deformação favorece a nucleação de pites e cavidades e pode comprometer a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para dar continuidade às pesquisas sobre o tema abordado neste trabalho, como sugestões pode-se citar:

- Pesquisa bibliográfica e experimental sobre os efeitos da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis duplex (AID).
- Pesquisa bibliográfica e experimental sobre a influência da cinética de precipitação de martensita em função do tamanho de grão presente nas microestruturas dos AIA.
- Análise experimental dos efeitos da transformação martensítica, em amostras de aços inoxidáveis austeníticos estabilizados, deformadas plasticamente em frio, com baixos valores de deformação verdadeira, fazendo uso da microscopia eletrônica de varredura (MEV).

4 REFERÊNCIAS

- [1] TAVARES, S.S.M.; NETO, J.M.; SILVA, M.R.; VASCONCELOS, I.F.; ABREU, H.F.G. Magnetic properties and α' martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling. **Material Characterization.**; v.59, ed. 7: p. 901–904, 2008.
- [2] JHA, A.K.; SIVAKUMAR, D.; SREEKUMAR, K.; MITTAL, M.C. Role of transformed martensite in the cracking of stainless steel plumbing lines. *Engineering Failure Analysis*. **Science Direct**. 15, 1042-1051, 2008.
- [3] CALLISTER, J. W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Sétima. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008
- [4] PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**. São Paulo: Hemus, 2004.
- [5] CARBÓ, H. M. **Aços Inoxidáveis: aplicações e especificações**. *ArcelorMittal Inox*.
- [6] TAVARES, M. T. **Avaliação da transformação martensítica por deformação a frio no aço inoxidável AISI 321**. Niterói, 2014. Tese (mestrado). Universidade Federal Fluminense.
- [7] INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION – IMOA. **Practical guidelines for the Fabrication of High Performance Austenitic Stainless Steels**. 2010. Disponível em: <http://www.imoa.info/download_files/stainless-steel/Austenitics.pdf>. Acesso em 01 de dezembro de 2019.
- [8] MONÇORES, R. S; SOARES, H. F. **Análise Comparativa da Resistência à Corrosão por Pites e Tenacidade do Aço AISI 304L Soldado por GTAW Convencional e Pulsado**. Itaguaí, 2017. Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca Uned Itaguaí.
- [9] CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Materiais de Construção Mecânica**. São Paulo: McGraw Hill, 1986.
- [10] FERREIRA, R. C. **Estudo da Formação da Fase Sigma em Aços Inoxidáveis Austeníticos - Foco nas ligas 317, 317L e 317LN**. Porto Alegre - RS: UFRGS, 2009.

- [11] GILAPA; L.C.M. **Efeito do teor de cobre e dos caminhos de deformação na conformabilidade e na martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304**. Joinville, 2011. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina.
- [12] LACERDA, L. V. S.; OLIVEIRA, R. L. **Efeitos do Tratamento de Solubilização e Envelhecimento Térmico no Grau de Sensitização e Tenacidade do Aço AISI 304L Soldado por GMAW**. Itaguaí, 2017. Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca Uned Itaguaí.
- [13] THE STAINLESS STEEL INFORMATION CENTER. **Intergranular corrosion**. Disponível em: <<http://www.ssina.com/corrosion/igc.html>> Acesso em 07 de dezembro de 2019.
- [14] KOLLI, S.; JAVAHERI, V.; OHLIGSCHLÄGER, T.; KÖMI, J.; PORTER, D. The importance of steel chemistry and thermal history on the sensitization behavior in austenitic stainless steels: Experimental and modeling assessment. **Materials Today Communications** 24, 1010882, 2020
- [15] PADILHA, A.F.; RIOS, P.R. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels, **ISIJ International**, Vol. 4, 2002.
- [16] BUTLER, E. P.; BURKE, M. G. Chromium depletion and martensite formation at grain boundaries in sensitised austenitic stainless steel. **Acta Metallurgica**, 34, 1986.
- [17] SILVA, C. S. **Formação e reversão da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 201LN**. Rio de Janeiro, 2017. Tese (mestrado). Instituto Militar de Engenharia.
- [18] VALLE, C. R.; MATSCHINSKE, M. G. **Influência do tratamento térmico de solubilização na transformação martensítica do aço inoxidável austenítico AISI 304L**. Rio de Janeiro, 2019. Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Sukow da Fonseca.
- [19] DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. Editora Guanabara dois, Rio de Janeiro, 2ª edição, 1981.
- [20] KISKO, A; et al. The Influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15Cr-9Mn-Ni-Cu stainless steel. **Materials Science and Engineering**, 2013.

- [21] THE STAINLESS STEEL INFORMATION CENTER. **Pitting and crevice corrosion**. Disponível em: <<http://www.ssina.com/corrosion/crevice-pitting.html>> Acesso em 07 de dezembro de 2019
- [22] MAINTLAND, T.; SITZMAN, S. **Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples**. 41-75, 2005
- [23] HUMPHREYS, F. J. Review Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction. **Journal of Materials Science**. V. 36. 3833 – 3854, 2001.
- [24] SILVA, P. M. O; ABREU, H. F. G; ALBUQUERQUE, V. H. C; NETO, P. L; TAVARES, J. M. R. S. Cold deformation effect on the microstructures and mechanical properties of AISI 301LN and 316L stainless steels. **Materials and Design** 32, 2011.
- [25] BEESE, A.; MOHR, D. Experimental characterization of microstructure evolution in austenitic stainless steel with phase transformation. **ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition**, 2008
- [26] TIAMIYU, A.A.; ESKANDARI, M.; NEZAKAT, M.; WANG, X., SZPUNAR, J.A.; ODESHI, A.G. A comparative study of the compressive behaviour of AISI 321 austenitic stainless steel under quasi-static and dynamic shock loading. **Materials and design**, 2016.
- [27] JHA, A. K.; SIVAKUMAR, D.; SREEKUMAR, K.; MITTAL, M. C. Role of transformed martensite in the cracking of stainless steel plumbing lines. **Materials and Metallurgy Group**, 2017.
- [28] HEDAYATI; A. NAJAFIZADEH, A ;KERMANPUR, A.; FOROUZAN, F. The effect of cold rolling regime on microstructure and mechanical properties of AISI 304L stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology** 210, 2010.
- [29] ISHIMARU, E.; HAMASAKIB, H.; YOSHIDABA, F. Deformation-induced martensitic transformation behavior of type 304 stainless steel sheet in draw-bending .process **Journal of Materials Processing Technology** 223, 2015.
- [30] OGAWA, T.; KOYAMA, M.; TASAN, C. C.; TSUZAKI, K.; NOGUCHI, H. Effects of martensitic transformability and dynamic strain age hardenability on plasticity in metastable austenitic steels containing carbon. **J Mater Sci**, 2017.

- [31] PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; TAVARES, M. T.; GARCIA, P. S. P; VELASCO, J. A. C.; · ABREU, H. F. G. · PARDAL, J. P. Influence of carbon content on the martensitic transformation of titanium stabilized austenitic stainless steels. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, 2020.
- [32] CHUNCHUN, X.; GANG, H. Effect of deformation-induced martensite on the pit propagation behavior of 304 stainless steel. **Anti-Corrosion Methods and Materials** - Volume 51, Number 6, 2004.
- [33] WANG, K. Y.; LOA, K. H.; KWOKA, C. T.; WONG, M. M.; LONG, I. W.; AI, W. The influences of Martensitic Transformations on Cavitation-Erosion Damage Initiation and Pitting Resistance of a Lean Austenitic Stainless Steel. **Materials Research**, 2016.
- [34] ABREU, H. F. G.; CARVALHO, S. S.; NETO, P. L.; SANTOS, R. P.; FREIRE, V. M.; SILVA, P. M. O.; TAVARES, S. S. M. Deformation Induced Martensite in an AISI 301LN Stainless Steel: Characterization and Influence on Pitting Corrosion Resistance. **Materials Research**, Vol. 10, No. 4, 359-366, 2007.
- [35] SILVA, M. J. G.; FRAGOSO, H.A.P., BARRIO, R.C.A.G.; CARDOSO, J.L. Stress corrosion of an austenitic stainless steel expansion joint, a case study. **Engineering Failure Analysis** 97, 2019.
- [36] ASTM F1120-87, Standard Specification for Circular Metallic Bellows Type Expansion Joints for Piping Applications, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2015.
- [37] ASTM A269/A269M-15a. Standard Specification for Seamless and Welded Austenitic Stainless Steel Tubing for General Service, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2015.