

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

JUCIANE MARIA ALVES

**QUANTIFICAÇÃO DE FASE E TENSÃO RESIDUAL
EM AÇO TRIP APÓS DEFORMAÇÃO POR LAMINAÇÃO E TRAÇÃO**

Rio de Janeiro

2018

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

JUCIANE MARIA ALVES

**QUANTIFICAÇÃO DE FASE E TENSÃO RESIDUAL
EM AÇO TRIP APÓS DEFORMAÇÃO POR LAMINAÇÃO E TRAÇÃO**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão

Co-Orientadora: Andersan dos Santos Paula

Rio de Janeiro

2018

c2018

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

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

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

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

620.1 Alves, Juciane Maria

A474q Quantificação de fase e tensão residual em aço trip após deformação por laminação e tração / Juciane Maria Alves; orientada por Luiz Paulo Mendonça Brandão; Andersan dos Santos Paula – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2018.

176p.: il.

Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2018.

1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Tensão residual. 3. Ultrassom. I. Brandão, Luiz Paulo Mendonça. II. Paula, Andersan dos Santos. III. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

JUCIANE MARIA ALVES

**QUANTIFICAÇÃO DE FASE E TENSÃO RESIDUAL
EM AÇO TRIP APÓS DEFORMAÇÃO POR LAMINAÇÃO E TRAÇÃO**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão

Co-orientadora: Andersan dos Santos Paula


Aprovada em 06 de fevereiro de 2018 pela seguinte Banca Examinadora:



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



Profª. Andersan dos Santos Paula – D.C. do IME



Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.C. do IME



Profª. Cristiane Maria Basto Bacaltchuk – Ph.D. do CEFET



Prof. Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt – D.C. do IEN

Rio de Janeiro

2018

À minha família, que tanto amo.

AGRADECIMENTOS

A Deus por sua presença constante em minha vida e por todas as bênçãos;

À minha mãe Luciene por seus ensinamentos e seu amor;

Às minhas irmãs Rita de Cássia e Aparecida por todo carinho e cuidados;

Ao meu esposo Felipe por todo companheirismo e por sua compreensão a todas as renúncias que tivemos que fazer em função da minha dedicação à pós-graduação. Agradeço também por todo amor e paz que traz à minha vida;

Aos meus sogros Leila e Ronaldo por todo carinho;

Aos meus orientadores Luiz Paulo Brandão e Andersan dos Santos por todos os desafios a mim designados e por suas contribuições inestimáveis à minha formação ao longo desses anos, desde o mestrado;

A Rodrigo Felix e a todos do CBPF que sempre estiveram dispostos a ajudar;

Ao professor Júlio, Cláudio da biblioteca, Sr. Irani e Flávio do MEV por toda ajuda e compreensão nos momentos em que precisei;

Aos amigos do IEN Marcelo Bittencourt, Daniel Martorelli, Manoel Fonseca e Ronaldo Correa por toda disponibilidade em ajudar com as análises de Ultrassom;

Aos professores Luciano Pessanha e Gláucio Soares e à Isabela Santana da UFF/Volta Redonda por permitir utilizar o Ferritoscópio e máquina de tração;

Aos professores Jorge Otubo e André Antunes do ITA por permitir a realização dos ensaios de tração em temperatura criogênica;

À pesquisadora Maria Aparecida dos Santos e ao estagiário Alexandre do IPqM pelos ensaios de propriedades elásticas;

A Rodrigo do CEPTEL por toda gentileza e disposição em ajudar com análises de DRX;

Aos amigos que conquistei no IME ao longo da minha trajetória: Talita Gama, que se tornou minha madrinha de casamento; Renato Batista e Bruna Madeira; Ramón Botelho; Eustáquio Baeta; Mônica Aline; Andrey Casanova; Camila Souza; Fabiane e a todos aqueles que não foram citados. Obrigada pelo companheirismo, pelos sorrisos e alegrias que compartilhamos;

À FAPERJ pelo apoio financeiro com a Bolsa Nota 10.

*“Quem conhece o outro é inteligente,
quem conhece a si mesmo é iluminado;
quem vence o outro é forte,
quem vence a si mesmo é invencível.”*

LAO-TSÉ

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	9
LISTA DE TABELAS	15
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	18
SIGLAS.....	20
1 INTRODUÇÃO	23
1.1 Considerações gerais	23
1.2 Objetivo do trabalho.....	25
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	26
2.1 Transformação de fase.....	26
2.1.1 Cinética da transformação de fase.....	29
2.1.2 Termodinâmica da transformação de fase.....	30
2.1.3 Quantificação de fases.....	32
2.1.3.1 Quantificação de fases por difração de raios-X.....	32
2.1.3.2 Quantificação de fases por ferritoscopia	34
2.1.3.3 Avaliação de fases por EBSD	34
2.1.4 Tensão residual.....	35
2.1.4.1 Quantificação de tensão residual por DRX	37
2.1.4.2 Quantificação de tensão residual por ultrassom	41
2.2 Aços inoxidáveis austeníticos	43
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	80
3.1 Material	80
3.2 Métodos.....	81
3.2.1 Indução da transformação martensítica.....	81
3.2.1.1 Laminação à temperatura ambiente.....	81
3.2.1.2 Laminação à temperatura criogênica.....	86
3.2.1.3 Tração à temperatura ambiente e criogênica.....	88
3.2.2 Preparação metalográfica	90
3.2.3 Análise de fases	92

3.2.3.1	Difração de raios-X	92
3.2.3.2	Ferritoscopia.....	92
3.2.3.3	Difração de elétrons retroespalhados	93
3.2.4	Análises de tensão residual.....	95
3.2.4.1	Difração de raios-X	95
3.2.4.2	Ultrassom.....	97
4	RESULTADOS.....	99
4.1	Caracterização do material recebido	99
4.2	Avaliação da preparação metalográfica	102
4.2.1	Análise de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$)	102
4.2.2	Análise de tensão residual por DRX e ultrassom	105
4.3	Avaliação do efeito TRIP	108
4.3.1	Análise quantitativa de fases por DRX	108
4.3.1.1	Transformação de fases induzida por laminação	108
4.3.1.2	Transformação de fases induzida por tração	113
4.3.2	Análise quantitativa de fases por ferritoscopia.....	119
4.3.2.1	Transformação martensítica induzida por laminação.....	119
4.3.2.2	Transformação martensítica induzida por tração	120
4.3.3	Análise de fases por EBSD	121
4.3.4	Análise de tensão residual por DRX	123
4.3.5	Análise de tensão residual por Ultrassom	124
5	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	128
5.1	Avaliação da preparação metalográfica	128
5.2	Transformação de fases induzida por laminação e tração	136
5.3	Análise de tensão residual por DRX e ultrassom	150
6	CONCLUSÃO	169
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	171
8	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS	172

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG 2.1	Diagrama esquemático de energia livre da transformação martensítica induzida por deformação (SHIN, C.H. <i>et al.</i> , 2001).....	30
FIG 2.2	Representação esquemática da tensão-assistida e deformação-induzida na transformação martensítica (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972).....	31
FIG 2.3	Refinamento perfeito (MCCUSKER, L.B., <i>et al.</i> , 1999).....	33
FIG 2.4	Formação do padrão de Kikuchi (ENGLER, O. & RANDLE, V. 2010).....	35
FIG 2.5	Efeito da deformação na rede cristalina (CULLITY, B.D., 1978), Adaptada.	38
FIG 2.6	Medição da variação da distância interplanar através da técnica DRX (CULLITY, B.D., 1978).....	39
FIG 2.7	Esquema da medição de tensão residual por DRX utilizando o método geometria psi (GOBBO, L.A. e REKHI, S.; 2009), Adaptada.....	39
FIG 2.8	Variação volumétrica de martensita e austenita retida em função de deformações a -50 °C (AMAR, K.D. <i>et al.</i> , 2004).	43
FIG 2.9	Efeito do tamanho de grão em análise de fases por DRX através da espessura de amostras do aço 304 com deformação de 30% em tração (AMAR, K.D. <i>et al.</i> , 2004).....	44
FIG 2.10	DRX após deformação de 5% em tração à -50 °C, amostras com tamanho de grão 8 µm e 58 µm (AMAR, K.D. <i>et al.</i> , 2004).	44
FIG 2.11	Curva σ - ϵ em diferentes temperaturas, aços TRIP (BYUN, T.S. <i>et al.</i> , 2004).	46
FIG 2.12	Microestrutura do aço 316LN recozido mostrando a dependência da temperatura e nível de deformação plástica - MET (BYUN, T.S. <i>et al.</i> , 2004).	47
FIG 2.13	Volume de martensita em aço TRIP em função da temperatura em seções: (a) longitudinal; (b) transversal e (c) inclinada 45° (NAGY, E <i>et al.</i> , 2004).	48
FIG 2.14	Percentuais de martensita em aço austenítico por DRX e saturação magnética em diferentes seções da amostra (NAGY, E <i>et al.</i> , 2004).	49
FIG 2.15	Difração de raios-X do aço 301LN após ensaio de tração em temperatura de -40°C (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).....	50
FIG 2.16	Bandas de cisalhamento em aços austeníticos com distintas composições químicas (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).	51
FIG 2.17	Fração volumétrica de α' em três diferentes taxas de deformação a T_{amb} :	52
FIG 2.18	Fração volumétrica de α' do aço 301LN em diferentes temperaturas com taxa de deformação de $3 \times 10^{-4} s^{-1}$ (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).....	52
FIG 2.19	Fração volumétrica de α' em função da redução a frio do aço austenítico 304L a 0 °C (HEDAYATI, A. <i>et al.</i> , 2010).....	53
FIG 2.20	DRX do aço 304L após laminação a frio (HEDAYATI, A. <i>et al.</i> , 2010).....	53

FIG 2.21 Microscopia ótica: (a) amostra como-recebida 304L; redução a frio (b) 20%, (c) 50% e (d) 90% (HEDAYATI, A. <i>et al.</i> , 2010).	54
FIG 2.22 Efeito da deformação plástica por laminação a frio, aço AISI 304L (HEDAYATI, A. <i>et al.</i> , 2010).	55
FIG 2.23 Comportamento σ - ϵ do aço 304L, amostra como recebida e após laminação a frio com redução de 90% (HEDAYATI, A. <i>et al.</i> , 2010).	55
FIG 2.24 Imagem da câmara criogênica com o CP (YOO, S.W. <i>et al.</i> , 2011).	57
FIG 2.25 Curva σ - ϵ após ensaio de tração do aço 304L em diferentes temperaturas e taxas de deformação ($1,6 \times 10^{-4}$; 10^{-3} e 10^{-2} s^{-1}) (YOO, S.W. <i>et al.</i> , 2011).	58
FIG 2.26 Esquema do sistema de isolamento com membrana de aço 304L utilizado em baixas temperaturas (KIM, J.H. <i>et al.</i> , 2012).	60
FIG 2.27 Comportamento da curva σ - ϵ de amostras do aço 304L tracionadas em T_{amb} (AL) e T_{criog} (LL) com distintas pré-deformações (KIM, J.H. <i>et al.</i> , 2012)... ..	61
FIG 2.28 Padrão de difração do aço 301LN com diferentes percentuais de redução a frio (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	63
FIG 2.29 Aço 301LN : (a) amostra CR; amostras com reduções a frio: (b) e (c) 10%, (d) e (e) 20% e (f) 70% (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	63
FIG 2.30 Avaliação da dureza média do aço 301LN submetido à laminação a frio (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	64
FIG 2.31 Efeito da laminação a frio sobre as propriedades mecânicas do aço 301LN (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	64
FIG 2.32 Influência de reduções a frio na transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) avaliada antes e após ensaio de tração (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	65
FIG 2.33 Volume de martensítica como função da deformação e da taxa de deformação em temperatura ambiente (SHEN, Y.F. <i>et al.</i> , 2012).	66
FIG 2.34 Morfologia microestrutural do aço 304L (a, c, e) e fração de martensita como resultado de deformações de 20, 40 e 67% (b, d, f) EBSD (SHEN, Y.F. <i>et al.</i> , 2012).	67
FIG 2.35 Características típicas da microestrutura de deformação do aço 304L com vários níveis de deformação plástica - MET (SHEN, Y.F. <i>et al.</i> , 2012).	68
FIG 2.36 Percentual de maclas de deformação e de martensita obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (SHEN, Y.F. <i>et al.</i> , 2012).	68
FIG 2.37 Evolução da transformação de fase em função da deformação compressiva (CAKMAK, E. <i>et al.</i> , 2014).	70
FIG 2.38 Comportamento σ - ϵ da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) a 77 K, e taxa de encruamento em função da deformação compressiva (CAKMAK, E. <i>et al.</i> , 2014).	70
FIG 2.39 Influências da taxa de deformação: (a) aumento de temperatura e (b) redução na fração volumétrica transformada (PENG, F. <i>et al.</i> , 2015).	71
FIG 2.40 DRX após transformação martensítica: (a) laminação à 0 °C e (b) laminação a -196 °C e amostra com pré-deformação (MALLICK, P. <i>et al.</i> , 2017).	72
FIG 2.41 DRX amostras do aço 304 após transformação martensítica induzida por tração a 25 °C (KAOUMI, N.K. <i>et al.</i> , 2018).	74

FIG 2.42 Falhas de empilhamentos formadas na amostra com 7% de deformação	75
FIG 2.43 Formação de martensita- ϵ (a) e martensita- α' (b) na matriz austenita da amostra com 7% de deformação (KAOUMI, N.K. <i>et al.</i> , 2018).....	75
FIG 2.44 Formação de martensita ϵ e α' na matriz austenita da amostra com 18% de deformação (KAOUMI, N.K. <i>et al.</i> , 2018).	75
FIG 2.45 Tensão residual das fases austenita e martensita em aço TRIP 301 como função do nível de fadiga (TARAN, Y.V. <i>et al.</i> , 2003/2004).	76
FIG 2.46 Aço austenítico 321 com geometria cruciforme, sistema de coordenadas....	77
FIG 2.47 Dependência radial dos componentes de tensão residual das fases austenita (a) e martensita (b) na membrana da amostra (TARAN, Y.V. <i>et al.</i> , 2007). .	77
FIG 2.48 Dependência radial dos componentes do volume de fases austenita (a) e martensita (b) na membrana da amostra (TARAN, Y.V. <i>et al.</i> , 2007).	78
FIG 2.49 Medida de tensão residual das fases γ e α' por DRX após transformação de fases dos aços TRIP: (a) 301 e (b) 201 (PAPULA, S. <i>et al.</i> , 2012).	79
FIG 3.1 Laminador FENN do IME (BOTELHO, 2012).	82
FIG 3.2 Relações geométricas em laminação (CETLIN, P.R., 2005). Adaptada.....	85
FIG 3.3 Sistema de subresfriamento das amostras laminadas em temperatura criogênica.	87
FIG 3.4 Corpo de prova reduzido para ensaios de tração.....	89
FIG 3.5 Ensaio de tração à temperatura ambiente.....	89
FIG 3.6 Ensaio de tração à temperatura criogênica.....	90
FIG 3.7 Preparo da amostra para realização de polimento eletrolítico.	92
FIG 3.8 Ferritoscópio para quantificação de martensita e padrões de ferrita.....	93
FIG 3.9 Fator de correção para análises de Ferritoscopia em função da espessura das amostras (FEREZIN, J.W., 2016).	93
FIG 3.10 Microscópio de varredura acoplado ao detector de EBSD.	94
FIG 3.11 Posicionamento da amostra na câmara do MEV para análise de EBSD.....	94
FIG 3.12 Configuração utilizada para a medição de tensão residual por DRX.....	95
FIG 3.13 Análise multidirecional de tensão residual por DRX resultando em 27 varreduras.	95
FIG 3.14 Determinação do módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson através da técnica de excitação por impulso.....	96
FIG 3.15 Sistema de medição de tensões residuais por ultrassom.	97
FIG 3.16 Ensaio de tração para determinação da constante acustoelástica por ultrassom.	98
FIG 3.17 Determinação da constante acustoelástica através do coeficiente angular da reta.	98
FIG 4.1 Curvas tensão <i>versus</i> deformação em temperatura ambiente e criogênica nas condições laminado a quente (a) e laminado a frio/recozido (b).....	100

FIG 4.2	Curvas sobrepostas dos ensaios de tração à temperatura ambiente e criogênica nas condições laminado a quente e laminado a frio/recozido.	100
FIG 4.3	Difratogramas após polimento mecânico, químico e eletrolítico da amostra CR_6 e de amostras com 20, 40, 60 e 80% de redução em laminação criogênica.	103
FIG 4.4	Difratogramas das análises no plano das amostras laminadas à temperatura ambiente (LA) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.	109
FIG 4.5	Difratogramas das amostras com ¼ de espessura laminadas à temperatura ambiente (LA) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.	109
FIG 4.6	Difratogramas das amostras com ½ espessura laminadas à temperatura ambiente (LA) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.	110
FIG 4.7	Difratogramas das análises no plano das amostras laminadas à temperatura criogênica (LC) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.....	111
FIG 4.8	Difratogramas das amostras com ¼ espessura laminadas à temperatura criogênica (LC) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.....	111
FIG 4.9	Difratogramas das amostras com ½ espessura laminadas à temperatura criogênica (LC) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.....	112
FIG 4.10	Transformação martensítica atérmica.	113
FIG 4.11	Difratogramas das análises no do plano das amostras LQ tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.	114
FIG 4.12	Difratogramas das amostras LQ (¼ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.	114
FIG 4.13	Difratogramas das amostras LQ (½ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.	115
FIG 4.14	Difratogramas do plano das amostras de 3 mm tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.	116
FIG 4.15	Difratogramas das amostras LF/R (¼ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.	116
FIG 4.16	Difratogramas das amostras LF/R (½ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.	116
FIG 4.17	Difratogramas das análises no plano das amostras LQ tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.	117
FIG 4.18	Difratogramas das amostras LQ (¼ espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.	117
FIG 4.19	Difratogramas das amostras LQ (½ espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.	117
FIG 4.20	Difratogramas das análises no plano das amostras LF/R tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.	118
FIG 4.21	Difratogramas das amostras LF/R (¼ espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.	118
FIG 4.22	Difratogramas das amostras LF/R (½ espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.	118

FIG 4.23	Análise de fases por EBSD: a e b) amostras como recebidas, c) amostra com 24% de deformação por tração e d) amostra laminada com 20% de redução.	121
FIG 4.24	Mapa de grãos amostras como recebidas.	122
FIG 5.1	Quantificação de fases por difração de raios-X após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	129
FIG 5.2	Quantificação de fases por Ferritoscopia após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	129
FIG 5.3	Análise de EBSD das amostras como recebidas laminada a quente (a) e laminada a frio/recozida (b).	130
FIG 5.4	Padrão de Kikuchi da amostra como recebida laminada a quente.	131
FIG 5.5	Tensão residual após polimento mecânico, químico e eletrolítico: a) amostras CR_LQ (fase γ) e b) amostras com 80% de redução em laminação criogênica (fase α').	132
FIG 5.6	Velocidade da onda longitudinal em amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.	133
FIG 5.7	Velocidade da onda cisalhante medida em DL e DT em amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.	134
FIG 5.8	Birrefringência acústica das amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.	135
FIG 5.9	Tensão residual por ultrassom de amostra CR e de amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.	135
FIG 5.10	Transformação martensítica induzida por laminação à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).	136
FIG 5.11	Transformação martensítica induzida por laminação à temperatura ambiente (LA) análises no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras	139
FIG 5.12	Transformação martensítica induzida por laminação à temperatura criogênica (LC) análises no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras.	140
FIG 5.13	Transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) em amostras LQ e LF/R.	141
FIG 5.14	Transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) em amostras como recebidas LQ.	142
FIG 5.15	Transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) em amostras como recebidas LF/R.	142
FIG 5.16	Transformação martensítica induzida por deformação efetiva em laminação e tração à temperatura ambiente e criogênica.	143
FIG 5.17	Análise quantitativa da transformação martensítica por DRX e Ferritoscopia de amostras laminadas em temperatura ambiente e criogênica.	145
FIG 5.18	Análise quantitativa da transformação martensítica por DRX e Ferritoscopia das amostras tracionadas à temperatura ambiente e criogênica.	145
FIG 5.19	Análise de fases por EBSD da amostra como recebida laminada a quente. .	147

FIG 5.20	Análise de fases por EBSD da amostra como recebida laminada a frio/recozida.....	147
FIG 5.21	Análise de fases por EBSD da amostra com deformação de 24% em tração à temperatura ambiente.	148
FIG 5.22	Análise de fases por EBSD da amostra com 20% de redução em laminação à temperatura ambiente.	148
FIG 5.23	Tensão residual da fase γ no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras como recebidas.	151
FIG 5.24	Tensão residual da fase γ na amostra LA_20 (a) e da fase α' na amostra LA_80 (b). Análises no plano a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras.	151
FIG 5.25	Laminação de planos (CETLIN, P.R. 2005).	152
FIG 5.26	Aspecto de chapas laminadas caracterizando o estado de tensão vigente (CETLIN, P.R. 2005).	152
FIG 5.27	Tensão residual da fase α' em amostras com 20%, 40, 60 e 80% de redução em laminação criogênica, análises no plano e à meia espessura.	154
FIG 5.28	Tensão residual da fase γ no plano e a $\frac{1}{4}$ de espessura de amostras tracionadas à temperatura ambiente com 24% de deformação.....	155
FIG 5.29	Perfil de pico e a relação distância interplanar <i>versus</i> sen^2 de ψ : a) amostra CR laminada a quente e b) amostra com 80% de redução em laminação à $T_{\text{criogênica}}$	158
FIG 5.30	Avaliação do comportamento de pico das fases γ e α' , deslocamento e/ou alargamento, em amostras laminadas com reduções de 20, 40, 60 e 80%... ..	160
FIG 5.31	Avaliação do comportamento de pico das fases γ e α' , deslocamento e/ou alargamento, em amostras tracionadas com deformação de 24%.	161
FIG 5.32	Velocidade da onda longitudinal em amostras nas condições laminada a quente (a) e laminada a frio/recozida (b) após tração à temperatura ambiente.	162
FIG 5.33	Velocidade da onda longitudinal em amostras nas condições laminada a quente (a) e laminada a frio/recozida (b) após tração à temperatura criogênica.	163
FIG 5.34	Velocidade da onda longitudinal em amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica.	164
FIG 5.35	Velocidade da onda cisalhante nas direções longitudinal (a) e transversal (b) em amostras laminadas à temperatura ambiente.	165
FIG 5.36	Velocidade da onda cisalhante nas direções longitudinal (a) e transversal (b) em amostras laminadas à temperatura criogênica.	165
FIG 5.37	Birrefringência acústica das amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica.	166
FIG 5.38	Tensão residual por ultrassom após indução da transformação martensítica por laminação em temperatura ambiente.	166
FIG 5.39	Tensão residual por ultrassom após indução da transformação martensítica por laminação em temperatura criogênica.	167

LISTA DE TABELAS

TAB 2.1	Composição química (BYUN, T.S. <i>et al.</i> , 2004) Adaptada.	45
TAB 2.2	Composição química dos materiais em estudo (TALONEN, J. & HANNINEN, H. 2007).	49
TAB 2.3	Conteúdo de martensita- α' medido por ferritoscópio ($f_F^{\alpha'}$) e análise de imagem ($f_I^{\alpha'}$) (HEDAYATI, A. <i>et al.</i> , 2010).	54
TAB 2.4	Cenário experimental dos ensaios de tração aço TRIP 304L em diferentes temperaturas e taxa de deformação (YOO, S.W. <i>et al.</i> , 2011).	56
TAB 2.5	Propriedades mecânicas após ensaio de tração (YOO, S.W. <i>et al.</i> , 2011). ...	59
TAB 2.6	Composição química do aço 301LN (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	62
TAB 2.7	Valores médios do limite de escoamento, resistência à tração e dureza do aço 301LN (HUANG, J.X. <i>et al.</i> , 2012).	65
TAB 2.8	Composição química do aço 304L (% peso) (SHEN, Y.S. <i>et al.</i> , 2012).	66
TAB 2.9	Medida da fração em peso de cada fase por difração de nêutron (CAKMAK, E. <i>et al.</i> , 2014).	69
TAB 2.10	Composição química do aço 304 (MALLICK, P. <i>et al.</i> , 2017).	72
TAB 2.11	Valores estimados EFE do aço 304 em distintas temperaturas (MALLICK, P. <i>et al.</i> , 2017).	72
TAB 2.12	Análise quantitativa de fases por DRX após transformação martensítica do aço 304 (MALLICK, P. <i>et al.</i> , 2017).	73
TAB 2.13	Composição química dos austeníticos 301 e 201 (PAPULA, S. <i>et al.</i> , 2012).	78
TAB 2.14	Valores preditos de tensão residual por fase (γ e α') e fração volumétrica de martensita (MSOLLI, S. <i>et al.</i> , 2016).	79
TAB 3.1	Composições químicas aço inoxidável austenítico 304L (% em peso).	80
TAB 3.2	Passes da laminação à temperatura ambiente.	83
TAB 3.3	Taxa média de deformação em laminação à temperatura ambiente.	84
TAB 3.4	Verificação do tempo médio para o cilindro completar uma volta.	85
TAB 3.5	Aferição de temperatura após cada passe de laminação à temperatura ambiente.	86
TAB 3.6	Passes de laminação à temperatura criogênica.	88
TAB 3.7	Parâmetros para análise de tensão residual por difração de raios-X.	96
TAB 4.1	Características estruturais/propriedades do material em estudo.	99
TAB 4.2	Análise quantitativa de fases por difração de raios-X após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	104
TAB 4.3	Análise quantitativa de fases por Ferritoscopia após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	104

TAB 4.4	Parâmetros testados nas análises de EBSD.	105
TAB 4.5	Tensão residual da fase γ de amostras CR (LQ) e da fase α' da amostra com redução de 80% em laminação após polimento mecânico, químico e eletrolítico.....	105
TAB 4.6	Velocidade da onda longitudinal em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e CR_6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.....	106
TAB 4.7	Velocidade da onda cisalhante em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e em amostra CR 6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	106
TAB 4.8	Medida de birrefringência acústica em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e em amostra CR 6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	107
TAB 4.9	Tensão residual por ultrassom em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e em amostra CR 6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.	107
TAB 4.10	Análise quantitativa de fases por DRX no plano da chapa, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura após laminação à temperatura ambiente (LA).....	110
TAB 4.11	Análise quantitativa de fases por DRX no plano da chapa, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura após laminação à temperatura criogênica (LC).....	112
TAB 4.12	Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras LQ tracionadas à temperatura ambiente (TA).....	115
TAB 4.13	Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras LF/R tracionadas à temperatura ambiente (TA).....	116
TAB 4.14	Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras LQ tracionadas à temperatura criogênica (TC).....	117
TAB 4.15	Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras LF/R tracionadas à temperatura criogênica (TC).....	118
TAB 4.16	Análise quantitativa de fases por Ferritoscopia das amostras LQ laminadas à temperatura ambiente (TA).....	119
TAB 4.17	Análise quantitativa de fases por Ferritoscopia das amostras LQ laminadas à temperatura criogênica (TC).....	119
TAB 4.18	Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LQ tracionadas à T_{ambiente} .	120
TAB 4.19	Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LF/R tracionadas à T_{ambiente}	120
TAB 4.20	Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LQ tracionadas à $T_{\text{criogênica}}$	120
TAB 4.21	Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LF/R tracionadas à $T_{\text{criogênica}}$	120
TAB 4.22	Parâmetros das análises de EBSD.	122
TAB 4.23	Tensão residual da fase γ por DRX das amostras como recebidas.....	123
TAB 4.24	Tensão residual por DRX da fase γ (amostra com 20% de redução) e da fase α' (amostra com 80% de redução) após laminação em temperatura ambiente.	123

TAB 4.25	Tensão residual da fase α' por DRX das amostras laminadas à temperatura criogênica com 20, 40, 60 e 80% de redução.	123
TAB 4.26	Tensão residual da fase γ por DRX de amostras tracionadas à temperatura ambiente com 24% de deformação.....	124
TAB 4.27	Velocidade da onda longitudinal em amostras LQ e LF/R tracionadas à temperatura ambiente (TA).	125
TAB 4.28	Velocidade da onda longitudinal em amostras LQ e LF/R tracionadas à temperatura criogênica (TC).....	125
TAB 4.29	Velocidade da onda longitudinal em amostras LQ laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).	125
TAB 4.30	Velocidade da onda cisalhante em amostras do aço LQ laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).	126
TAB 4.31	Birrefringência acústica em amostras LQ laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).	126
TAB 4.32	Tensão residual por ultrassom em amostras CR e laminadas em temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC) com reduções de 20, 40 e 60%.	126
TAB 5.1	Identificação de martensita- ϵ em diferentes seções de amostras após transformação martensítica.....	144
TAB 5.2	Percentual de pontos não indexados nas análises de EBSD e volume de martensita por DRX e Ferritoscopia.....	149
TAB 5.3	Tensão residual da fase austenita em amostras com deformações equivalentes em laminação e tração.	156

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Face Centrada
cm	Centímetro
CR	Como recebida
DL	Direção longitudinal
DP	Desvio Padrão
DT	Direção transversal
EFE	Energia de Falha de Empilhamento
gf	Gramas-força
GOF	<i>Goodness of fit</i>
GPa	Gigapascal
K	Kelvin
kN	Kilonewton
kV	Kilovolts
LA	Laminação à temperatura ambiente
LC	Laminação à temperatura criogênica
LF/R	Laminado(a) a frio e recozido(a)
LQ	Laminado(a) a quente
mA	Miliampère
MHz	Megahertz
mJ/m ²	Milijoule por metro quadrado
mL	Mililitros
mm	Milímetro
mm ²	Milímetro quadrado
MPa	Megapascal
N	Newton
rpm	Rotação por minuto
s ⁻¹	Taxa de deformação plástica
TA	Tração à temperatura ambiente

T_{amb}	Temperatura ambiente
TC	Tração à temperatura criogênica
V	Volts

SÍMBOLOS

Al	Alumínio
B	Boro
C	Carbono
Co	Cobalto
Cu	Cobre
Cr	Cromo
°C	Graus Celsius
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
Nb	Nióbio
Ni	Níquel
Pb	Chumbo
P	Fósforo
S	Enxofre
Si	Silício
Sn	Estanho
Ti	Titânio
V	Vanádio
W	Tungstênio
γ	Austenita, estrutura cúbica de face centrada
α'	Martensita alfa linha, estrutura cúbica de corpo centrado
ϵ	Martensita épsilon, estrutura hexagonal compacta
%	Percentual
M_d	Temperatura acima da qual não ocorre formação de martensita por qualquer nível de deformação
M_{d30}	Temperatura na qual 30% da tensão aplicada transforma 50% de γ em α'
M_i	Temperatura de início de formação de martensita
M_i^σ	Temperatura mínima onde ocorre nucleação de α' por deformação plástica

SIGLAS

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
DRX	Difração de Raios-X
EBSF	Difração de Elétrons Retroespalhados
EEIMVR	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda
IEN	Instituto de Engenharia Nuclear
IPqM	Instituto de Pesquisa da Marinha
IME	Instituto Militar de Engenharia
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i> (Transformação Induzida por Plasticidade)
UFF	Universidade Federal Fluminense

RESUMO

O aço inoxidável austenítico metaestável 304L é suscetível à transformação martensítica induzida por deformação e esta pode ocorrer desde a temperatura ambiente a temperaturas criogênicas. A intensidade da transformação de fases depende da temperatura do processo; taxa, nível e modo de deformação e da composição química do material, pois esta influencia sua temperatura M_i e sua energia de falha de empilhamento (EFE). Como produtos da transformação martensítica, pode haver a formação das fases ϵ e α' . Este trabalho teve por objetivo investigar a transformação martensítica do aço 304L em distintas condições termomecânicas. O material na condição laminado a quente foi submetido à transformação de fases por laminação e tração à temperatura ambiente e criogênica e estes resultados foram comparados com aqueles obtidos por tração uniaxial à temperatura ambiente e criogênica com o material na condição de laminado a frio/recozido. As transformações martensíticas induzidas por laminação e por tração foram realizadas nas mesmas deformações efetivas/equivalentes na temperatura ambiente e criogênica sendo que esta última foi estimada a partir da composição química do material. Para análise de fases foram utilizadas as técnicas Ferritoscopia, Difração de Raios-X e EBSD e para análise da tensão residual Ultrassom e Difração de raios-X. Avaliou-se a influência da preparação metalográfica via polimento mecânico, químico e eletrolítico nos resultados das análises quantitativas de fases e tensão residual e verificou-se o perfil da transformação de fases e tensão residual a partir de análises no plano/superfície, a $\frac{1}{4}$ e a $\frac{1}{2}$ espessura das amostras. Obteve-se amostras 100% martensíticas com reduções de 60 e 80% em laminação criogênica e verificou-se a presença de tensão residual compressiva nas fases austenita e martensita por difração de raios-X. Observou-se a ocorrência de transformação martensítica mais intensa no material em condição de laminado a frio/recozido tanto em temperatura ambiente quanto criogênica. Notou-se maior presença de martensita- ϵ nas amostras do material na condição de laminado a quente. Ainda realizou-se análise quantitativa de tensão residual por ultrassom e observou-se estado de tensão compressiva, assim como observado por difração de raios-X.

Palavras-chave: Aço Austenítico 304L, Transformação Martensítica, Tensão Residual, Processamento Termomecânico, Preparação Metalográfica, Ultrassom.

ABSTRACT

The 304L metastable austenitic stainless steel is susceptible to martensitic transformation induced by deformation and this can occur at room and cryogenic temperatures. The intensity of the phases transformation depends on the process temperature; rate, level and mode of deformation; and chemical composition of the material. The material composition influences its M_s temperature and its stacking fault energy. As products of the phase transformation, there may be formed the ϵ - and α' -phases. The objective this work was to investigate the martensitic transformation of the 304L steel in different thermomechanical conditions. The material was received in two conditions: as hot rolled and after cold rolling and annealing. The material received as hot rolled was subjected to phase transformation by rolling process in the cryogenic and room temperatures and it was also submitted to phase transformation through uniaxial tensile test. These results were compared to those gotten by the material received as cold rolling/annealing condition submitted to uniaxial tensile at cryogenic and room temperatures. The martensitic transformation induced by rolling process and by uniaxial tensile test were performed the with same effective/equivalent deformations at room and cryogenic temperatures being that this last one was estimated from the chemical composition of the material. Ferritoscropy, XRD and EBSD techniques used were for the phases analysis. The residual stress analysis was performed by Ultrasound and XRD techniques. The influence of the metallographic preparation mode in the quantitative analysis of phase transformation and residual stress was evaluated after mechanical, chemical and electrolytic polishing. The profile of the phase transformation and residual stress of the material was analyzed on the specimen surface and at $\frac{1}{4}$ and $\frac{1}{2}$ thickness of the samples. A hundred percent of martensitic were obtained for reductions of 60 % and 80 % after cryogenic rolling and the presence of compressive residual stress in the austenitic and martensitic phases by XRD was verified. It was observed the occurrence of more intense martensitic transformation in the material received as cold rolled/annealed in both room and cryogenic temperatures in comparison to those received as hot rolled. A greater martensite- ϵ presence was observed in the material received in hot rolled condition submitted to tensile deformation. Was observed by ultrasound and by X-ray diffraction state of compressive residual stress in the material.

Keywords: 304L Austenitic Steel, Martensitic Transformation, Residual Stress, Thermomechanical Processing, Metallographic Preparation, Ultrasound.

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem uma vasta gama de aplicações devido à possibilidade de uso em temperaturas elevadas, criogênicas e ambiente. Dentre os aços austeníticos metaestáveis, o aço 304L destaca-se por suas aplicações em equipamentos para indústrias aeronáutica, ferroviária, naval, petroquímica, têxtil, frigorífica, hospitalar, alimentícia, farmacêutica, química; também é utilizado em utensílios domésticos; instalações criogênicas, vasos de pressão, reatores nucleares, destilarias, estampagem geral e profunda, entre outras (CATÁLOGO APERAN; YOO, S.W. *et al.*, 2011; KIM, J.H. *et al.*, 2012; HUANG, J.X. *et al.*, 2012). Este aço faz parte de uma geração de aços inoxidáveis austeníticos de elevada resistência (SHEN, Y.S. *et al.*, 2012).

O aço TRIP 304L quando submetido à deformação por ensaio de tração, laminação entre outros processos/modos de deformação pode sofrer transformação de fases austenita-martensita ($\gamma \rightarrow \alpha'$). Além da formação da fase α' pode se formar a martensita ϵ . A nucleação de martensita- ϵ , hexagonal compacta (HC), ocorre a partir de falhas de empilhamento (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012; OKAYASU, M. & TOMIDA, S., 2017) e a nucleação da martensita- α' , cúbica de corpo centrado (CCC), ocorre a partir da interseções de martensita- ϵ e de bandas de cisalhamento para maiores níveis de deformação (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007; OKAYASU, M & TOMIDA, S., 2017).

A motivação para este trabalho resultou a partir de abordagens na literatura com estudos da transformação martensítica do aço inoxidável austenítico 304L apresentando distintos enfoques, com este material nas condições de laminado a quente e laminado a frio/recozido. Desta forma, percebeu-se que seria interessante do ponto de vista acadêmico, com viés comercial, realizar estudo comparativo da transformação de fases e tensão residual deste aço laminado a quente e laminado a frio/recozido. Nesta tese, a transformação de fases foi induzida por laminação e tração em temperatura ambiente e criogênica, sendo esta última selecionada a partir da composição química do material. Em paralelo, investigou-se possíveis influências da preparação metalográfica via polimento mecânico, químico e eletrolítico sobre as análises quantitativas de fases e

tensão residual. Foram realizadas análises quantitativas de fases e tensão residual a partir de diferentes seções das amostras, plano/superfície, a $\frac{1}{4}$ e a $\frac{1}{2}$ espessura. Pela primeira vez foi utilizada a técnica de Ultrassom no estudo de tensões residuais a partir da transformação martensítica induzida por laminação à temperatura ambiente e criogênica e as análises foram realizadas em distintas seções das amostras. Para as análises de tensão residual, além do Ultrassom, utilizou-se a Difração de Raios-X e para as análises de fases foram usadas as seguintes técnicas: Ferritoscopia; Difração de Raios-X; e Difração de Elétrons Retroespalhados.

Este trabalho de tese tem potencial para contribuir de forma relevante no cenário da transformação martensítica em aço TRIP com avaliação da influência do processamento termomecânico do material a ser deformado, como também, avaliação da influência de distintos modos de deformação sobre a transformação de fases e tensões residuais. Melhor compreensão do perfil da transformação martensítica e tensão residual ao longo da espessura do material e avaliação da influência da preparação metalográfica sobre estas análises. E contribui de maneira satisfatória no entendimento das tensões que surgem nas fases austenita e martensita a partir do efeito TRIP no aço 304L.

1.2 OBJETIVO DO TRABALHO

Induzir a transformação martensítica por laminação e tração em temperatura ambiente e criogênica em um aço TRIP, inoxidável austenítico metaestável 304L, recebido como laminado a quente e comparar estes resultados aos obtidos com o mesmo material na condição de laminado a frio/recozido submetido ao ensaio de tração, nas temperaturas supracitadas. As temperaturas utilizadas nos processos de indução foram: ambiente 25°C e criogênica próxima a -118°C. A partir disto:

- ✓ Avaliar a influência da preparação metalográfica via polimento mecânico, químico e eletrolítico sobre a quantificação de fases e tensão residual;

- ✓ Quantificar o conteúdo volumétrico de martensita e as tensões residuais ao longo da espessura do material (plano, $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 TRANSFORMAÇÃO DE FASE

A transformação de fases austenita-martensita ($\gamma \rightarrow \alpha'$) em aços inoxidáveis metaestáveis pode ocorrer em ampla faixa de temperatura e depende de condições importantes como composição química da liga, temperatura, taxa e nível de deformação plástica, além do modo de deformação. A energia de falha de empilhamento (EFE) também desempenha papel importante na transformação martensítica. A nucleação de martensita- ε ocorre nas interseções das falhas de empilhamento e a nucleação de martensita- α' ocorre nas interseções da martensita- ε e de bandas de cisalhamento, que são influenciadas por EFE (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012; OKAYASU, M. TOMIDA, S. 2017). O crescimento da fase α' ocorre a partir da nucleação sucessiva e coalescimento de novos embriões, conseqüentemente novos núcleos serão criados em função da interseção de novas bandas de cisalhamento (HUANG, J.X. *et al.*, 2012). São valores de EFE abaixo de 18 mJ.m^{-2} que favorecem à transformação ($\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$) (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012). A EFE depende da composição química do material e da temperatura do ensaio. As equações (2.1 e 2.2) podem ser utilizadas para o cálculo da EFE em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente (MALLICK, P. *et al.*, 2017).

$$\text{EFE (mJ/m}^2\text{)} = -53 + 6,2(\%Ni) + 0,7(\%Cr) + 3,2(\%Mn) + 9,3(\%Mo) \quad (2.1)$$

$$\gamma_{EFE} = \gamma_{EFE}^{Tamb} + 0,05(T - 293) \quad (2.2)$$

A composição química da liga influencia em fatores importantes, intrínsecos, à transformação de fases como EFE EQs (2.1), temperatura de início de formação de martensita (M_i), EQ (2.3), e a temperatura Md_{30} na qual 30% da deformação imposta por tensão induz à transformação de 50% de austenita em martensita EQ (2.4) (CINA, B. 1954; ANGEL, T. 1954; HEDAYATI, A. *et al.*, 2010). Menores percentuais de elementos de liga aumentam a instabilidade da austenita, desta forma, quanto menor o conteúdo de elemento de liga na composição do aço TRIP e menor a temperatura do processo de deformação, mais intensa poderá ser a transformação martensítica (ANTUNES, L.M.D. *et al.*, 2011).

$$M_i (^{\circ}\text{C}) = 1305 - 1665(\%C + \%N) - 28(\%Si) - 33(\%Mn) - 42(\%Cr) - 61(\%Ni) \quad (2.3)$$

$$Md_{30} (^{\circ}\text{C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad (2.4)$$

A evolução da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) em aço TRIP é fortemente influenciada pela temperatura. A deformação plástica, de caráter irreversível, provoca elevação da temperatura interna do material e dependendo da taxa com a qual o material seja deformado poderá não haver tempo hábil para a dissipação do calor para o meio, processo denominado adiabático. A temperatura torna-se maior, quanto maior a quantidade de deformação ou taxa de deformação as quais o material seja submetido. Dependendo da intensidade destes efeitos a transformação de fases poderá ser suprimida (YOO, S.W. *et al.*, 2011; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012; PRUGER, S. *et al.*, 2014; PENG, F. *et al.*, 2015). Baixas temperaturas reduzem o aquecimento adiabático durante a deformação (AMAR, K.D. *et al.*, 2004). De fato, a deformação plástica inicia-se com o deslizamento planar de discordâncias, porém com aumento da deformação ou taxa de deformação promove-se o deslizamento não planar, com acúmulo de discordâncias. Este fato resulta no aumento de calor com aquecimento local e, desta forma, a transformação é inibida pela redução de sítios de nucleação (SHEN, Y.S. *et al.*, 2012). Baixas temperaturas favorecem a formação de martensita- α' diminuindo desta forma a fração volumétrica de austenita (NAGY, E. *et al.*, 2004).

A partir da transformação de fase austenita-martensita pode-se obter um material fortemente heterogêneo como resultado da fase martensítica incorporada à matriz austenita. A presença de martensita na matriz austenita influencia o escoamento plástico como também o processo de encruamento. Para o caso em que a transformação martensítica for muito intensa, sendo capaz de substituir por completo a fase austenítica, o material poderá ser fragilizado e conduzido à fratura precoce (EGNER, H., *et al.*, 2015).

Campos de microdanos, microtrincas ou microvazios são desenvolvidos em materiais dúcteis quando deformados em temperaturas criogênicas de maneira semelhante à deformação em temperatura ambiente ou elevada. A presença de microvazios pode ocasionar o desenvolvimento de fissuras orientadas de forma perpendicular à tensão aplicada. Já para níveis de estabilidade de austenita em aço TRIP metaestável as trincas iniciam-se em locais da fase martensítica e não de austenita retida (EGNER, H., *et al.*, 2015).

A transformação martensítica ocorre de forma muito rápida, para quantificar o quão rápido seria, foi calculada a taxa de propagação de placas de martensita em uma liga Fe-29,5%Ni e como resultado obteve-se uma taxa de 10^5 cm/s com tempo de formação de 0,05 microssegundos. Deve-se salientar que foi calculada a taxa de propagação para martensita isotermicamente formada, como também, para martensita atérmica e o resultado foi o mesmo. Isto mostra que a taxa de propagação independe da temperatura, o intervalo de temperatura adotado foi de -20 a -195°C (KAUFMAN, L. & COHEN, M., 1958).

A influência de tensões na transformação martensítica ocorre devido à expansão volumétrica da martensita, onde a diferença de energia livre associada à variação de volume entre as fases γ e α' é alterada por tensões de tração e compressão, e devido ao cisalhamento associado à transformação onde a energia interna de formação do núcleo é alterada por tensões cisalhantes (FISHER, J.C. & TURNBULL, D., 1953).

Para transformação martensítica de forma geral, a nucleação pode sofrer influência da deformação plástica e transformação prévia. Um metal quando submetido à deformação plástica possui variações de tensões residuais em sua extensão e alta densidade de discordâncias. Para um material fortemente deformado a frio a densidade de discordância por centímetro quadrado é cerca de 10^{12} , a partir de cálculos baseados na energia interna armazenada. Um material recozido possui menor densidade de discordâncias, cerca de 10^8 discordâncias/cm². A nucleação na fase matriz é favorecida na vizinhança das discordâncias, não porque as discordâncias sejam núcleos subcríticos de martensita, mas porque a energia de transformação de um núcleo de tamanho crítico é modificada pela tensão. As tensões residuais e as discordâncias presentes em um material trabalhado a frio são denominadas heterogeneidades estruturais, em consequência, a transformação martensítica em um material trabalhado a frio ocorre de forma estruturalmente heterogênea. Um material recozido parcialmente revertido em austenita pode apresentar regiões livres de tensão e quase sempre apresenta região/regiões com pequena densidade de discordância e estas podem atuar na nucleação de martensita. Devido a isto, é possível que a nucleação de martensita na matriz austenítica em material recozido seja heterogênea. Em ligas de Fe-Ni a nucleação de martensita pode ocorrer de forma mais ou menos homogênea (FISHER, J.C. & TURNBULL, D., 1953).

2.1.1 CINÉTICA DA TRANSFORMAÇÃO DE FASE

A cinética da transformação martensítica induzida por plasticidade é baseada na teoria da variação interna de deformação plástica. Onde considera-se um processo de relaxação contínua da energia de deformação interna acumulada oriunda da deformação plástica devido a formação e crescimento da nova fase (SHIN, C.H. *et al.*, 2001).

A energia de deformação interna é apresentada na EQ (2.5), a mesma depende da tensão e deformação interna (SHIN, C.H. *et al.*, 2001).

$$u^I = \frac{1}{2} \sigma^I \cdot a \quad (2.5)$$

u^I = energia de deformação interna

σ^I = tensão interna

a = deformação interna

Assumindo-se que a nucleação por unidade de volume é proporcional à energia interna de deformação, a rapidez com a qual os núcleos surgem depende de fatores como composição química do material, rota de deformação, modo de sollicitação mecânica (tração, compressão, entre outras) e tipo de fase transformada (SHIN, C.H. *et al.*, 2001).

A transformação martensítica por deformação plástica é descrita como um processo caracteristicamente autocatalítico, onde o incremento do número de embriões de martensita aumenta com o surgimento de sítios de nucleação decorrente da deformação imposta EQ (2.6) (SHIN, C.H. *et al.*, 2001), ou seja:

- A razão $\frac{N^\alpha}{N_s^\alpha}$ de embriões é proporcional ou equivalente à razão $\frac{f}{f_s}$ de martensita transformada;
- A estabilidade da austenita retida (β) sofre influência da composição química do material e da temperatura de ensaio;
- O processo de nucleação é causado por uma deformação interna mínima (ϵ_0) e depende do modo de deformação (n).

Os sítios de nucleação podem ser contornos de grãos, contornos de maclas, interfaces de partículas de inclusão, sobreposição irregular das falhas de empilhamento, interseções das bandas de cisalhamento e interseção de falhas de empilhamento (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007; YANG, J.B., *et al.*, 2010).

$$\frac{N^\alpha}{N_s^\alpha} = \frac{f}{f_s} = 1 - \exp[-\beta(\varepsilon - \varepsilon_0)^n] \quad (2.6)$$

2.1.2 TERMODINÂMICA DA TRANSFORMAÇÃO DE FASE

A força motriz fundamental para que a transformação de fase ocorra corresponde, respectivamente a um máximo de variação da energia interfacial entre as fases austenita deformada e ao aumento da energia de deformação interna associada à variação volumétrica ($\gamma \rightarrow \alpha'$) (FIG 2.1). Esta máxima diferença entre as energias das fases oferece a mínima diferença de energia crítica para que a transformação se inicie na temperatura M_i (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972; SHIN, C.H. *et al.*, 2001).

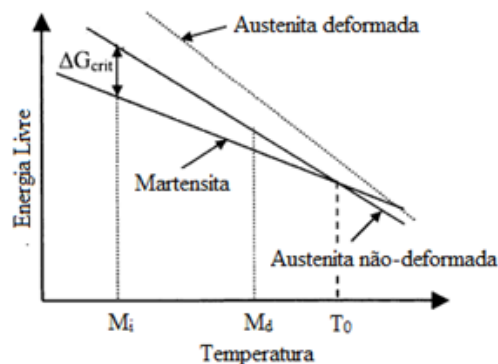


FIG 2.1: Diagrama esquemático de energia livre da transformação martensítica induzida por deformação (SHIN, C.H. *et al.*, 2001).

As principais temperaturas envolvidas na transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) por plasticidade são as seguintes FIG 2.2 (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972; ANTUNES, L.M.D. *et al.*, 2011; ZINBI, A. & BOUCHOU, A., 2010):

- ✓ M_i = temperatura na qual ocorre nucleação atérmica durante resfriamento. Nesta temperatura a austenita é termodinamicamente instável na presença de tensão e com intervenção de energia mecânica a transformação de fases poderá avançar até as proximidades de M_d (FISHER, J.C.; TURNBULL, D., 1953);

- ✓ M_i^σ = temperatura na qual ocorre o processo de nucleação por deformação. Quando se aplica certa tensão entre M_i e M_i^σ inicia-se a nucleação assistida por tensão, os núcleos crescerão até que seja atingida a tensão de escoamento da fase γ em M_i^σ . Devido ao efeito da tensão de escoamento da austenita entre M_i^σ e M_d o processo de nucleação de martensita por deformação é iniciado, a transformação irá ocorrer até as imediações de M_d ;
- ✓ M_d = acima desta temperatura não haverá formação de martensita induzida por qualquer que seja a deformação imposta.
- ✓ M_{d30} = é uma temperatura intermediária entre (M_i^σ e M_d) e corresponde a temperatura na qual 50% de martensita poderá se formar com deformação verdadeira de 30%. Este é o melhor parâmetro de estabilidade da austenita.

A temperatura M_i é influenciada pelo tipo de tensão utilizada no processo de deformação. Tensões trativas provocam aumento desta temperatura e tensões compressivas diminuição. Isto porque as tensões influenciam na diferença de energia livre associada à variação volumétrica entre as fases austenita e martensita (FISHER, J.C.; TURNBULL, D., 1953)

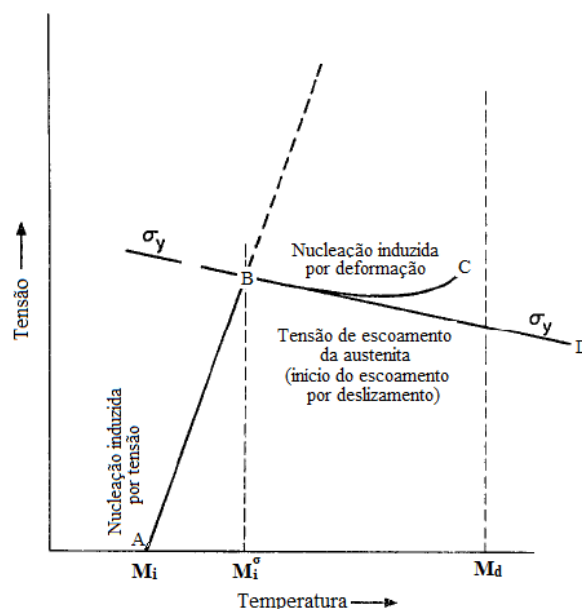


FIG 2.2: Representação esquemática da tensão-assistida e deformação-induzida na transformação martensítica (OLSON, G.B.; COHEN, M., 1972).

Os fatores que influenciam diretamente na ocorrência dos mecanismos da transformação de fases assistida por tensão ou induzida por deformação e suas quantidades relativas são temperatura e nível de deformação plástica. Além daqueles que beneficiam a formação de martensita são baixas temperaturas e menor teor dos elementos de liga, pois aumentam a instabilidade da austenita (ANTUNES, L.M.D. *et al.*, 2011).

É importante salientar que a energia de falha de empilhamento dos aços austeníticos influencia tanto nos mecanismos da transformação de fases como também nas propriedades mecânicas destes aços. A mesma tem papel fundamental na nucleação, determinando se deslizamento de discordâncias, maclagem ou transformação martensítica serão dominantes no processo de deformação. A relação entre a energia de falha de empilhamento e o desencadeamento dos mecanismos ocorre da seguinte forma: deslizamento de discordâncias (EFE acima de 45 mJ.m^{-2}), maclagem (EFE entre 18 e 45 mJ.m^{-2}) e transformação martensítica (EFE abaixo de 18 mJ.m^{-2}). Materiais com baixa EFE podem mudar de deslizamento de discordâncias para deformação por maclagem, o que confere maior contribuição ao reforço da microestrutura (SHEN, Y.S. *et al.*, 2012).

2.1.3 QUANTIFICAÇÃO DE FASES

Dada a importância científica e tecnológica da quantificação de fases em aços os métodos mais comumente empregados consistem em Difração de Raios-X (DRX), Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) e medidas magnéticas como a técnica de Ferritoscopia.

2.1.3.1 QUANTIFICAÇÃO DE FASES POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A quantificação de fases de uma amostra policristalina, por difração de raios-X, segue o princípio de que a fração volumétrica de cada uma das fases é proporcional à intensidade total integrada dos picos de difração (AMAR, K.D. *et al.*, 2004).

O método de quantificação de fase utilizado em difração de raios-X consiste no refinamento por Rietveld. O mesmo realiza o ajuste entre os difratogramas observado

(experimental) e o teórico (calculado) através do método dos mínimos quadrados (RIETVELD, H.M., 1967, 1969). O refinamento por Rietveld aplica-se a materiais com estrutura cristalina diversas como aços, pós metálicos, cerâmicos, materiais orgânicos e inorgânicos.

O refinamento considerado perfeito deve consistir na sobreposição da linha do pico observado à linha do pico calculado e a diferença de ajuste deve resultar em uma reta abaixo dos picos do difratograma (FIG 2.3). Ao finalizar o refinamento deve-se estar atento aos indicadores gráficos que consistem, respectivamente, na sobreposição dos picos observado e calculado e a linha de diferença de ajuste. Como também observar os indicadores estatísticos que são eles, qualidade do ajuste (GOF – *Goodness of fit*) e o erro experimental. Uma maior abordagem à metodologia do refinamento por Rietveld é apresentada em ALVES, J.M., 2014.

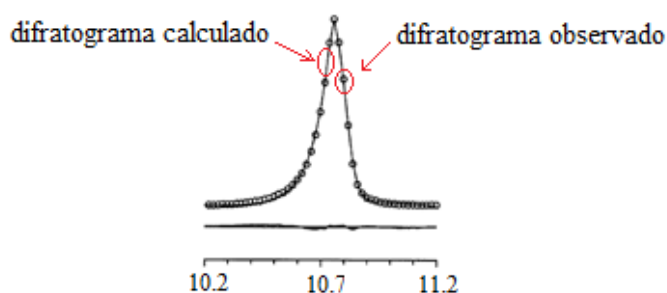


FIG 2.3: Refinamento perfeito (MCCUSKER, L.B., *et al.*, 1999).

Devido à aplicação bem sucedida do método de Rietveld, hoje existem disponíveis vários bancos de dados de fichas cristalográficas:

- ICSD - Inorganic Crystal Structure Database
- CSDS - Cambridge Structural Database System
- ICDD - International Centre for Diffraction Data
- CSD - Cambridge Structural Database
- COD - Crystallography Open Database
- Mineralogy Database
- CRYSTMET

Existem também diferentes softwares de refinamento como: High Score Plus (Panalytical), TOPAS (Bruker) e o *FullProf* (União Internacional de Cristalografia).

2.1.3.2 QUANTIFICAÇÃO DE FASES POR FERRITOSCOPIA

A técnica de quantificação de fases por ferritoscopia utiliza como princípio a indução magnética, onde o material a ser analisado é submetido a um campo magnético que irá interagir com a fase ferromagnética. Devido a esta interação ocorrerá mudança no campo magnético aplicado provocando uma tensão correspondente à proporção da fase ferromagnética contida no material em análise (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008).

O valor real da medida leva em consideração alguns fatores de correção, conforme EQ (2.7) (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008).

$$Fe_w = Fe_m \cdot f \quad (2.7)$$

Onde, Fe_w é teor da fase ferromagnética real (verdadeiro), Fe_m é teor da fase ferromagnética medido e f é fator de correção, obtido a partir de gráficos que consideram erros devidos a curvaturas, espessura do material e de revestimento, rugosidade superficial (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008).

O desvio padrão (s) das medidas realizadas em diferentes pontos da amostra é calculado de acordo com a EQ (2.8). O mesmo depende do valor médio de todas as leituras ($Fe.$), das leituras individuais (Fe_i) e do número de leituras realizadas (N) (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008).

$$s = \sqrt{\frac{(Fe.-Fe_1)^2 + (Fe.-Fe_2)^2 + \dots + (Fe.-Fe_N)^2}{N-1}} \quad (2.8)$$

2.1.3.3 AVALIAÇÃO DE FASES POR EBSD

A técnica de EBSD consiste na difração de elétrons retroespalhados, estes são elétrons primários que interagem com os planos superficiais da amostra e esta interação provoca o fenômeno da difração em EBSD. Em seguida, o padrão de difração, padrão de Kikuchi, é formado quando o sinal dos elétrons difratados interage com a tela de fósforo (FIG 2.4) (ENGLER, O. & RANDLE, V. 2010).

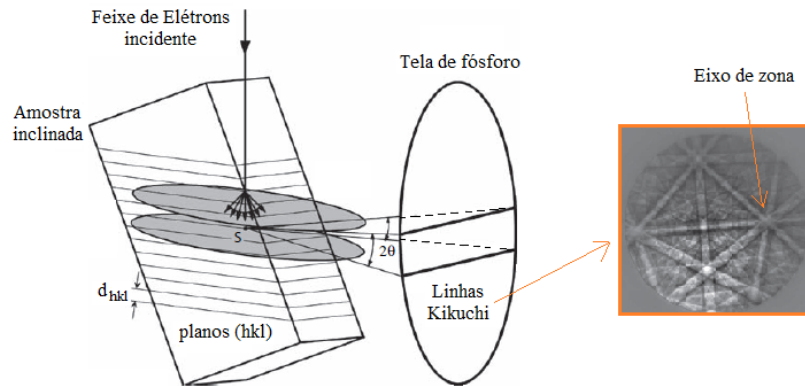


FIG 2.4: Formação do padrão de Kikuchi (ENGLER, O. & RANDLE, V. 2010).

O padrão de Kikuchi consiste em pares de linhas paralelas e cada um desses pares ou bandas possuem largura diferenciada e corresponde à difração de diferentes planos cristalográficos (ENGLER, O. & RANDLE, V. 2010). A interseção das bandas de Kikuchi leva à formação de eixo de zona. O eixo de zona resulta da interceptação de diversos planos tendo em comum uma direção cristalográfica, logo os polos caem sobre um único plano. Esses planos cristalográficos podem ter índices cristalográficos e espaçamentos diferentes, mas têm em comum o paralelismo com uma direção cristalográfica. Já os polos dos planos são formados quando raios procedentes dos centros geométricos das faces do cristal projetam pontos que representam exatamente as posições das faces daquele cristal.

A técnica de EBSD permite a obtenção de importantes análises da microestrutura cristalina como mapas de orientação (microtextura), mapas de fases, mapas de contornos e subcontornos de grãos e mapas de misorientação no interior de um grão devido à deformação interna. Quando um material sofre deformação alguns de seus grãos estarão sujeitos a apresentar curvaturas em seu interior devido às heterogeneidades de deformação. Logo, como a deformação está intimamente relacionada à tensão, pode-se desta forma avaliar a tensão residual presente na microestrutura a nível local.

2.1.4 TENSÃO RESIDUAL

Tensões residuais são aquelas que permanecem atuando em um corpo na ausência da aplicação de cargas externas e/ou gradiente de temperatura. Em materiais polifásicos as características intrínsecas de cada fase como a diferença de coeficiente de

expansão térmica, módulo de elasticidade e limite de escoamento podem contribuir para o surgimento de tensões residuais (WITHERS, P.J. & BHADSHIA, H.K.D.H., 2001). De maneira geral, as tensões residuais são consequências de interações entre deformação, temperatura e microestrutura (PAPULA, S. *et al*, 2014).

Devido ao fato das tensões residuais serem consideradas tensões no domínio elástico de deformação, o valor máximo que podem atingir é a tensão limite de escoamento do material. As tensões que dão maior contribuição para que a tensão limite de escoamento do material seja atingida mais rapidamente são as tensões trativas porque elas se somam à tensão aplicada em tração, como também aceleram a propagação de trinca em fadiga. Já as tensões residuais compressivas se subtraem às tensões de tração aplicadas, como também retardam a propagação de trinca em fadiga. É importante mencionar que as tensões residuais são auto-equilibradas logo, se existem regiões em um material com tensões trativas também existem regiões com tensões compressivas (DIETER, G.E., 1981).

Em função da escala de distribuição das tensões residuais na microestrutura cristalina as mesmas podem ser denominadas de macro ou microtensões. As macrotensões são aquelas que se distribuem ao longo de vários grãos do material, variando em grandes distâncias quando comparadas ao tamanho de grão. Estas tensões são caracterizadas por promoverem deslocamento da posição do pico de difração e as mesmas possuem grandeza da ordem da dimensão da amostra. Já as microtensões atuam em áreas do tamanho de grão do material. As mesmas são caracterizadas por provocarem alargamento dos picos de difração característicos da amostra e a grandeza de sua dimensão corresponde ao tamanho de grão do material. As tensões que se distribuem por distâncias atômicas são denominadas de submicrotensões, as mesmas resultam de imperfeições na rede cristalina (CULLITY, B.D., 1978).

As tensões residuais podem surgir na rede devido a fatores como variações volumétricas e térmicas, transformação de fase, deformação plástica e uniões mecânicas de diferentes microestruturas. Aquelas resultantes da transformação de fase surgem por razões como, expansão volumétrica, incompatibilidade elástica e desajuste plástico entre as fases austenita e martensita (PAPULA, S. *et al*, 2014). A transformação martensítica induzida por deformação causa campos de deformação locais provocando variações de tensões tanto na austenita quanto na martensita (PAPULA, S. *et al*, 2014).

Um método bastante utilizado para o alívio de tensões consiste no aquecimento do material a uma dada temperatura onde sua tensão limite de escoamento seja inferior

ou igual à tensão residual. Desta forma, o material se deforma, ocorrendo o alívio de tensões. Este processo deve ser bem controlado garantindo-se a uniformidade da contração e expansão térmica, pois a não uniformidade destes eventos resulta no surgimento de tensões residuais (DIETER, G.E., 1981).

2.1.4.1 QUANTIFICAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DRX

A medição de tensão residual por difração de raios-X assume a presença de deformação linear elástica na rede cristalina (WITHERS, P.J. & BHADSHIA, H.K.D.H., 2001). Este fato, parte do princípio de que ao submeter um material policristalino à deformação elástica, a distribuição da deformação na rede ocorre de maneira uniforme ao longo de grandes distâncias do material. Logo, o espaçamento interplanar médio da rede é alterado em função do tipo e magnitude da tensão que está sendo aplicada. A nova distância interplanar, devido à deformação elástica, pode mostrar-se de forma constante de um grão para outro, ao ser considerado um conjunto de planos cristalográficos orientados de forma semelhante em função da tensão. A tensão uniforme que se estende por longas distâncias é chamada de macrotensão levando ao deslocamento da posição do pico.

Quando o material é deformado plasticamente existirão regiões na rede elasticamente curvadas ou distorcidas. Desta forma, os espaçamentos interplanares irão variar de um grão para outro ou de parte de um grão para outro. Esta tensão é caracterizada como microtensão e provoca alargamento do pico de difração. Os materiais cristalinos que são submetidos à deformação plástica apresentam simultaneamente estes dois tipos de tensões residuais macro e microscópica (CULLITY, B.D., 1978).

De acordo com a ausência ou presença de deformação na rede cristalina pode-se observar os seguintes efeitos a partir da difração de raios-X apresentados na FIG 2.5 (CULLITY, B.D., 1978):

- (a) Quando o material encontra-se livre de deformação os espaçamentos interplanares (lado esquerdo) estarão sob equilíbrio, seu perfil de difração é apresentado ao lado direito;

- (b) Quando o material sofre deformação uniforme as distâncias interplanares aumentam (lado esquerdo) e ocorre deslocamento do pico de difração diminuindo o 2θ (lado direito). A tensão residual resultante é denominada macrotensão;
- (c) Já quando o material se encontra sob deformação não-uniforme um mesmo grão pode apresentar pequenas regiões com espaçamentos interplanares constantes, mas que diferem de regiões adjacentes, e regiões com espaçamentos interplanares que podem apresentar grandes variações em função da tensão presente. Devido às várias regiões com diferentes espaçamentos interplanares ocorre o alargamento do pico de difração, onde o mesmo passa a ser composto por várias linhas de difração, indicadas por linhas tracejadas (lado direito). A tensão residual resultante é denominada microtensão.

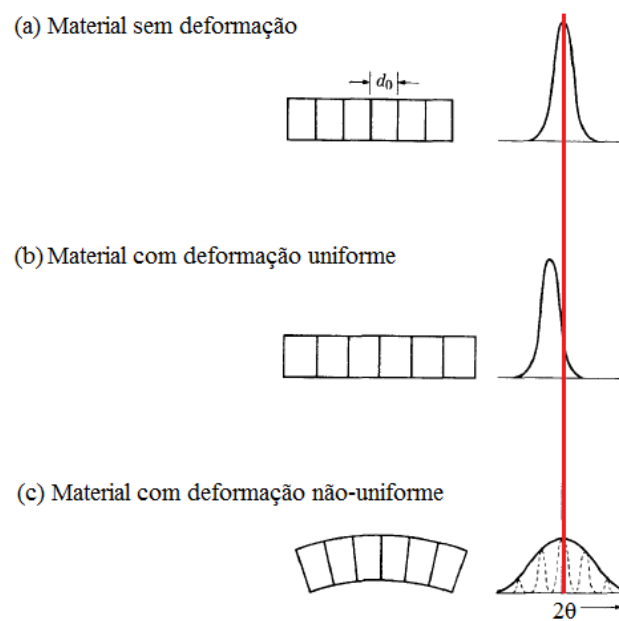


FIG 2.5: Efeito da deformação na rede cristalina (CULLITY, B.D., 1978), Adaptada.

A técnica de difração de raios-X não mede diretamente a tensão residual, mas baseia-se na medição da variação das distâncias interplanares gerada pela presença de um campo de tensão. Ao realizar a análise de tensão residual a amostra é posicionada em diferentes inclinações uma vez que a orientação dos planos cristalográficos varia com a orientação do cristal (FIG 2.6).

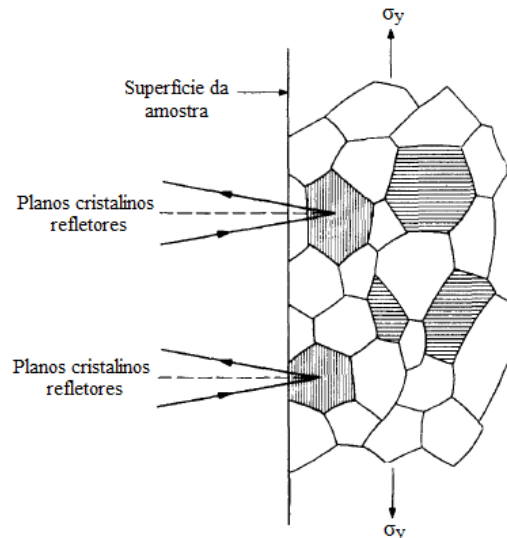


FIG 2.6: Medição da variação da distância interplanar através da técnica DRX (CULLITY, B.D., 1978).

Em difração de raios-X utiliza-se o método clássico de medição de tensão residual denominado geometria *psi*. O mesmo consiste em realizar a medição da variação das distâncias interplanares a partir de diferentes posições angulares de *psi*, da amostra, relacionando-as ao sen^2 desses ângulos (FIG 2.7).

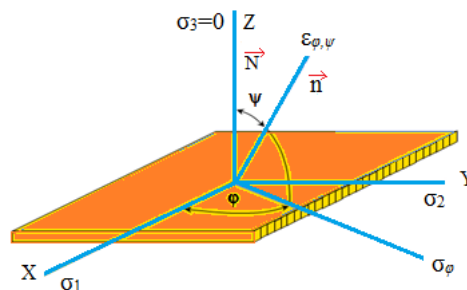


FIG 2.7: Esquema da medição de tensão residual por DRX utilizando o método geometria *psi* (GOBBO, L.A. e REKHI, S.; 2009), Adaptada.

Na difração de raios-X um conjunto de grãos contribui para uma reflexão particular de planos *hkl*, logo esses grãos possuem planos cristalográficos aproximadamente paralelos ao plano da chapa. A partir da FIG 2.6 pode-se verificar o esquema de medição da variação das distâncias interplanares. Observa-se a presença de pequenas distâncias interplanares, características de tensão paralela aos planos cristalinos e de distâncias interplanares maiores, características de tensões perpendiculares a estes planos.

Correlacionar a deformação na rede com a presença do campo de tensão é possível devido à teoria clássica da elasticidade. A Lei de Hooke diz que a deformação na direção x (ε_x) está relacionada a tensão aplicada nesta mesma direção (σ_x) através do Módulo de Elasticidade (E) do material, conforme EQ (2.9) (GUIMARÃES, L.R., 1990).

$$\sigma_x = E \cdot \varepsilon_x \quad (2.9)$$

Ao realizar-se a análise de tensão por difração de raios-X, considera-se um estado plano de tensões, devido ao fato da penetração do feixe de raios-X ser da ordem de micrometros, logo a tensão normal à superfície do material é nula. Desta forma, será considerado um estado plano de tensão onde se tem as tensões principais σ_1 e σ_2 (GUIMARÃES, L.R., 1990).

Resumidamente, a tensão superficial em qualquer ponto do material pode ser calculada considerando-se a variação da distância interplanar (d) medida a partir das diferentes inclinações da amostra no goniômetro de textura (ψ), a distância interplanar livre de tensão residual (d_0), juntamente com o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson do material conforme EQ. (2.10) (GUIMARÃES, L.R., 1990).

Uma mesma tensão pode aumentar ou diminuir a distância interplanar dependendo da orientação entre o grão e direção de carregamento. Uma abordagem mais detalhada das equações envolvidas no cálculo de tensões residuais, através da técnica de difração de raios-X, pode ser consultada em ALVES, J.M. (2014).

$$\sigma_\phi = \frac{d_\psi - d_0}{d_0} \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (2.10)$$

Onde:

σ_ϕ = Tensão na direção ϕ ;

ϕ = Ângulo rotação da amostra;

d_ψ = Distância entre os planos difratores inclinados;

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

E = Módulo de elasticidade específico do material;

ν = Coeficiente de Poisson do material;

d_0 = Distância interplanar livre de tensão.

2.1.4.2 QUANTIFICAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR ULTRASSOM

A medição de tensão residual por ultrassom é baseada no princípio da deformação elástica não-linear (WITHERS, P.J; & BHADSHIA, H.K.D.H., 2001). A teoria da deformação linear elástica, princípio da técnica de difração de raios-X, é válida para o comportamento elástico dos materiais a partir da Lei de Hooke. A relação do estado de tensão na rede cristalina com a mudança de velocidade de propagação da onda ultrassônica que caracteriza o efeito acustoelástico só é possível devido a teoria da deformação elástica não-linear.

Para avaliar a tensão residual por ultrassom submete-se o material a ondas mecânicas, que consistem na oscilação de partículas no meio de propagação envolvendo o transporte de energia cinética e potencial. Ao considerar que o meio de propagação da onda seja elástico, as partículas constituintes deste meio podem exercer movimentos a partir de suas posições de equilíbrio. Pois quando uma partícula é perturbada a mesma provoca vibrações em partículas adjacentes e desta forma ocorre transferência de energia de partícula a partícula (DEVOS, D. *et al.*, 2006; MARQUEZE, C.M., 2002).

O método de ultrassom é não destrutivo e baseia-se na sensibilidade de variação da velocidade das ondas ultrassônicas no interior do material, pois as características de um material são alteradas pela presença de campos de tensões (DEVOS, D. *et al.*, 2006). Isto foi observado há décadas atrás ao se submeter um material tensionado a ondas ultrassônicas, pois a velocidade não era mantida constante como em materiais isotrópicos. O tempo de percurso das ondas cisalhantes com incidência normal ao material é o mesmo nas duas direções de polarização em materiais isotrópicos e difere em materiais anisotrópicos. O método de ultrassom permite apenas a medição de macrotensões residuais.

O termo birrefringência refere-se à propagação de ondas cisalhantes. Logo, o método de birrefringência acústica consiste na propagação perpendicular da onda à superfície do material, ou seja, na direção de sua espessura. Ocorre que a direção de polarização poderá se dispor de forma alinhada ou perpendicular às direções de laminação ou de carga aplicada (MARQUEZE, C.M., 2002; CARMO, D.C. *et al.*, 2007).

A velocidade das ondas cisalhantes (V_c) no meio de propagação pode ser calculada através da EQ (2.11) considerando-se propriedades intrínsecas do meio de

propagação como módulo de elasticidade (E), densidade (ρ), coeficiente de Poisson (ν) e módulo de cisalhamento (G). Além dessas propriedades inerentes ao meio, a velocidade de propagação da onda também depende de fatores como tipo de tensão presente na microestrutura, direção de propagação da onda em relação aos planos cristalográficos e direção de movimento das partículas (MARQUEZE, C.M., 2002; CARMO, D.C. *et al.*, 2007).

$$V_c = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (2.11)$$

Através da EQ (2.11) observa-se que a velocidade das ondas cisalhantes está intimamente relacionada ao módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do meio, assim como a densidade. Para o cálculo de tensão residual por DRX EQ (2.10) também observa-se que estas mesmas propriedades do material (E e ν) são aplicadas ao cálculo.

Birrefringência acústica é a diferença fracional entre velocidade ou tempo de trânsito da onda cisalhante nas direções perpendiculares DL e DT, direção longitudinal e transversal, respectivamente (EQ. 2.12) (CARMO, D.C. *et al.*, 2007). Através da birrefringência pode-se avaliar a anisotropia do material.

$$B = \frac{V_t - V_l}{\frac{V_l + V_t}{2}} = \frac{t_t - t_l}{\frac{t_l + t_t}{2}} \quad (2.12)$$

A birrefringência induzida por textura cristalográfica e por um campo de tensão (B) pode ser calculada através da (EQ. 2.13). Nesta equação, o termo B_0 refere-se à birrefringência gerada apenas pela presença de orientação preferencial, m refere-se à constante acustoelástica do material, que deve ser informada para análises quantitativas, e as tensões normais (σ_1 e σ_2) ao considerar-se um estado plano de tensões (CARMO, D.C. *et al.*, 2007).

$$B = B_0 + m(\sigma_1 - \sigma_2) \quad (2.13)$$

2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

AMAR e colaboradores (2004) realizaram quantificação de fases, por DRX, após indução da transformação martensítica por tração do aço inoxidável 304 na condição de laminado a frio e recozido com 1 mm de espessura. Percentuais em peso, de carbono, cromo e níquel desse material corresponderam a 0,06; 18,47 e 8,3; respectivamente. O material como recebido possuía tamanho de grão de 8 μm e foi submetido a recozimento por 30 minutos a 1100 $^{\circ}\text{C}$ para aumentar o tamanho de grão que resultou em 58 μm . O objetivo era avaliar a influência do tamanho de grão na transformação martensítica. Foram realizados ensaios de tração em -50 $^{\circ}\text{C}$ com deformações de 5, 10, 15, 20, 30 e 40%. Os resultados quantitativos de fases são apresentados na (FIG 2.8).

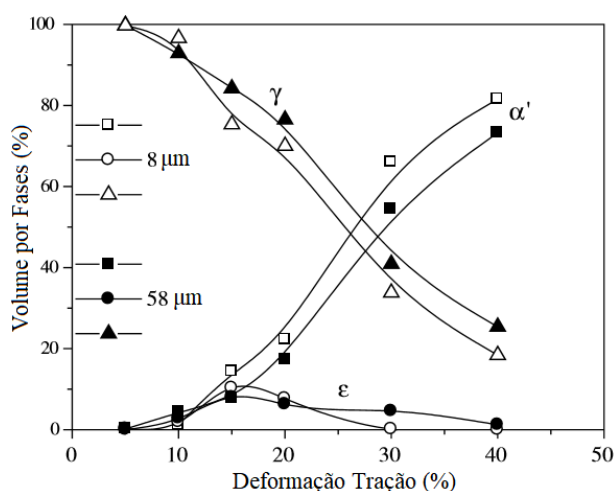


FIG 2.8: Variação volumétrica de martensita e austenita retida em função de deformações a -50 $^{\circ}\text{C}$ (AMAR, K.D. *et al*, 2004).

Os resultados quantitativos de fases apresentados na FIG 2.8 mostram uma ligeira dependência do tamanho de grão na formação de martensita- α' , pois o volume desta fase foi maior na amostra com menor tamanho de grão, particularmente em maiores níveis de deformação. Foram realizadas análises quantitativas das fases, martensita α' e ϵ , após remoção química de camadas do material (FIG 2.9). Como observa-se, houve maior variação do conteúdo de martensita- α' na amostra com maior tamanho de grão, menor variação ocorreu próximo à $\frac{1}{4}$ de espessura da amostra. A quantificação de fase da martensita- ϵ mostrou que esta independe da espessura. Uma vez que a martensita- ϵ é assistida por tensão é menos influenciada por variação de deformação na direção transversal da espessura. A variação significativa do conteúdo da

martensita- α' na amostra com maior tamanho de grão é devido à restrição de superfície colocada à deformação.

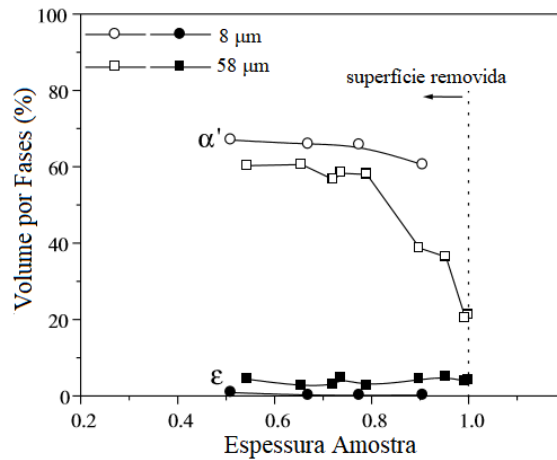


FIG 2.9: Efeito do tamanho de grão em análise de fases por DRX através da espessura de amostras do aço 304 com deformação de 30% em tração (AMAR, K.D. *et al*, 2004).

Os difratogramas das amostras com 5% de deformação mostraram variações na intensidade dos picos de martensita α' e ϵ (FIG 2.10). Intensidade mais significativa dessas fases ocorreu na amostra com menor tamanho de grão, 8 μm .

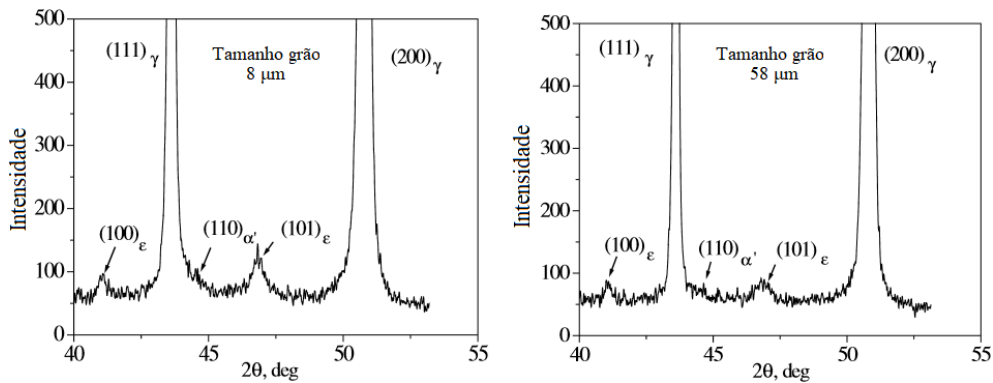


FIG 2.10: DRX após deformação de 5% em tração à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, amostras com tamanho de grão 8 μm e 58 μm (AMAR, K.D. *et al*, 2004).

BYUN e colaboradores (2004) avaliaram o endurecimento por deformação e a instabilidade plástica de aços inoxidáveis austeníticos na condição de laminados a frio e recozidos com 1 mm de espessura (LF/R). Estes aços foram submetidos a ensaio de tração em distintas condições: 304 e 316 passaram por recozimento a $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 30 minutos, 316LN também foi recozido e laminado a frio com 20% de redução e 316LN foi submetido à redução de 20% (TAB 2.1).

TAB 2.1: Composição química (BYUN, T.S. *et al.*, 2004) Adaptada.

Material	Composição (peso %)									
	Fe	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	P	C	N	Outros
316LN- recozido e trabalhado a frio	Bal.	10,2	16,3	2,01	1,75	0,39	0,029	0,009	0,11	
316- recozido	Bal.	13,45	17,15	2,34	1,86	0,57	0,024	0,059	0,031	0,018 S, 0,1Cu, 0,02 Co
304- recozido	Bal.	8,04	18,37	0,04	1,73	0,44	0,022	0,036	0,058	0,03Co, 0,1Cu, 0,12V
316LN-20% trabalho a frio	Bal.	10,2	16,3	2,01	1,75	0,39	0,029	0,009	0,11	

Estes aços são utilizados em diversos componentes na construção de reatores nucleares em função da austenita apresentar estabilidade em ampla faixa de temperatura. Devido a isto, este estudo teve por finalidade avaliar a resistência à degradação por irradiação, optando-se pelo ensaio de tração em diferentes temperaturas (450 ou 400, 200, 100, 20, -50, -100 e -150°C) por acreditar-se que seus efeitos sejam semelhantes aqueles causados pela irradiação, uma vez que esta causa perda de ductidade no material.

Os resultados do ensaio de tração apresentados na FIG 2.11 mostram que a resistência e ductidade destes aços possuem forte dependência da temperatura. A resistência à tração aumentou com a diminuição da temperatura e ao contrário de muitos metais a ductilidade não declinou sistematicamente com a redução da temperatura. Pode-se observar a -100°C que o aço 316LN trabalhado a frio com redução de 20%, FIG 2.11(d), apresentou o menor valor de ductilidade entre os demais aços nesta temperatura. O aço que alcançou maior ductilidade foi o 304 recozido submetido ao ensaio de tração na temperatura ambiente de 20°C. Outra característica notável a partir da dependência da temperatura é o comportamento das curvas tensão-deformação. Observa-se que, com exceção do aço 316 recozido FIG 2.11(b), os demais apresentaram comportamento semelhante quanto ao aumento da tensão de resistência à tração. Já o aço 316 recozido, FIG 2.11(b), mostra comportamento praticamente uniforme de suas curvas durante o ensaio. A resistência à deformação do aço 316LN trabalhado a frio, FIG 2.11(d), foi decrescente nos ensaios realizados a maiores temperaturas e o aumento da resistência à deformação passou a ser considerável a partir de -100°C. Para as temperaturas de -100 e -150°C este aço apresentou a formação de regiões de bandas de Lüders.

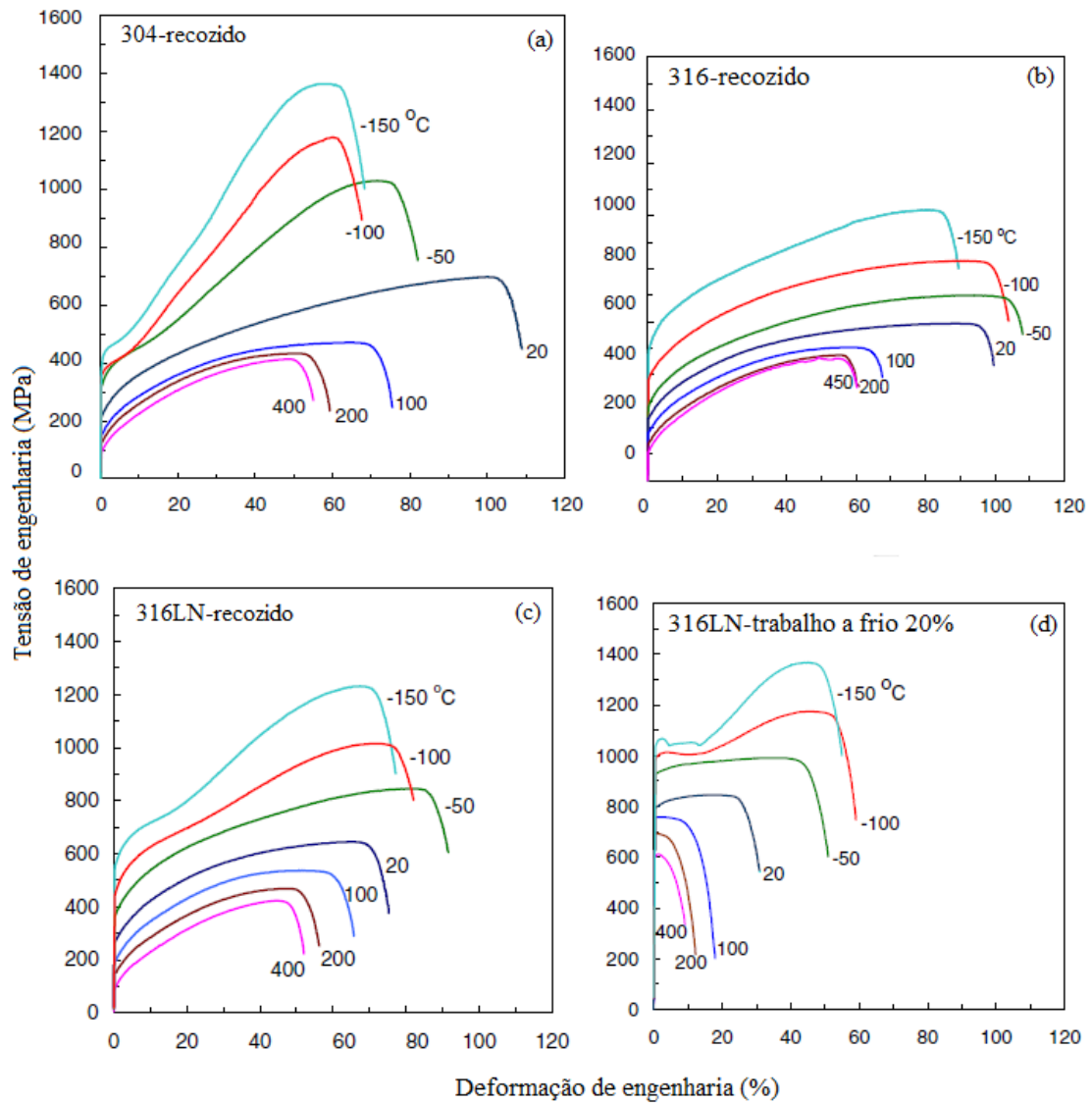


FIG 2.11: Curva σ - ϵ em diferentes temperaturas, aços TRIP (BYUN, T.S. *et al.*, 2004).

Foram realizadas análises microestruturais por microscopia eletrônica de transmissão em amostras do aço 316LN recozido FIG 2.12 (b) afim de melhor compreensão do comportamento tensão-deformação nas temperaturas de -150 e 200°C com deformações de 5, 20 e 50% (FIG 2.12). Uma vez que as variações no comportamento de encruamento são resultantes das mudanças microestruturais durante o ensaio de tração nas condições abordadas.

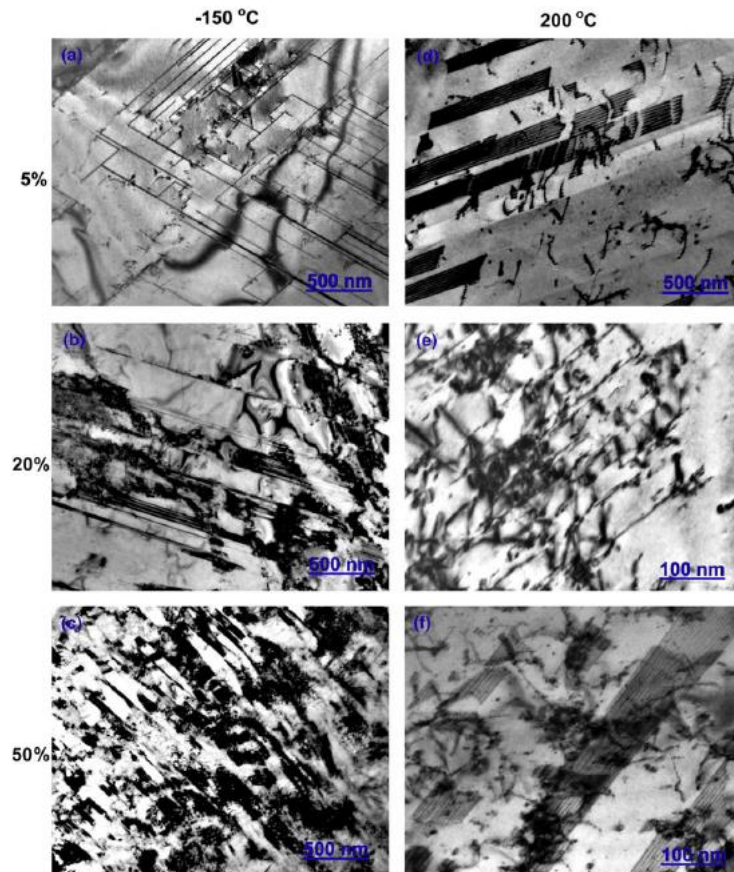


FIG 2.12: Microestrutura do aço 316LN recozido mostrando a dependência da temperatura e nível de deformação plástica - MET (BYUN, T.S. *et al.*, 2004).

Conforme observado, na temperatura de -150°C a partir da deformação de 5% há aumento do número de maclas ou falha de empilhamento e perfeitas discordâncias. Com deformação de 20% também são observados emaranhados escuros indicativos de martensita. A microestrutura resultante após deformação de 50% mostrou-se mais complexa com formação mais densa de maclas, falha de empilhamento e ripas de martensita. Quanto ao aço 316LN recozido não foi determinada sua temperatura de transformação austenita-martensita por deformação a -150°C , mas acreditou-se que a austenita seja estável nesta temperatura devido ao fato da martensita não ter sido observada na microestrutura com 5% de deformação. As microestruturas referentes às deformações ocorridas a 200°C , FIG 2.12(d, e, f), mostraram a presença de emaranhados de discordâncias com falhas de empilhamento sobrepostas. Não foi observada a formação de martensita nestas microestruturas.

NAGY e colaboradores (2004) investigaram a transformação martensítica do aço austenítico metaestável KO36 (0,04% C, 18,93% Cr e 10,77% Ni em peso) submetido a ensaio de tração nas temperaturas de (20, 0, -20 , -40 , -60 , -80 , -100 e -120°C). Os

corpos de prova eram cilíndricos com 7 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento. A quantificação de fase foi realizada por difração de raios-X e pelo método de saturação magnética. Os resultados de quantificação de fase por DRX e por saturação magnética são apresentados nas FIGs (2.13 e 2.14). As amostras foram seccionadas de três diferentes formas: seção longitudinal (paralela à direção de tração), seção transversal (perpendicular à direção de tração) e seção inclinada (inclinação de 45°).

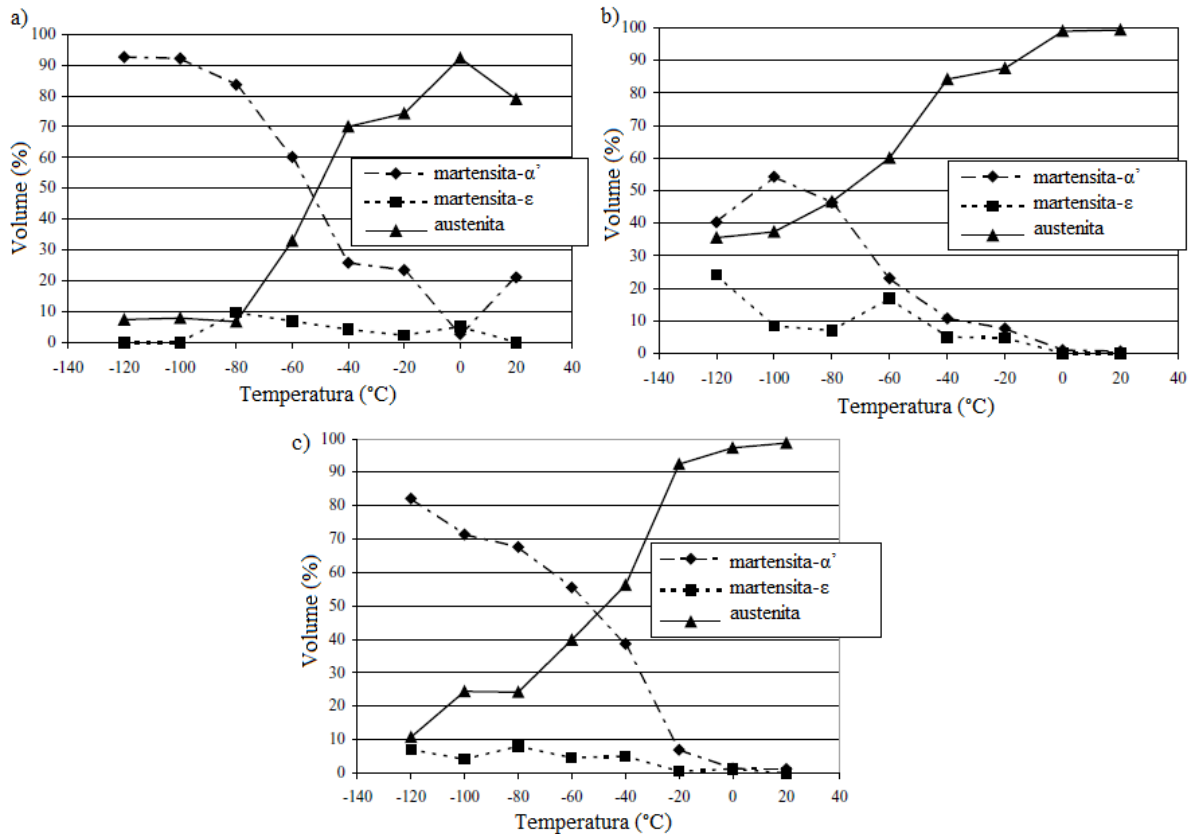


FIG 2.13: Volume de martensita em aço TRIP em função da temperatura em seções: (a) longitudinal; (b) transversal e (c) inclinada 45° (NAGY, E *et al.*, 2004).

Como pode ser visto na FIG 2.13 o conteúdo de martensita- α' aumentou em cada seção da amostra com a diminuição da temperatura, exceto seção transversal. As maiores frações volumétricas foram observadas nas seções longitudinal e a 45° na temperatura de -120°C. A amostra referente à seção transversal apresentou um máximo de martensita- α' em -100°C. Ao comparar as curvas da quantificação de fase por difração de raios-X e saturação magnética (2.14) observa-se tendência semelhante nas amostras da seção longitudinal e com inclinação de 45°, diferindo as mesmas das amostras da seção transversal.

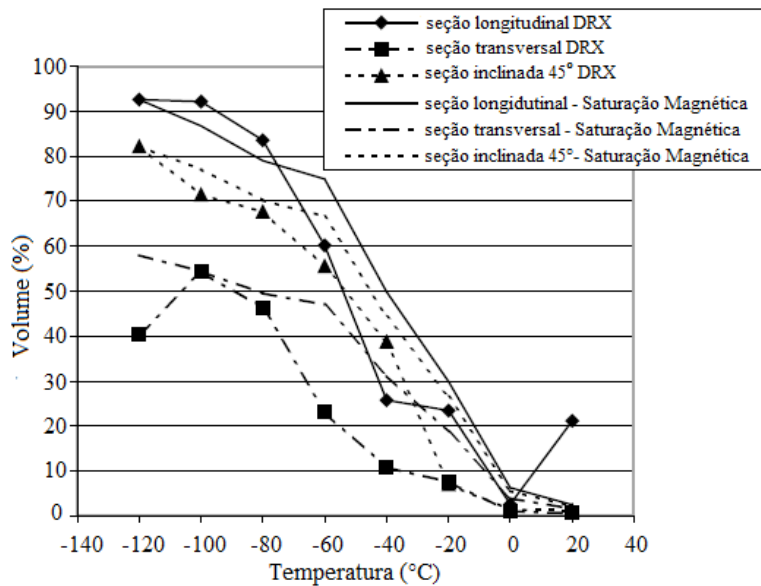


FIG 2.14: Percentuais de martensita em aço austenítico por DRX e saturação magnética em diferentes seções da amostra (NAGY, E *et al.*, 2004).

Com bases nos dados de textura do autor, a orientação preferencial resultante da transformação martensítica induzida por tração foi diferente nas distintas seções das amostras analisadas.

TALONEN & HANNINEN (2007) realizaram pesquisas sobre a formação de bandas de cisalhamento e de martensita induzida por deformação em aços austeníticos metaestáveis 304 e 301LN na condição de laminados a frio e recozidos com 1 mm de espessura. Estes com diferentes composições químicas e nomenclatura A, B e C, conforme apresentadas na TAB 2.2. Os mesmos foram submetidos a ensaios de tração a diferentes temperaturas e taxa de deformação. As condições de ensaio para os aços A e B foram temperatura ambiente e taxas de deformação de 3×10^{-4} ; 10^{-1} e 200 s^{-1} e para o aço C as temperaturas foram -40 , 0 , $+24$, $+40$ e $+80^\circ\text{C}$ e taxa de deformação igual a $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. As técnicas utilizadas consistiram em ferritoscopia para quantificação de fases e difração de raios-X para medição da EFE e identificação dos picos de cada fase, como também microscopia eletrônica de varredura para análise da microestrutura.

TAB 2.2: Composição química dos materiais em estudo (TALONEN, J. & HANNINEN, H. 2007).

Aço	AISI	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Fe	M_{d30} (°C)
A	304	0,041	0,33	1,71	18,2	8,1	0,32	0,37	0,054	Bal.	-16
B	301LN	0,019	0,48	1,61	17,6	6,6	0,14	0,22	0,094	Bal.	37
C	301LN	0,017	0,51	1,34	17,4	6,6	0,15	0,14	0,145	Bal.	23

De acordo com as análises por DRX houve formação de martensita- ϵ no aço com menor teor de carbono, aço C, em baixa temperatura (-40°C) com deformação de 0,09. Comparando-se a intensidade deste pico com os picos adjacentes $(100)\alpha'$ e $(200)\gamma$ a mesma apresenta-se inferior (FIG 2.15). O aço 301LN em altas temperaturas, assim como o aço A, deformado na temperatura ambiente não apresentou a formação de martensita- ϵ . Fracas reflexões deste produto foram observadas nos aços B e C deformados a temperatura ambiente e a (-40 e 0°C), respectivamente, com deformação entre 0,05 e 0,20. Devido ao fato da intensidade do pico de martensita- ϵ ter sido muito baixa não foi quantificada a fração volumétrica desta fase.

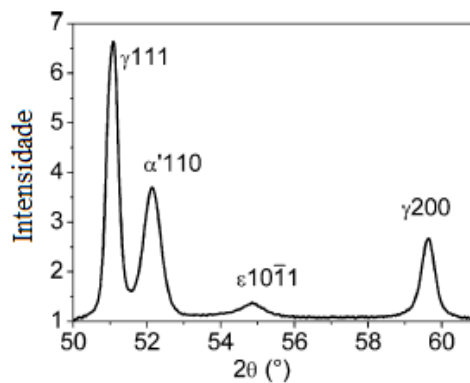


FIG 2.15: Difração de raios-X do aço 301LN após ensaio de tração em temperatura de -40°C (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).

A formação de bandas de cisalhamento à temperatura ambiente com deformações de 0,05 e 0,09 e taxa de deformação de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura, importante ferramenta para estes fins devido à formação de contraste. Dentre os aços analisados, o aço B apresentou maior formação de bandas de cisalhamento com as deformações efetuadas (FIG 2.16), o que pode ser observado desde a deformação de 0,05. Este fato está relacionado à EFE dos aços (aço A $17,8 \text{ mJ.m}^{-2}$; aço B $12,8 \text{ mJ.m}^{-2}$ e aço C $14,7 \text{ mJ.m}^{-2}$). Logo, como o aço C apresentou EFE intermediária, a formação de bandas de cisalhamento também foi intermediária. Como pode ser observado, com o aumento da deformação ocorreu aumento do número de bandas de cisalhamento, a formação das mesmas também pode ser influenciada pela composição química da liga e temperatura de ensaio.

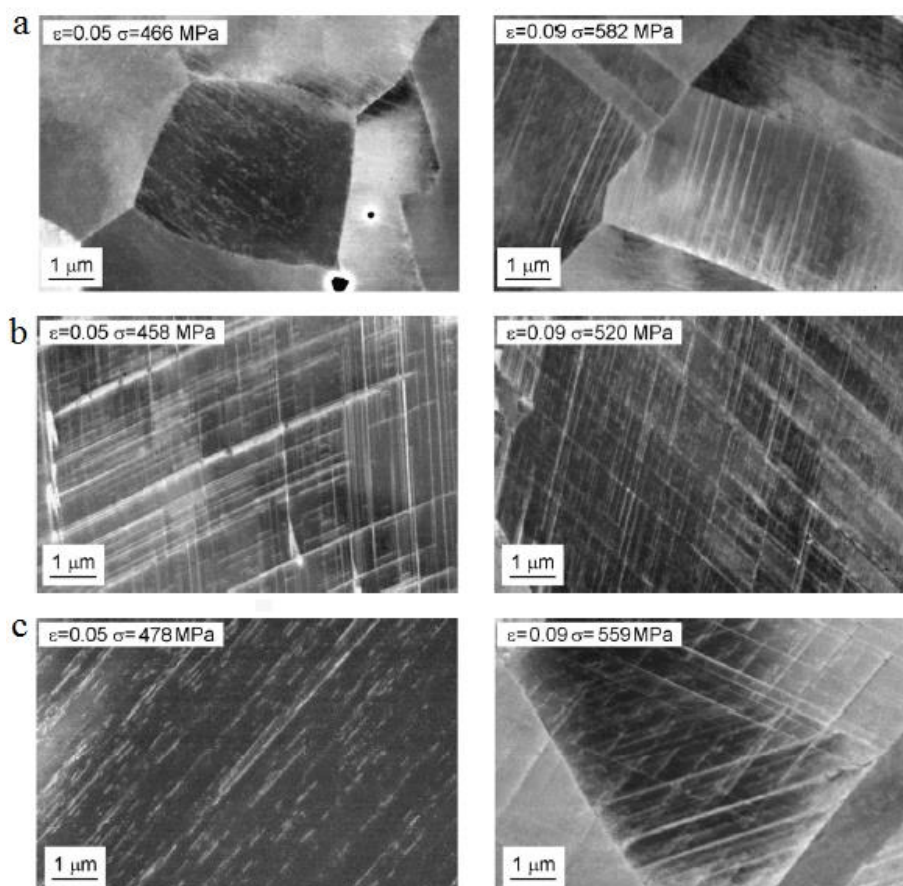


FIG 2.16: Bandas de cisalhamento em aços austeníticos com distintas composições químicas (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).

As frações de martensita- α' foram quantificadas por ferritoscopia conforme apresentadas nas FIGs (2.17 e 2.18) De maneira geral, a formação de martensita- α' foi suprimida pelo aumento da concentração de elementos de liga, aumento da temperatura e da taxa de deformação plástica. Como observado, a partir da FIG 2.18 a maior fração volumétrica transformada foi na menor taxa de deformação a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Neste contexto, é importante avaliar a influência das bandas de cisalhamento na formação de martensita- α' . Frações volumétricas consideráveis de martensita foram encontradas em regiões deformadas onde observou-se por microscopia a formação de bandas de cisalhamento. Este fato mostra que as interseções de bandas de cisalhamento funcionam como sítios de nucleação de martensita- α' .

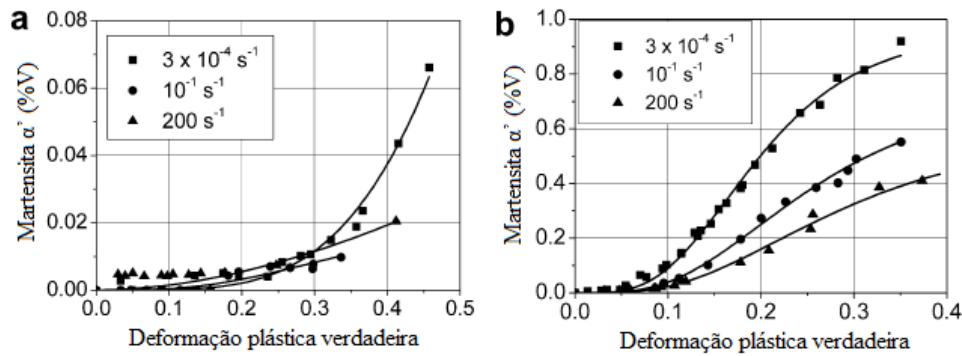


FIG 2.17: Fração volumétrica de α' em três diferentes taxas de deformação a T_{amb} : (a) aço 304 e (b) aço 301 LN (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).

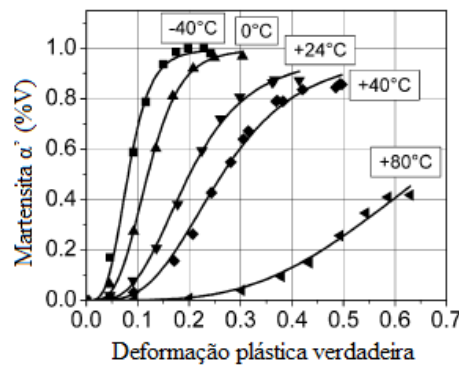


FIG 2.18: Fração volumétrica de α' do aço 301LN em diferentes temperaturas com taxa de deformação de $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007).

HEDAYATI e colaboradores (2010) estudaram os efeitos da laminação a frio na microestrutura e propriedades mecânicas do aço AISI 304L. O processo de laminação foi realizado com reduções de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 e 90% na temperatura de 0°C , utilizando-se água e gelo, e a taxa de deformação foi de $2,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (FIG 2.19). Ensaio de tração, a fim de avaliar o limite de escoamento, foram realizados a temperatura ambiente com velocidade de 5 mm/min e os corpos de prova possuíam 10 mm de espessura.

A FIG 2.9 mostra comportamento sigmoidal da curva de transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$). Este comportamento demonstra que nos primeiros estágios da laminação não houve aumento significativo de martensita- α' , isto é devido ao fato de serem criados novos sítios de nucleação pela deformação induzida. Nesta etapa, bandas de cisalhamento podem agir como sítios de nucleação. Como pode ser observado, em altos percentuais de deformação, a partir de 70%, a fração de aumento de martensita já não é muito significativa. Isto porque a partir desta deformação a fração máxima transformada já foi alcançada. Na deformação máxima de 90% mais de 95% da fase matriz sofreu transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) a 0°C .

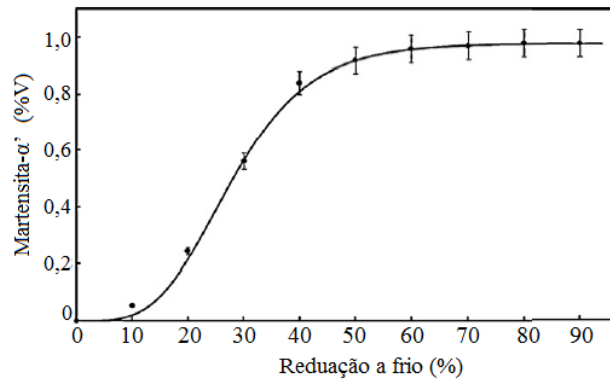


FIG 2.19: Fração volumétrica de α' em função da redução a frio do aço austenítico 304L a 0 °C (HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

Os resultados obtidos por difração de raios-X (FIG 2.20) mostraram a formação da martensita- ϵ com a deformação do material, mas por incremento da deformação esta martensita foi transformada em martensita- α' . A partir da deformação de 20% a martensita- α' tornou-se mais evidente, onde a intensidade dos picos de α' aumentou por incremento da deformação e, concomitantemente, ocorreu a redução da intensidade dos picos de austenita. Algumas das micrografias por microscopia ótica são apresentadas na FIG 2.21. As regiões escuras das imagens b, c e d correspondem à martensita.

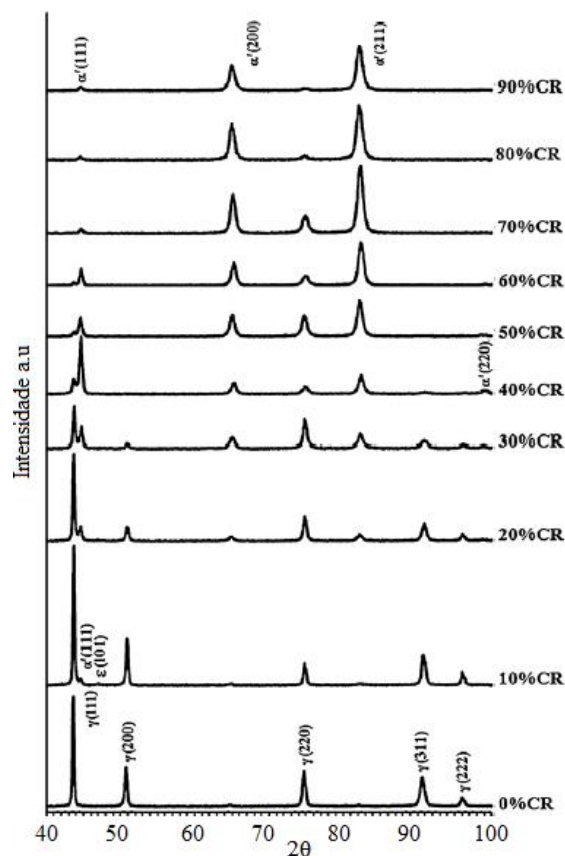


FIG 2.20: DRX do aço 304L após laminação a frio (HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

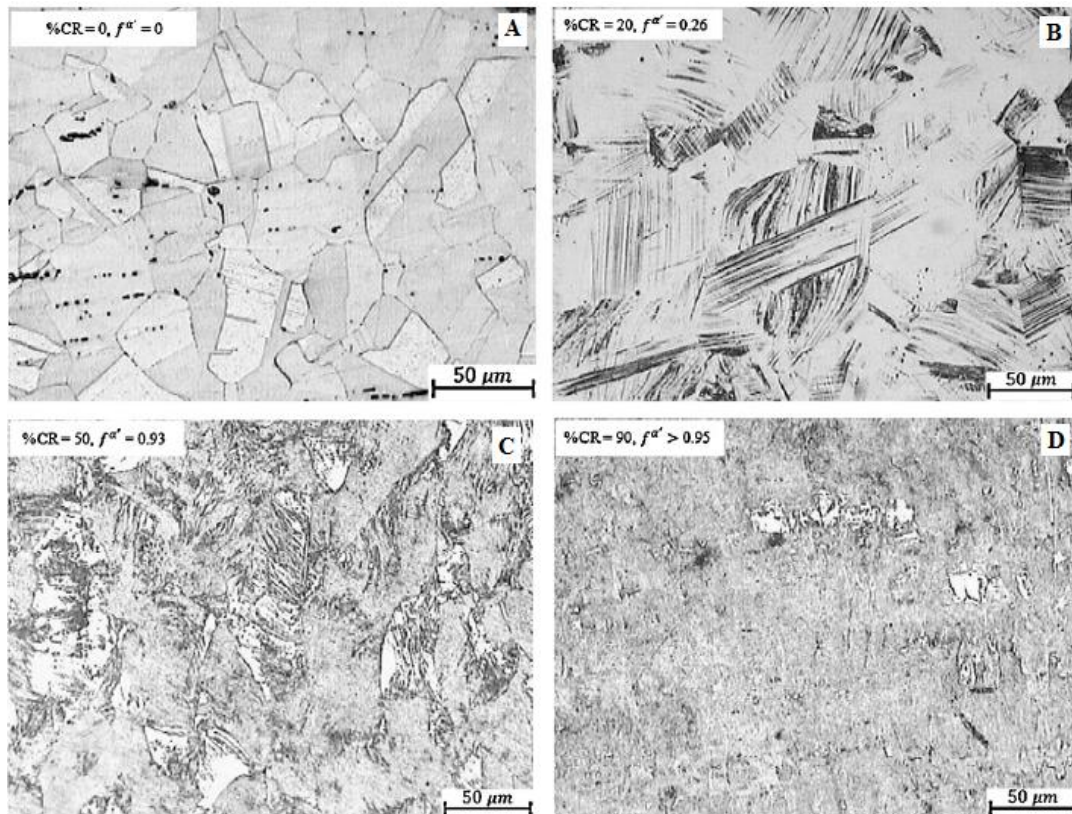


FIG 2.21: Microscopia ótica: (a) amostra como-recebida 304L; redução a frio (b) 20%, (c) 50% e (d) 90% (HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

A quantificação da transformação martensítica foi avaliada por Ferritoscopia e por análise de imagem, a partir de amostras atacadas metalograficamente, os resultados são apresentados na TAB 2.3. Como pode ser observado, o conteúdo de martensita- α' a partir da análise de imagem ficou relativamente superior ao quantificado por ferritoscopia. A quantificação de fases por análise de imagem pode ser afetada por polimento eletrolítico como também pelo ataque químico, estes podem falsear os resultados. Acrescenta-se que os resultados por Ferritoscopia também podem ter comprometidos por fatores como preparo da amostra. Mas diante dos resultados obtidos, pode-se observar uma boa correlação entre as técnicas utilizadas.

TAB 2.3: Conteúdo de martensita- α' medido por ferritoscópio ($f_F^{\alpha'}$) e análise de imagem ($f_I^{\alpha'}$) (HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

	%CR									
	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
$f_F^{\alpha'}$	0	0,06	0,24	0,56	0,84	0,92	0,96	0,97	0,98	0,98
$f_I^{\alpha'}$	0	0,13	0,30	0,60	0,85	0,91	0,94	0,96	0,98	0,99

A dureza do material foi analisada através do ensaio Vickers (FIG 2.22). De acordo com os resultados, a dureza tornou-se crescente em função do aumento da intensidade da deformação plástica, este incremento pode ser atribuído ao efeito da densidade de discordâncias e à formação de martensita induzida por deformação devido à laminação a frio. A dureza final do material foi elevada de 200 para 600 HV.

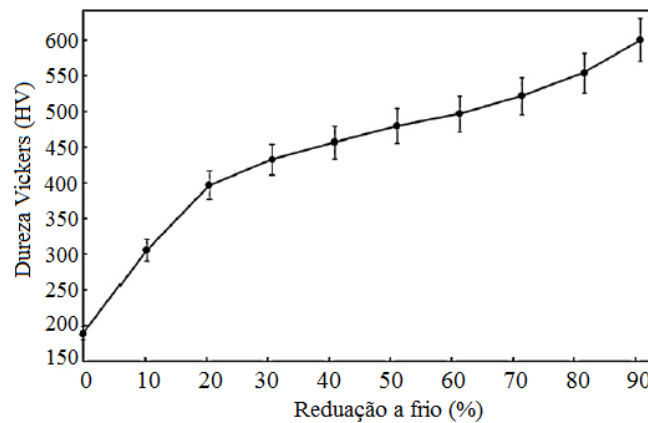


FIG 2.22: Efeito da deformação plástica por laminação a frio, aço AISI 304L (HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

As curvas tensão-deformação de engenharia da amostra como-recebida e da amostra após deformação máxima de 90% são apresentadas na FIG 2.23. De acordo com os resultados, o limite de escoamento da amostra como-recebida foi próximo a 300 MPa e o limite de resistência à tração foi de aproximadamente 600 MPa. Já a amostra deformada a 90% apresentou aumento do limite de escoamento (1850 MPa), este é aproximadamente 6 vezes maior do que o da amostra como-recebida. Pode-se observar também que ao aumentar o limite de escoamento houve redução da deformação total na ruptura.

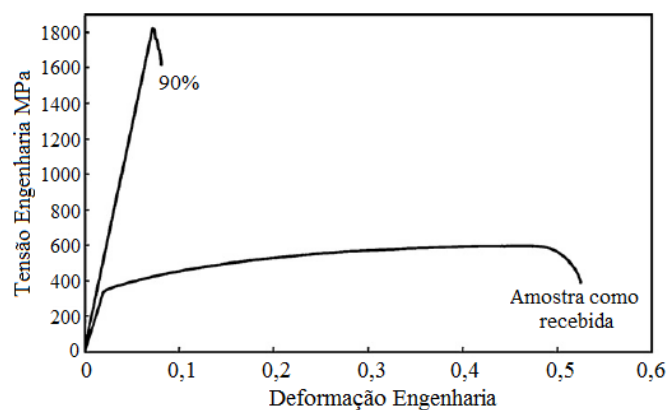


FIG 2.23: Comportamento σ - ϵ do aço 304L, amostra como recebida e após laminação a frio com redução de 90% (HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

Pode ser concluído a partir deste trabalho que a fase metaestável foi capaz de se transformar em martensita por trabalho mecânico, laminação a frio, na temperatura de 0 °C. No primeiro passe de laminação, com redução de 10%, foi observada a formação de martensita-ε, a mesma sofreu transformação para martensita-α' por incrementos da deformação. Na TAB 2.3 observa-se que, com a redução de 70%, obteve-se 97% da fração volumétrica de martensita-α' e chegando-se à redução máxima de 90% o volume de martensita aumentou de forma não significativa.

A dependência da temperatura e da taxa de deformação do aço TRIP 304L, laminado a frio, foi investigada por YOO e colaboradores (2011). Neste trabalho realizou-se uma série de ensaios de tração a temperatura ambiente de 20 °C e abaixo desta (-50, -120, -140 e -163 °C) sob três diferentes taxas de deformação ($1,6 \times 10^{-4}$, 10^{-3} e 10^{-2} s^{-1}), conforme TAB 2.4. Estas condições foram determinadas tendo por finalidade estimar o cenário de aplicação deste aço comercialmente utilizado na confecção de equipamentos para armazenamento de gás natural liquefeito, mais especificamente como membranas e válvulas de sistema. O principal objetivo foi a construção de um modelo característico da transformação martensítica induzida por deformação envolvendo a relação temperatura *versus* taxa de deformação, em conjunto com uma abordagem das propriedades mecânicas deste aço.

TAB 2.4: Cenário experimental dos ensaios de tração aço TRIP 304L em diferentes temperaturas e taxa de deformação (YOO, S.W. *et al.*, 2011).

Material em estudo	Temperatura de ensaio	Taxa de deformação
Aço inoxidável 304L	293 K (20 °C)	$1,6 \times 10^{-4}/\text{s}$
		$10^{-3}/\text{s}$
		$10^{-2}/\text{s}$
	223 K (-50 °C)	$1,6 \times 10^{-4}/\text{s}$
		$10^{-3}/\text{s}$
		$10^{-2}/\text{s}$
	153 K (-120 °C)	$1,6 \times 10^{-4}/\text{s}$
		$10^{-3}/\text{s}$
		$10^{-2}/\text{s}$
	133 K (-140 °C)	$1,6 \times 10^{-4}/\text{s}$
		$10^{-3}/\text{s}$
		$10^{-2}/\text{s}$
	110 K (-163 °C)	$1,6 \times 10^{-4}/\text{s}$
		$10^{-3}/\text{s}$
		$10^{-2}/\text{s}$

A partir da FIG 2.24 pode ser observada a disposição do corpo de prova (CP) na câmara criogênica. As amostras foram pré-resfriadas em nitrogênio gasoso, com sopro de nitrogênio líquido, por aproximadamente 30 minutos e as respectivas temperaturas

foram mantidas constantes durante o processo de deformação. Por questões de reprodutibilidade foram ensaiadas quatro amostras em cada condição.



FIG 2.24: Imagem da câmara criogênica com o CP (YOO, S.W. *et al.*, 2011).

Observa-se a partir da FIG 2.25 que a resistência à tração e o limite de escoamento do material aumentaram conforme diminuiu a temperatura. Este comportamento ocorre não apenas por ação da temperatura, mas também devido à formação de martensita. Em adição, pode ser visto que a sensibilidade à temperatura foi reduzida com o aumento da taxa de deformação plástica. À temperatura ambiente, a resistência à tração e o limite de escoamento não sofreram variações significativas com o aumento da taxa de deformação. Porém, em baixas temperaturas, com o aumento da taxa de deformação, a resistência à tração diminuiu e o limite de escoamento continuou a aumentar. Este fenômeno está atrelado à formação de martensita, a qual é afetada por altas taxas de deformação devido a efeitos adiabáticos, onde não há troca de calor com o ambiente. Tal efeito térmico provoca aumento da estabilidade de aços inoxidáveis austeníticos reduzindo, desta forma, a transformação martensítica. Logo, com redução da temperatura foram maiores os valores da resistência à tração e do limite de escoamento na menor taxa de deformação (TAB 2.5).

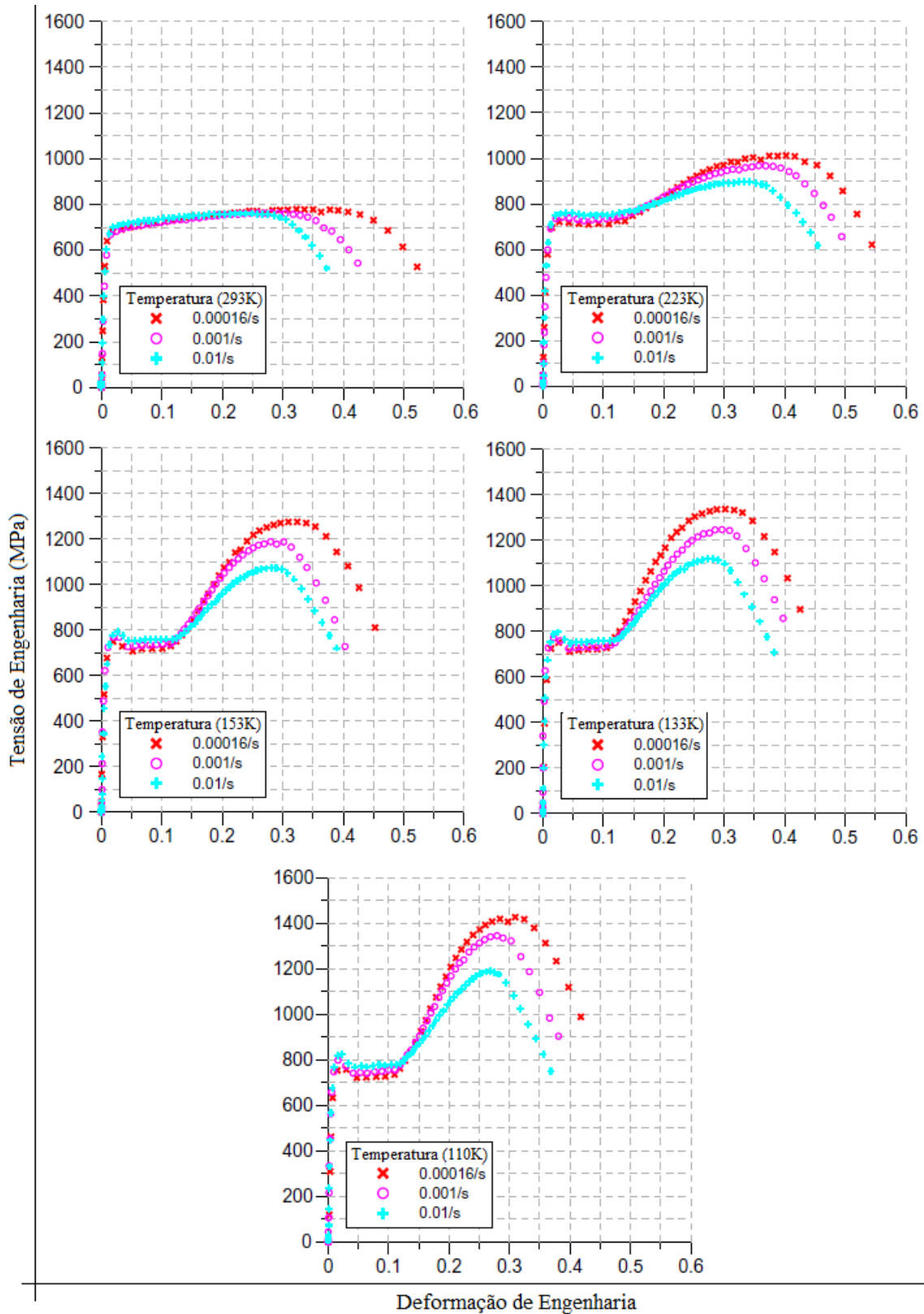


FIG 2.25: Curva σ - ϵ após ensaio de tração do aço 304L em diferentes temperaturas e taxas de deformação ($1,6 \times 10^{-4}$; 10^{-3} e $10^{-2} s^{-1}$) (YOO, S.W. *et al.*, 2011).

TAB 2.5: Propriedades mecânicas após ensaio de tração (YOO, S.W. *et al.*, 2011).

Temperatura	Taxa de Deformação	Limite de Escoamento (MPa)	Resistência à Tração (MPa)	Deformação na Fratura
293 K	$1,6 \times 10^{-4}/s$	684,7	782,8	0,53
	$10^{-3}/s$	690,6	764,6	0,44
	$10^{-2}/s$	708,2	761,3	0,38
223 K	$1,6 \times 10^{-4}/s$	721,2	1014,3	0,55
	$10^{-3}/s$	740,1	969,3	0,51
	$10^{-2}/s$	758,4	897,1	0,46
153 K	$1,6 \times 10^{-4}/s$	750,2	1278,5	0,46
	$10^{-3}/s$	768,8	1193,0	0,39
	$10^{-2}/s$	793,4	1073,6	0,38
133 K	$1,6 \times 10^{-4}/s$	751,1	1339,6	0,44
	$10^{-3}/s$	768,5	1250,2	0,41
	$10^{-2}/s$	796,5	1118,7	0,39
110 K	$1,6 \times 10^{-4}/s$	766,6	1432,0	0,43
	$10^{-3}/s$	783,9	1350,4	0,40
	$10^{-2}/s$	812,8	1190,1	0,37

De acordo com os resultados deste estudo, a construção de um modelo característico da transformação martensítica a partir de aços inoxidáveis austeníticos deve abranger os seguintes fatores:

- 1 – A transformação martensítica por deformação ocorre em ampla faixa de temperatura;
- 2 – Com a redução da temperatura aumentam a fração volumétrica de martensita e consequentemente a resistência à tração e o limite de escoamento;
- 3 – À temperatura ambiente a resistência à tração e o limite de escoamento aumentam com a redução da taxa de deformação;
- 4 – Em baixas temperaturas com o aumento da taxa de deformação a resistência à tração sofre variações significativas, aumentando mais em relação o limite de escoamento;
- 5 – A transformação de fase é reduzida em altas taxas de deformação devido a efeito adiabático.

KIM e colaboradores (2012) estudaram o efeito da pré-deformação no comportamento mecânico de chapas de aço 304L, utilizadas como membranas em sistemas de contenção de gás natural liquefeito em baixas temperaturas (FIG 2.26). Estas membranas possuem ondulações com o objetivo de permitir que o recipiente de contenção suporte às variações de temperatura que possam existir. Para este tipo de aplicação foi necessário a utilização de um material que oferecesse elevado desempenho mecânico em baixas temperaturas.

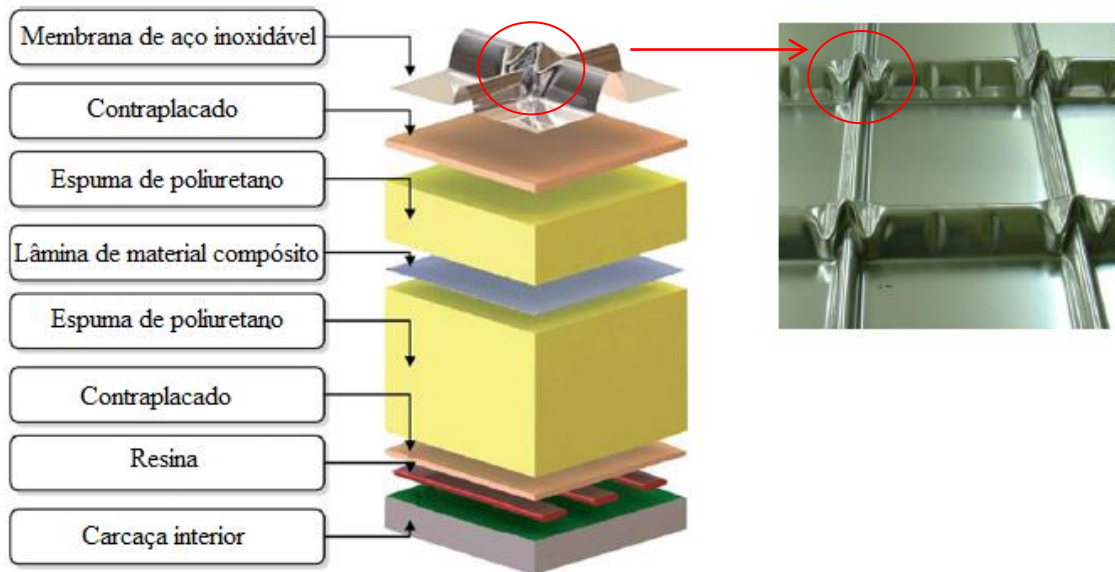


FIG 2.26: Esquema do sistema de isolamento com membrana de aço 304L utilizado em baixas temperaturas (KIM, J.H. *et al.*, 2012).

O material em estudo foi submetido a ensaios de tração a temperatura ambiente 293 K (20 °C) e criogênica 110 K (-163 °C), subresfriamento por nitrogênio gasoso. As amostras pré-deformadas a 110 K foram conservadas à temperatura ambiente por duas semanas para total recuperação elástica. Posteriormente as mesmas foram submetidas a pré-deformações de 5, 10, 13, 16, 19 e 22% à temperatura ambiente, com taxa de $1,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, a fim de avaliar a resistência mecânica e ductilidade do material. Para cada condição, foram utilizados dois corpos de prova. Após pré-deformações a temperaturas de 293 e 110 K as amostras foram descarregadas a 110 K. Amostras AL correspondem à condição de fabricação do material (pré-deformação a temperatura ambiente e ensaio de tração a baixa temperatura 110 K) e amostras LL correspondem à condição de aplicação do material (pré-deformação e ensaio de tração a baixa a baixa temperatura 110 K).

A FIG 2.27(a) indica que não houve aumento significativo do limite de resistência à tração quando comparado com o limite de escoamento a partir das diferentes pré-deformações, mas de maneira geral, o mesmo aumentou significativamente em relação a amostra como-recebida. Observa-se na FIG 3.27(b) que as amostras LL apresentaram aumento do limite de resistência à tração e do limite de escoamento. Os resultados mostram que o limite de resistência à tração do aço 304L não depende da pré-deformação à temperatura ambiente, mas o mesmo é consideravelmente afetado a baixa temperatura. Pode-se concluir também, quanto à dependência da pré-deformação na fratura, que as amostras LL apresentaram maior dependência em relação às amostras AL. Como pode ser visto, as amostras AL apresentaram aproximadamente

o mesmo valor de deformação total, mostrando que a temperatura ambiente não afetou a ductilidade do aço. Já as amostras LL apresentaram diferenças consideráveis de deformação total. Isto pode ser atribuído ao efeito de fragilização do material em baixa temperatura, onde o processo de fratura foi acelerado por incrementos da pré-deformação. Logo, a fragilização do aço pode ser acelerada por cargas externas em temperaturas criogênicas.

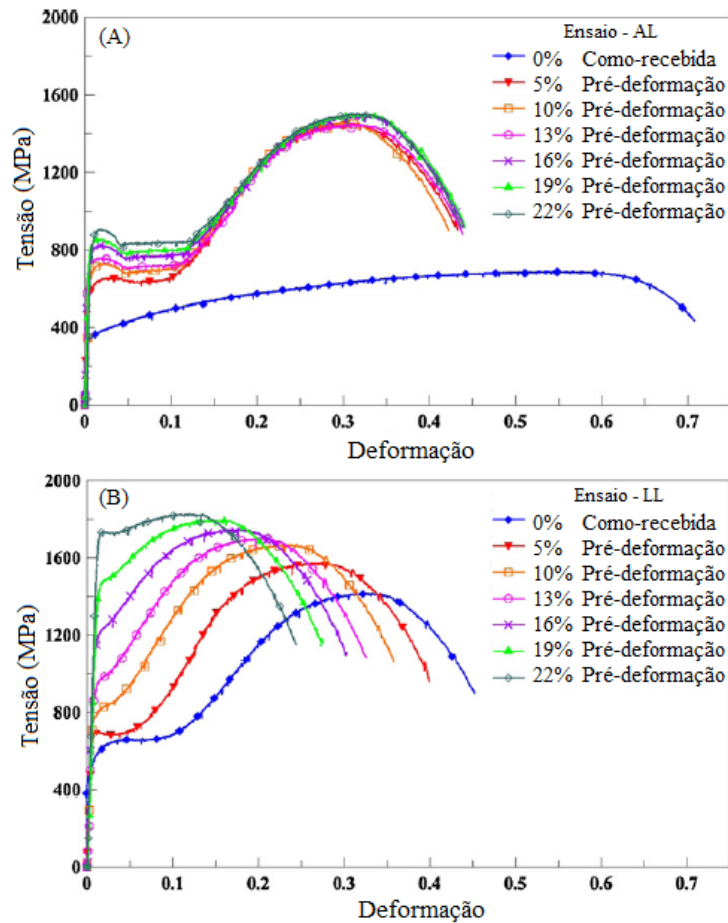


FIG 2.27: Comportamento da curva σ - ϵ de amostras do aço 304L tracionadas em T_{amb} (AL) e T_{criog} (LL) com distintas pré-deformações (KIM, J.H. *et al.*, 2012).

Neste estudo pode ser notado claramente que a temperatura de pré-deformação mostrou características importantes dos ensaios, como a formação do limite de escoamento inferior e patamar de escoamento. A formação do limite de escoamento inferior ocorre com frequência em aços de baixo carbono que são submetidos ao recozimento, o seu surgimento pode afetar consideravelmente o desempenho do material em aplicações que alcancem a tensão de escoamento. De acordo com a FIG 2.27(a) a extensão do patamar de escoamento permitiria a medição do mesmo para

efeito da influência de pré-deformações sobre seu comprimento alcançado. No entanto, foram realizadas tais medições e concluiu-se que com pré-deformações de 5 e 22% o patamar de escoamento descontínuo, das amostras deformadas a temperatura ambiente, estendeu-se linearmente de 4,3 a 8,4% de deformação. Já as amostras ensaiadas a baixa temperatura (amostras LL) não apresentaram formação do patamar de escoamento descontínuo abaixo da pré-deformação de 22%.

De maneira geral, pode-se concluir a partir deste estudo que o aço TRIP 304L quando submetido a pré-deformações à temperatura ambiente a tensão de escoamento sofreu aumento de 62% e a resistência à tração aumentou 6%, isto não levou a nenhum efeito sobre a ductilidade do material. Porém, em temperatura criogênica as tensões de escoamento e de resistência à tração aumentaram cerca de 197 e 30%, respectivamente. Observou-se que a fragilização em baixa temperatura foi acelerada de forma significativa conforme incrementos da pré-deformação. Estes resultados mostram íntima relação entre a quantidade de deformação plástica, temperatura e comportamento mecânico do aço TRIP, o que deve ser considerado em suas aplicações.

O efeito da laminação a frio sobre a microestrutura e propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico metaestável 301LN foi investigado por HUANG e colaboradores (2012). Os percentuais de redução foram 10, 20, 30, 40, 60, 70 e 80% e os corpos de prova possuíam espessura de 5 mm. A composição química deste aço é apresentada na (TAB 2.6)

TAB 2.6: Composição química do aço 301LN (HUANG, J.X. *et al.*, 2012).

C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	N	Fe
0,02	0,65	1,2	0,002	0,03	17	7	0,12	Balancedo

Os resultados obtidos por difração de raios-X (FIG 2.28) mostraram que a fase martensita- α' surgiu a partir da redução de 10% e que não foi detectada a presença de martensita- ϵ . Assim, a partir de incrementos da deformação os picos de austenita decresceram gradualmente.

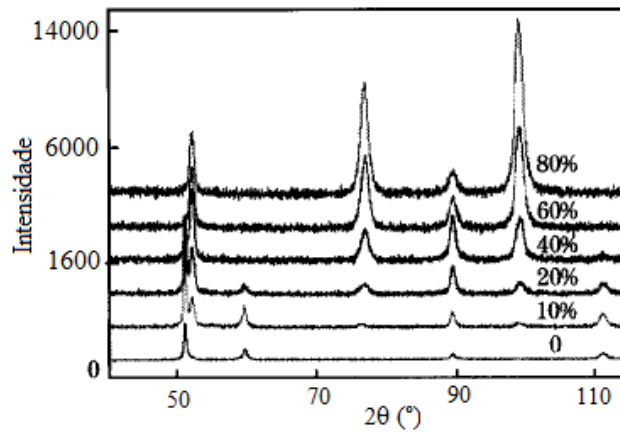


FIG 2.28: Padrão de difração do aço 301LN com diferentes percentuais de redução a frio (HUANG, J.X. *et al.*, 2012)

A partir de análises microestruturais por microscopia ótica observou-se a formação de bandas de cisalhamento FIG 2.29(b, c, e). A fase martensita- α' ocorre na interseção das bandas de cisalhamento e seu crescimento se dá pela nucleação sucessiva e coalescimento de novos embriões. Após redução de 70% FIG 2.29(f) a microestrutura foi composta por 0,64 de martensita- α' e austenita encruada.

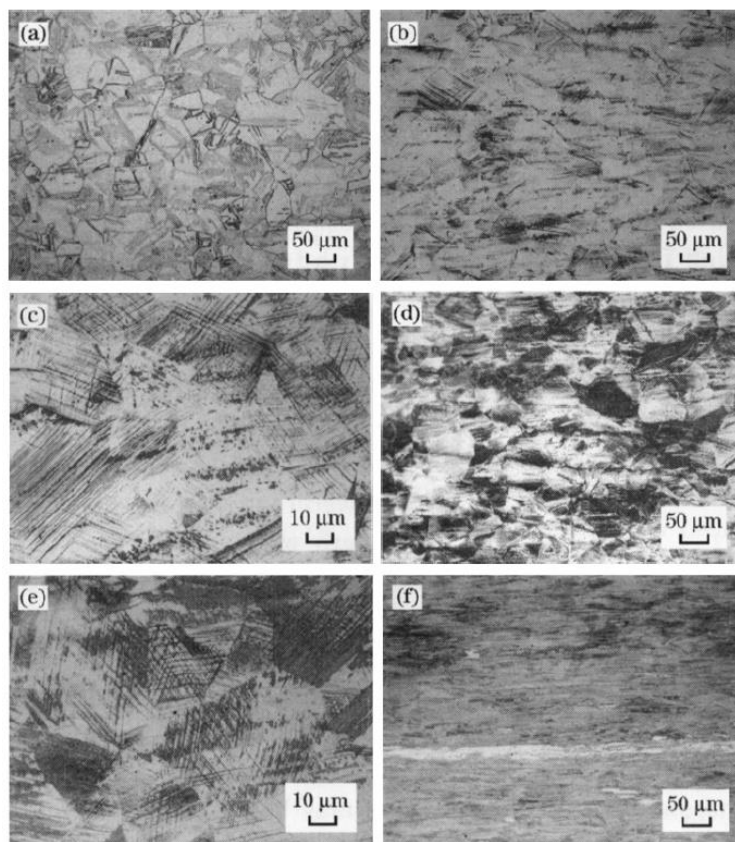


FIG 2.29: Aço 301LN : (a) amostra CR; amostras com reduções a frio: (b) e (c) 10%, (d) e (e) 20% e (f) 70% (HUANG, J.X. *et al.*, 2012).

As propriedades mecânicas avaliadas foram limite de escoamento, resistência à tração e ductilidade por ensaio de tração à temperatura ambiente e dureza por microdureza Vickers. Os resultados apresentados na FIG 2.30 consistiram no valor médio da dureza após 15 medições em cada amostra ao longo da direção transversal. Como observado, a dureza do aço 301LN aumentou por incremento das reduções em laminação, este valor foi elevado de 220 para 610 HV. Fato que pode ser atribuído à formação de martensita- α' e presença de austenita encruada.

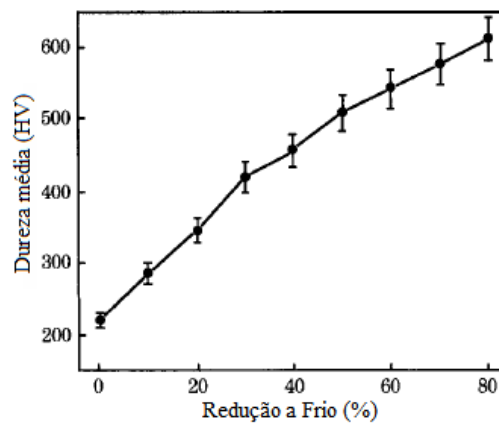


FIG 2.30: Avaliação da dureza média do aço 301LN submetido à laminação a frio (HUANG, J.X. *et al.*, 2012).

Observa-se na FIG 2.31 que a resistência à tração e o limite de escoamento aumentaram substancialmente com a transformação de fases após a redução máxima de 80%. Já a ductilidade do material diminuiu conforme evolução a transformação martensítica. Os valores médios das propriedades mecânicas podem ser verificados na TAB 2.7. A fração volumétrica de martensita foi avaliada por Ferritoscopia, os resultados obtidos após reduções de 10, 20 e 70% corresponderam a 0,04; 0,20 e 0,64.

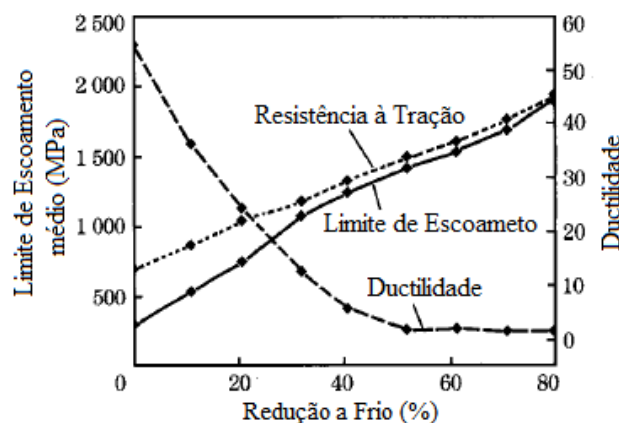


FIG 2.31: Efeito da laminação a frio sobre as propriedades mecânicas do aço 301LN (HUANG, J.X. *et al.*, 2012).

TAB 2.7: Valores médios do limite de escoamento, resistência à tração e dureza do aço 301LN (HUANG, J.X. *et al.*, 2012).

Redução (%)	Limite de Escoamento (MPa)	Resistência à Tração (MPa)	Dureza Vickers (HV)
0	292	697	220
10	533	862	285
20	750	1 034	345
30	1 069	1 175	419
40	1 239	1 321	456
50	1 413	1 488	508
60	1 529	1 602	522
70	1 678	1 749	575
80	1 900	1 925	610

A influência das reduções a frio na transformação austenita-martensita foi avaliada antes e após o ensaio de tração (FIG 2.32). Verificou-se que após laminação e tração houve aumento do limite de escoamento e resistência à tração, isto porque a transformação de fases ocorrida na laminação foi acrescida àquela que ocorreu em tração.

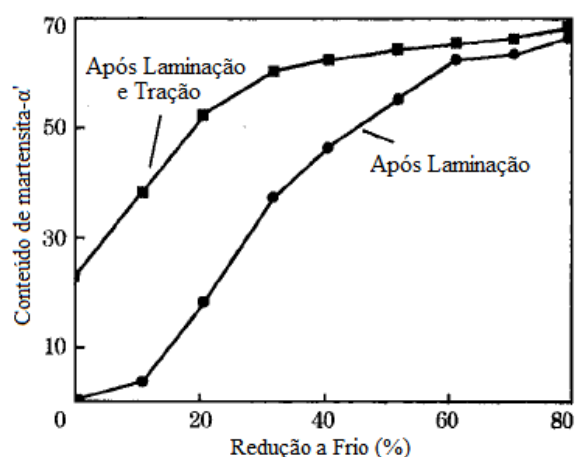


FIG 2.32: Influência de reduções a frio na transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) avaliada antes e após ensaio de tração (HUANG, J.X. *et al.*, 2012).

SHEN e colaboradores (2012) investigaram a microestrutura, formação de maclas de deformação e os mecanismos de deformação do aço inoxidável 304L submetido à transformação de fases em tração à temperatura ambiente sob duas taxas (3×10^{-3} e $3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) e com diferentes percentuais de deformação. Isto, com o objetivo de uma melhor compreensão dos mecanismos relacionados à alta resistência e ductilidade destes aços. Composição química do material em estudo TAB 2.8. O mesmo apresentou EFE igual a 14 mJ.m^{-2} .

TAB 2.8: Composição química do aço 304L (% peso) (SHEN, Y.S. *et al.*, 2012).

Elemento							
Cu	Ni	Mn	Cr	Si	P	C	Fe
0,79	8,71	1,93	14,35	0,36	0,014	0,027	Bal.

O percentual volumétrico de martensita foi avaliada por difração de raios-X e EBSD (FIG 2.33). Observou-se uma inclinação mais lenta da transformação ocorrida na maior taxa de deformação $3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Na deformação de 57% os resultados por difração de raios-X mostraram que o percentual de martensita decresceu de 54 para 35% com o aumento da taxa de deformação. A razão para este comportamento pode resultar do aumento da temperatura local provocada pela maior taxa de deformação. Pois com o aumento da deformação plástica e/ou taxa de deformação ocorre o acúmulo de discordâncias promovendo aquecimento adiabático. Para as análises de fases por EBSD utilizou-se aumento de 1000 vezes e tamanho do passo de $0,5 \mu\text{m}$. De fato, observou-se discrepância entre os resultados de DRX e EBSD, isto pode ser atribuído à limitada resolução do microscópio eletrônico de varredura em EBSD e perda de sinal de algumas martensita finas. A evolução da transformação martensítica, em vermelho, com taxa de deformação de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pode ser observada na FIG 2.34(b, d e f).

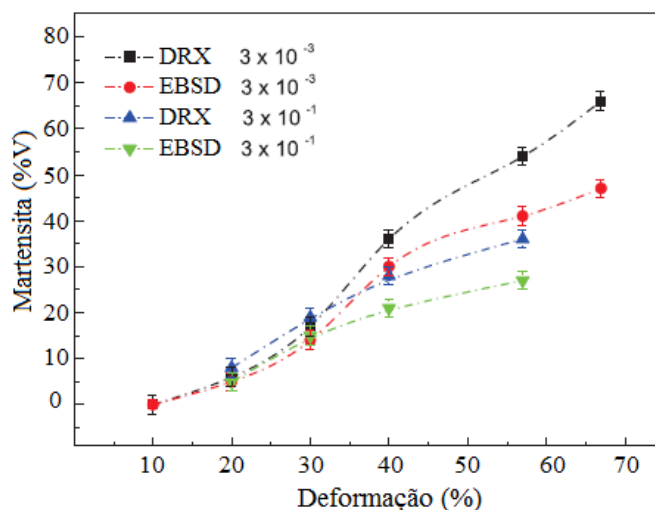


FIG 2.33: Volume de martensítica como função da deformação e da taxa de deformação em temperatura ambiente (SHEN, Y.F. *et al.*, 2012).

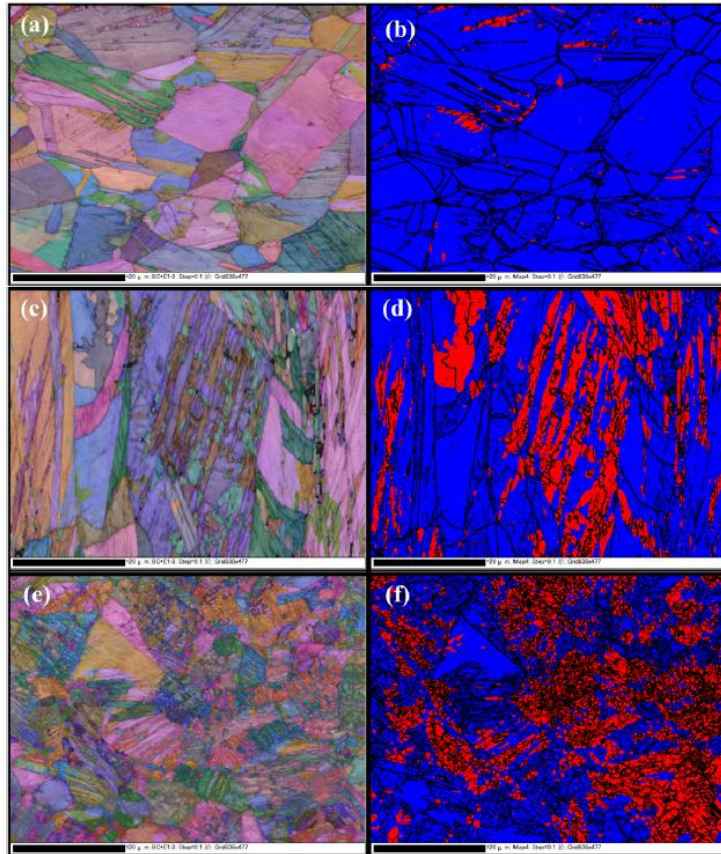


FIG 2.34: Morfologia microestrutural do aço 304L (a, c, e) e fração de martensita como resultado de deformações de 20, 40 e 67% (b, d, f) EBSD (SHEN, Y.F. *et al.*, 2012).

A partir da FIG 2.34(a, c, e) observou-se que a morfologia das microestruturas resultantes da transformação martensítica foi distinta em função do nível de deformação e que grande densidade de discordância foi observada nas vizinhanças de contornos de grãos e contornos de maclas em maiores níveis de deformação plástica. Na FIG 2.34(b) foi observado com clareza que a nucleação de martensita preferencialmente ocorreu no interior de maclas e/ou na vizinhança de contornos de grãos, insinuando que a transformação martensítica tenha sido induzida por tensão. Nas FIG 2.34(b), (d) e (f) está claramente elucidada a evolução da transformação martensítica como função da deformação. O volume de martensita obtido nas respectivas deformações aplicadas de 20, 40 e 67% correspondeu a 4; 27 e 48%, conforme (FIG 2.33) e o erro ficou em $\pm 2\%$ nas medidas.

Resultados obtidos por microscopia eletrônica de transmissão (MET) são apresentados nas FIG 2.35 e FIG 2.36. Na FIG 2.35 observa-se a distribuição de discordâncias (Ds), falhas de empilhamento (FE), maclas de deformação e martensita- α' e ϵ . Na FIG 2.36 apresenta-se o percentual de área de maclas e de martensita, estes resultados mostram que o percentual de maclas e de martensita aumentou por

incremento da deformação quando esta foi menor que 57%. Com deformação de 20% ocorreu 17% de maclas e 8% de martensita. Com deformação de 57% o percentual de martensita sofreu aumento significativo de aproximadamente 53% e a formação de maclas correspondeu a 45%. Para deformações acima de 57% o percentual de martensita aumentou para 62% e o de maclas caiu subitamente para 32%. Os resultados mostram que a deformação desempenha papel fundamental na transformação de fase ($\gamma \rightarrow \alpha'$) enquanto que as maclas de deformação são apenas intermediários.

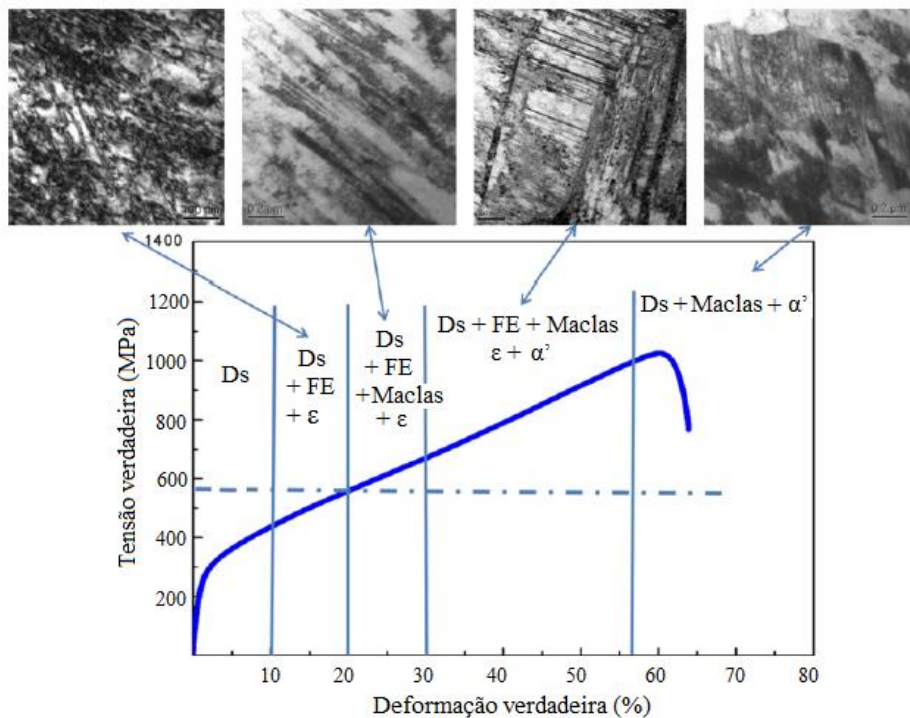


FIG 2.35: Características típicas da microestrutura de deformação do aço 304L com vários níveis de deformação plástica - MET (SHEN, Y.F. *et al.*, 2012).

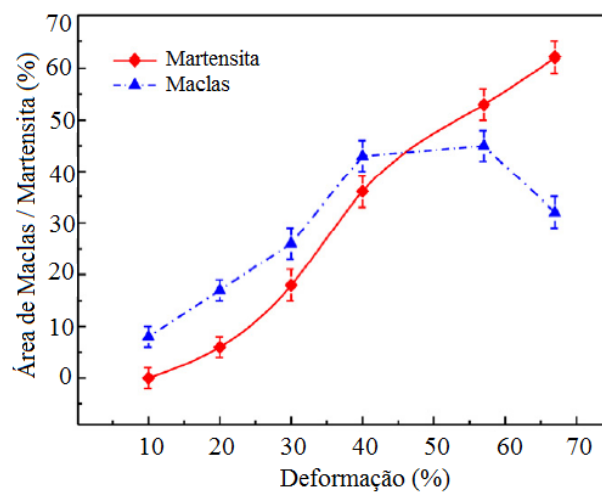


FIG 2.36: Percentual de maclas de deformação e de martensita obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (SHEN, Y.F. *et al.*, 2012).

Os mecanismos de deformação do material em estudo mostraram a coexistência de deslizamento de discordâncias, maclas de deformação e transformação martensítica durante a deformação do aço 304L. Tornou-se clara a predominância do mecanismo de deformação por deslizamento de discordância em todos os níveis de deformação.

CAKMAK e colaboradores (2014) avaliaram o efeito da transformação sobre o comportamento mecânico do aço 304L a partir do ensaio de compressão em baixa temperatura 77 K (-196°C) com taxa de deformação de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Os corpos de prova com 5 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento foram subresfriados por imersão em nitrogênio líquido por 5 minutos.

A evolução da transformação de fases resultado em produtos como martensita- α' e martensita- ε foi analisada por difração de nêutrons. Pode-se descrever de maneira simplificada a diferença básica entre as difrações de raios-X e de nêutrons da seguinte maneira: na difração de raios-X os fótons do feixe de raios-X interagem com os elétrons em órbita em torno do núcleo do átomo, enquanto que na difração de nêutrons estes interagem com os nêutrons no interior do núcleo do átomo podendo interagir ou não com os elétrons em órbita. Nesta técnica ocorre a interação entre o momento magnético do nêutron e os momentos magnéticos dos átomos de alguns elementos do material em análise. Os resultados quantitativos obtidos são apresentados na TAB 2.9.

TAB 2.9: Medida da fração em peso de cada fase por difração de nêutron (CAKMAK, E. *et al.*, 2014).

Amostra	Deformação (ε)	Fração		
		CFC	CCC	HC
S0	0	1,0	0	0
S1	0,046	1,0	0	0
S2	0,073	0,92	0,01	0,07
S3	0,10	0,72	0,12	0,16
S4	0,12	0,63	0,19	0,18
S5	0,136	0,58	0,21	0,21
S6	0,152	0,52	0,26	0,22
S7	0,168	0,50	0,32	0,18
S8	0,186	0,46	0,37	0,17
S9	0,204	0,41	0,40	0,19
S10	0,222	0,38	0,44	0,18

A partir destes resultados, verifica-se que a maior fração de martensita- ε (0,22) foi obtida com deformação de 0,152 decaindo para 0,18 na deformação máxima de 0,222. Já a fração de martensita- α' evoluiu por incremento da deformação plástica. Como seria de se esperar a fração de austenita diminuiu conforme aumentou o nível de deformação no material. O comportamento da evolução da transformação de fase pode ser observado a partir da (FIG 2.37).

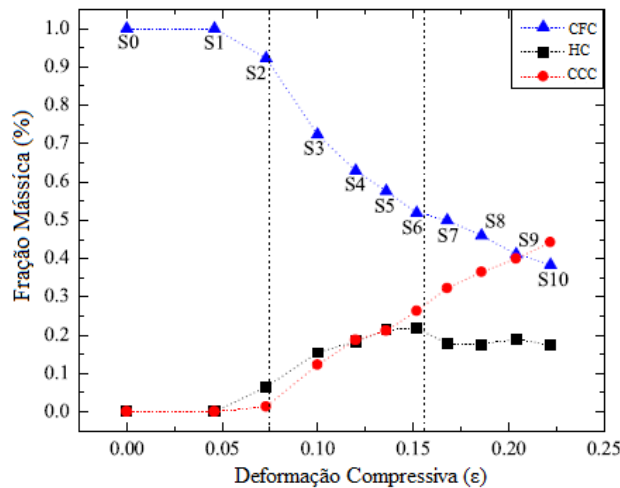


FIG 2.37: Evolução da transformação de fase em função da deformação compressiva (CAKMAK, E. *et al.*, 2014).

O comportamento tensão-compressão em compressão da transformação austenita-martensita, como também a taxa de encruamento em função da deformação compressiva é apresentado na FIG 2.38. O comportamento do encruamento pode ser dividido em três estágios I, II e III que são eles:

Estágio I: Abrange a região elástica e parte da região plástica. Neste estágio a taxa de encruamento apresenta declínio acentuado, alcançando valor mínimo em regiões onde já deu início a deformação plástica;

Estágio II: Observa-se que a taxa de encruamento aumenta de forma significativa alcançando valor máximo;

Estágio III: A taxa de encruamento torna-se decrescente.

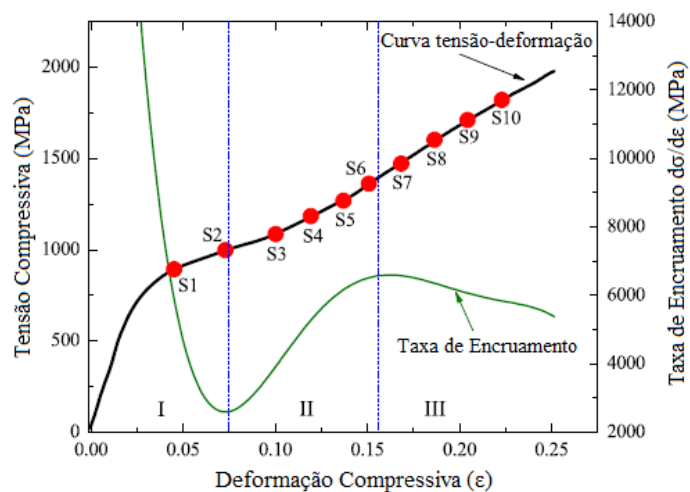


FIG 2.38: Comportamento σ - ϵ da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) a 77 K, e taxa de encruamento em função da deformação compressiva (CAKMAK, E. *et al.*, 2014).

A influência da taxa de deformação sobre a transformação martensítica em aço TRIP 304 foi investigada por PENG e colaboradores (2015). O material recebido na condição laminado a frio/recozido foi submetido à têmpera em água após recozimento a 1050 °C por 7 minutos. Os ensaios de tração em distintas taxas (0,001; 0,01 e 0,1 s⁻¹) foram realizados à temperatura ambiente. Verificou-se que em função do incremento da taxa de deformação aplicada no ensaio, o aquecimento causado pela deformação plástica tornou-se mais significativo FIG 2.39(a). O aquecimento gerado com a taxa de 0,001 s⁻¹ foi insignificante, mas com a taxa máxima utilizada de 0,1 s⁻¹ foi detectado aumento da temperatura acima de 40 °C antes da ruptura do corpo de prova. Em função do aquecimento gerado nas respectivas taxas em tração, a fração volumétrica de martensita ficou em acordo FIG 2.39(b). Houve transformação de fases mais intensa para o ensaio realizado na menor taxa de deformação e à medida que o processo avançou, aumentou a distância entre as curvas. O aumento da temperatura provocado por altas taxas de deformação pode inibir a transformação de fases.

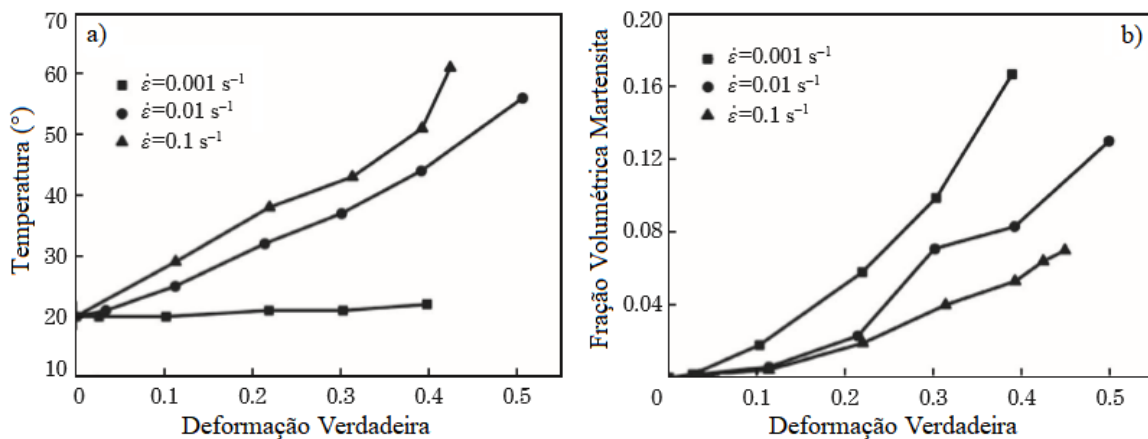


FIG 2.39: Influências da taxa de deformação: (a) aumento de temperatura e (b) redução na fração volumétrica transformada (PENG, F. *et al.*, 2015).

MALLICK e colaboradores (2017) induziram a transformação martensítica por laminação criogênica em amostras do aço austenítico 304. Foram realizadas laminações a 0 °C, na mistura de água e gelo, e a -196 °C em nitrogênio líquido, tempo de resfriamento entre 15 e 20 minutos. As reduções foram de 10, 20, 30 e 40%. Uma amostra foi pré-deformada a 20% em tração uniaxial em temperatura ambiente e posteriormente colocada em nitrogênio por 30 horas. A composição química do material é apresentada na TAB 2.10. Foram estimados os valores da energia de falha de empilhamento EFE (TAB 2.11) para cada temperatura através das EQ (2.1 e 2.2).

TAB 2.10: Composição química do aço 304 (MALLICK, P. *et al.*, 2017).

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	N	S	P	Fe
Peso (%)	0,06	1,29	0,41	21,85	8,41	0,15	0,45	0,0516	0,017	0,022	Balance

TAB 2.11: Valores estimados EFE do aço 304 em distintas temperaturas (MALLICK, P. *et al.*, 2017).

Temperatura (°)	Redução (%)	EFE
Ambiente (27)	0	19,96
0	10, 20, 30, 40	18,96
- 196	10 e 20	9,16

Conforme verificado na TAB 2.11 os valores da EFE do aço 304 foi distinto na temperatura ambiente, a 0 e a -196 °C. O mesmo diminuiu em função da temperatura e depende da composição química do material.

Foram realizadas análises de difração de raios-X em todas as amostras utilizando radiação de cobre (FIG 2.40) e a quantificação de fases foi realizada pelo método de Rietveld utilizando o software High Score Plus (TAB 2.12).

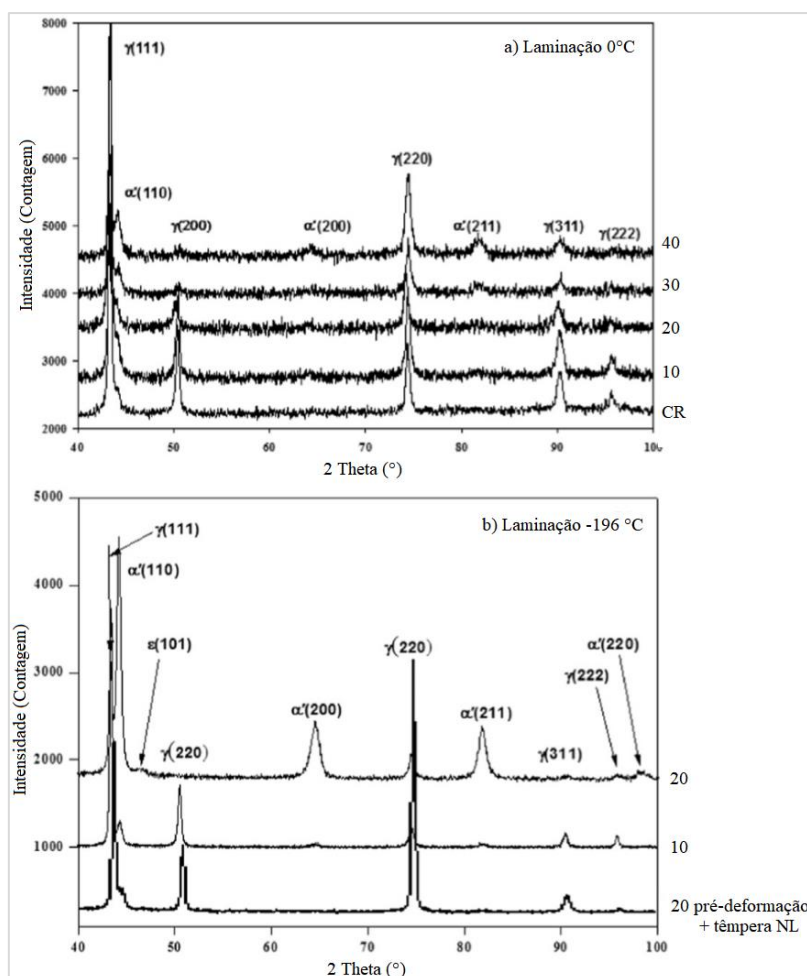


FIG 2.40: DRX após transformação martensítica: (a) laminação à 0 °C e (b) laminação a -196 °C e amostra com pré-deformação (MALLICK, P. *et al.*, 2017).

Através dos difratogramas obtidos por DRX FIG 2.40(a) observou-se que a amostra como recebida apresentou picos apenas da fase austenita e estes com boas intensidades, o que é típico deste material. As amostras submetidas à transformação de fases a 0 °C apresentaram picos de martensita- α' e os percentuais desta fase nas reduções de 10 e 20% foram próximos, correspondendo a 13 e 17%, respectivamente (TAB 2.12). Com a diminuição da temperatura, a partir do subresfriamento em nitrogênio FIG 2.40(b), observou-se transformação de fases mais intensa e a presença de um pico de martensita- ϵ . O surgimento da fase ϵ pode ser atribuído à baixa EFE na temperatura criogênica de -196°C, o quantitativo desta fase correspondeu a 6%. Para as reduções de 10 e 20% em laminação a 0 °C obteve-se 13 e 17% de fase transformada e com as reduções de 10 e 20% a -196 o conteúdo de martensita elevou-se para 28 e 44%. Tal diferença no quantitativo de fase transformada é atribuída à EFE que reduziu de 18,96 mJ/m² na temperatura de 0 °C para 9,16 mJ/m² à -196 °C. O elevado conteúdo de martensita de 44% é atribuído aos vários sítios de nucleação oriundos das interseções entre martensita- ϵ e bandas de cisalhamento. A pré-deformação à temperatura ambiente seguida de resfriamento em nitrogênio líquido desencadeou no menor conteúdo de martensita entre as demais amostras, 9%.

TAB 2.12: Análise quantitativa de fases por DRX após transformação martensítica do aço 304 (MALLICK, P. *et al.*, 2017).

Condições Processamento		Volume (%)		
Temperatura (°)	Redução/ Deformação (%)	Austenita	Martensita- α'	Martensita- ϵ
0	10	87	13	0
0	20	83	17	0
0	30	76	24	0
0	40	68	32	0
-196	10	72	28	0
-196	20	50	44	6
Pré-deformação 20% (T amb) + 30h NL		91	9	0
Amostra como recebida		100	0	0

A transformação martensítica induzida por tração uniaxial no aço TRIP 304 foi estudada por KAOUMI e colaboradores (2018). As condições do ensaio foram temperatura ambiente, taxa de deformação de 10⁻³ s⁻¹ e deformações de 7, 18 e 30%. Material na condição de laminado a frio/recozido com percentuais em peso dos elementos C, Cr e Ni correspondentes a 0,042; 18,23 e 8,09%, respectivamente. Os valores de energia de falha de empilhamento e das temperaturas M_i e Md₃₀ do material

em função da composição química foram de: $12,6 \text{ mJ/m}^{-2}$; $-69,6$ e $32,1 \text{ }^\circ\text{C}$. A EFE é um importante parâmetro na formação de falhas de empilhamento e posteriormente de martensita- ϵ .

As análises de fases por difração de raios-X mostraram a ocorrência de transformação de fase reversa de martensita para austenita com a deformação de 7%, onde as intensidades relativas dos picos de martensita diminuíram em relação aqueles de austenita (FIG 2.41).

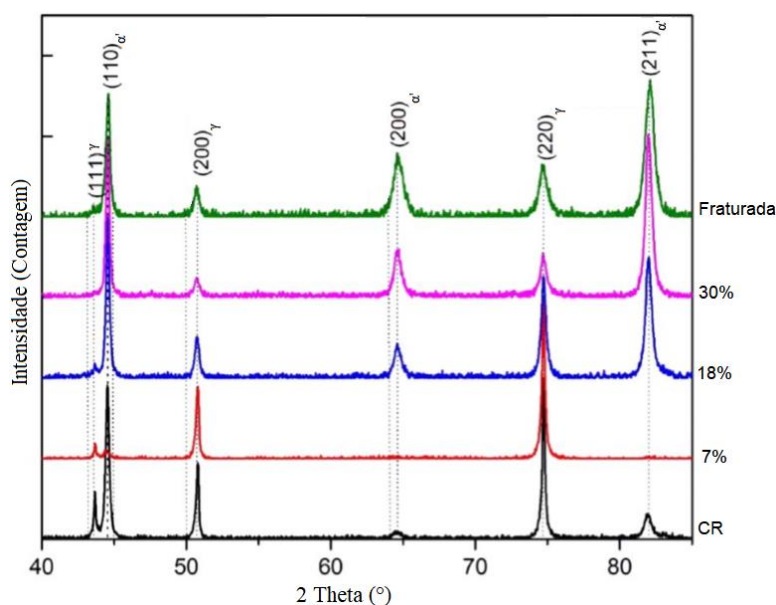


FIG 2.41: DRX amostras do aço 304 após transformação martensítica induzida por tração a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (KAOUMI, N.K. *et al.*, 2018).

Por difração de raios-X (FIG 2.41) não foi detectada a fase martensita- ϵ devido ao pequeno volume desta fase, mas esta foi observada por análise de microscopia eletrônica de transmissão nas amostras com deformações de 7, 18 e 30%. As análises por microscopia eletrônica de transmissão revelaram falhas de empilhamento na amostra com 7% deformação, como também, a presença das fases martensita ϵ e α' (FIGs 2.42 e 2.43). Devido ao fato da energia de falha de empilhamento deste material ser relativamente baixa, as falhas de empilhamento são facilmente formadas e a nucleação da martensita- ϵ pode ocorrer a partir da sobreposição e agrupamento dessas falhas.

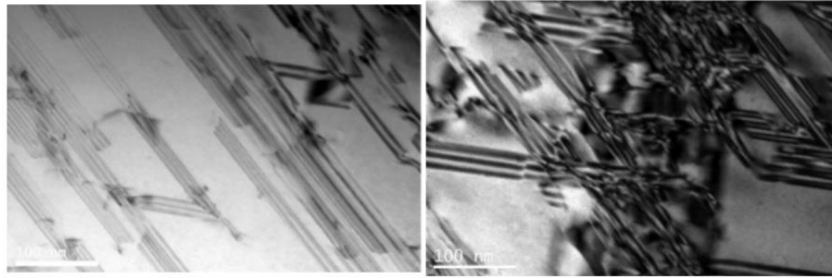


FIG 2.42: Falhas de empilhamentos formadas na amostra com 7% de deformação (KAOUMI, N.K. *et al.*, 2018).

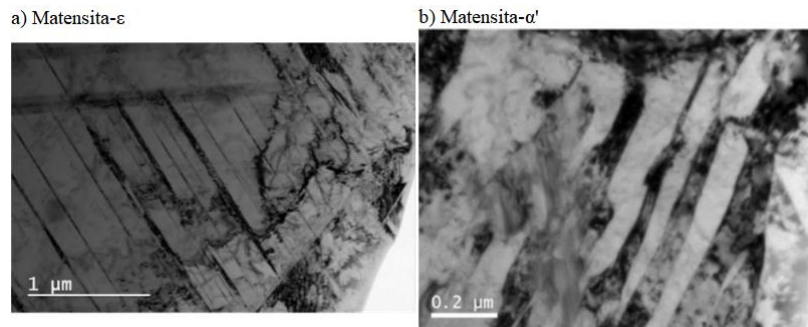


FIG 2.43: Formação de martensita- ϵ (a) e martensita- α' (b) na matriz austenita da amostra com 7% de deformação (KAOUMI, N.K. *et al.*, 2018).

As análises por microscopia de transmissão também revelaram as fases ϵ e α' na amostra com 18% de deformação (FIG 2.44): na região 1 foi detectada a presença de martensita- ϵ , na região 3 a martensita- α' e a região 2 refere-se à matriz austenita.

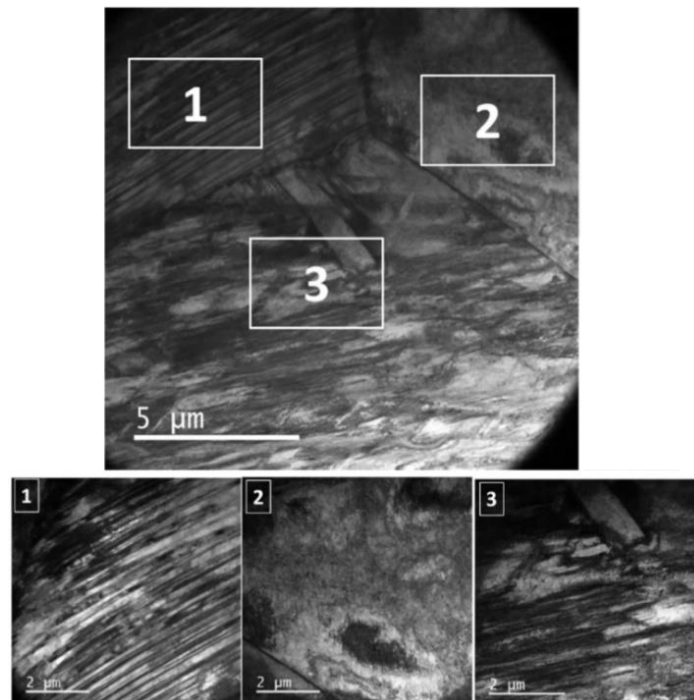


FIG 2.44: Formação de martensita ϵ e α' na matriz austenita da amostra com 18% de deformação (KAOUMI, N.K. *et al.*, 2018).

A partir dos resultados obtidos por microscopia eletrônica de transmissão, observou-se a presença das fases martensita (ϵ e α') e de falhas de empilhamento nas amostras com 7 e 18% de deformação. Porém, foi mais fácil identificar falhas de empilhamento na amostra com 7% de deformação e mais fácil também se tornou encontrar as fases ϵ e α' na amostra deformada a 18%. Já na amostra com 30% de deformação tornou-se mais difícil a observação de falhas de empilhamento, porém nesta foi mais fácil identificar a fase α' .

TARAN e colaboradores (2003 e 2004) investigaram as tensões residuais no aço inoxidável austenítico AISI 321, após transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$) em função do ensaio de fadiga, com carregamento de tração-compressão uniaxial. Foram ensaiados corpos de prova cilíndricos com 7,5 mm de diâmetro e 16 mm de comprimento, e as medidas de tensão residual foram realizadas por difração de nêutrons. Os autores reportaram que é esperado que a fase martensita apresente tensão residual compressiva hidrostática, enquanto a austenita tensão trativa, devido à expansão volumétrica resultante da transformação de fases. Porém, os estados de tensão encontrados em suas análises foram opostos, ou seja, a austenita apresentou tensão residual compressiva e a martensita tensão trativa (FIG 2.45). Como reportado, a interação entre as tensões geradas em função da transformação de fases e a deformação plástica nos baixos ciclos de fadiga promoveram tensões residuais de natureza não hidrostática e com sinais opostos, ou seja, observa-se uma sobrecarga da tensão de deformação.

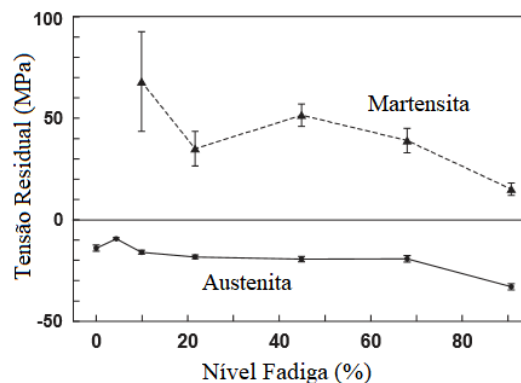


FIG 2.45: Tensão residual das fases austenita e martensita em aço TRIP 301 como função do nível de fadiga (TARAN, Y.V. *et al.*, 2003/2004).

Em 2007 TARAN e colaboradores estudaram as tensões residuais das fases austenita e martensita neste mesmo aço AISI 321 com geometria cruciforme (FIG 2.46) submetido ao ensaio de fadiga biaxial. A nomenclatura utilizada nas medidas (A1 e A2)

correspondem à direção horizontal de ciclagem e (B1 e B2) à direção vertical. As medidas de tensão residual foram realizadas na região central da amostra, denominada membrana. Os resultados quantitativos da distribuição radial das tensões são apresentados na FIG 2.47.

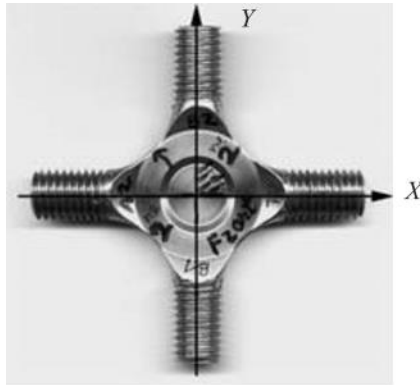


FIG 2.46: Aço austenítico 321 com geometria cruciforme, sistema de coordenadas X e Y (TARAN, Y.V. *et al.*, 2007).

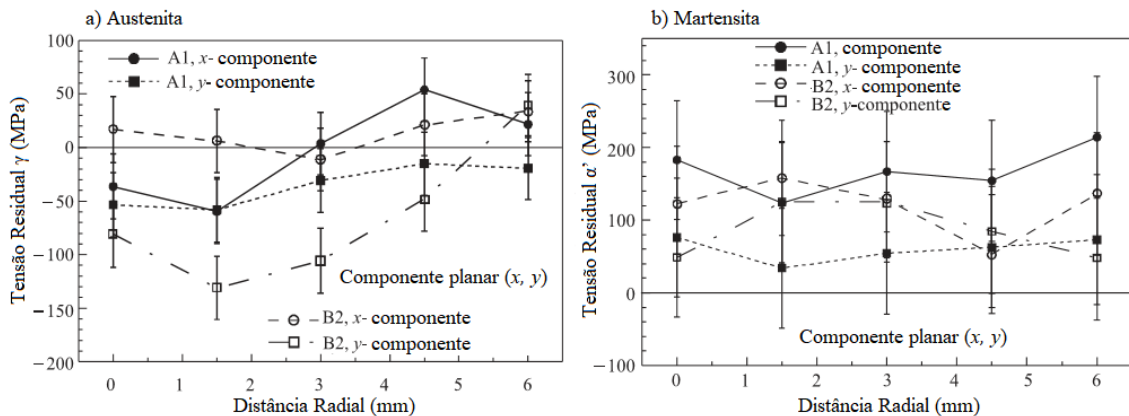


FIG 2.47: Dependência radial dos componentes de tensão residual das fases austenita (a) e martensita (b) na membrana da amostra (TARAN, Y.V. *et al.*, 2007).

Como observa-se a partir da FIG 2.47(a) e (b) a fase austenita apresentou tensões residuais oscilando entre trativa e compressiva, mas de forma geral, observa-se mais pontos de medida com tensão compressiva e a fase martensita apresentou tensão trativa. Segundo os autores devido à expansão volumétrica provocada pela transformação de fases austenita-martensita, espera-se que a martensita esteja sob tensão compressiva hidrostática e a austenita em tensão trativa, porém os resultados obtidos apresentaram sinais opostos, similar ao fenômeno observado com ciclo de fadiga uniaxial (TARAN, 2004/2003).

A quantificação de fases da transformação martensítica após ensaio de fadiga biaxial foi realizada pelo método de Rietveld (FIG 2.48). Como observa-se na FIG 2.48(b) maior conteúdo de martensita foi quantificado em menores distâncias radiais da amostra e através da FIG 2.48(a) percebe-se comportamento complementar da quantificação de austenita.

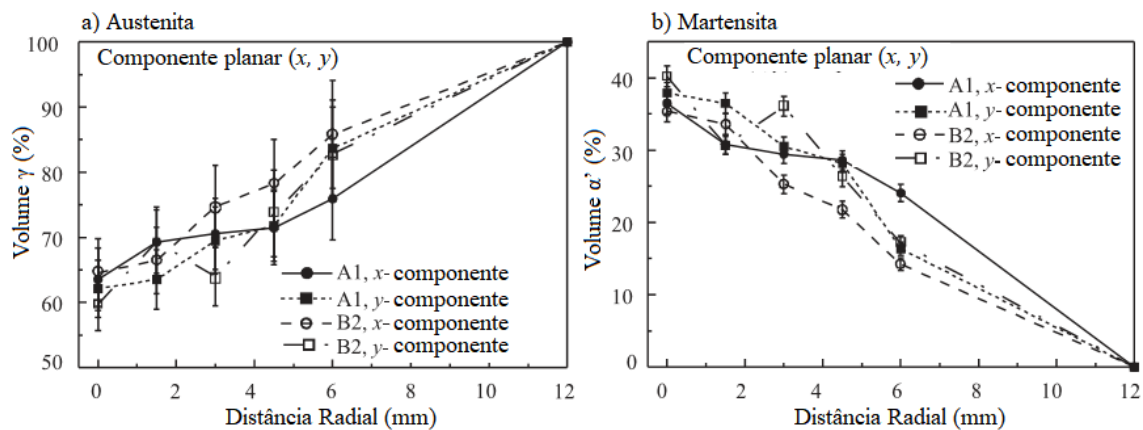


FIG 2.48: Dependência radial dos componentes do volume de fases austenita (a) e martensita (b) na membrana da amostra (TARAN, Y.V. *et al.*, 2007).

PAPULA e colaboradores 2014 estudaram as tensões residuais provenientes da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) em alguns aços inoxidáveis austenítico, como 201 e 301, após a formação retardada de trincas (Delayed Cracking). A composição química desses aços é apresentada na TAB 2.13. As tensões residuais de cada fase foram medidas por difração de raios-X utilizando-se o método geometria *psi* e utilizou-se o método de relaxação para medir a tensão macroscópica média do material. Para este método é necessário seccionar amostras com pequeno diâmetro, por exemplo, 3 ou 4 mm.

TAB 2.13: Composição química dos austeníticos 301 e 201 (PAPULA, S. *et al.*, 2012).

Aço	C	Cr	Ni	Mn	Si	Cu	Mo	N	P	S	Fe	H (ppm)
301	0,093	16,7	6,4	1,22	1,12	0,25	0,67	0,074	0,024	0,001	bal.	2,7
201	0,047	17,0	3,7	7,16	0,29	0,21	0,11	0,217	0,034	0,002	bal.	5,3

Os resultados quantitativos de tensão residual são apresentados na FIG 2.49 e como observa-se ambas as fases apresentaram tensão residual trativa. A magnitude da tensão da fase martensita foi maior do que aquela da fase austenita. Observou-se que a tensão macroscópica média pelo método de relaxação em alturas superiores das paredes dos copos não decresceu tanto quanto ao observado por DRX. Segundo os autores,

material bifásico quando deformado, a fase mais dura apresenta tensão trativa e a fase macia tensão compressiva. O foco do trabalho foi estudar a influência da presença de martensita e a magnitude das tensões no que diz respeito ao desenvolvimento de trincas em aços inoxidáveis austeníticos.

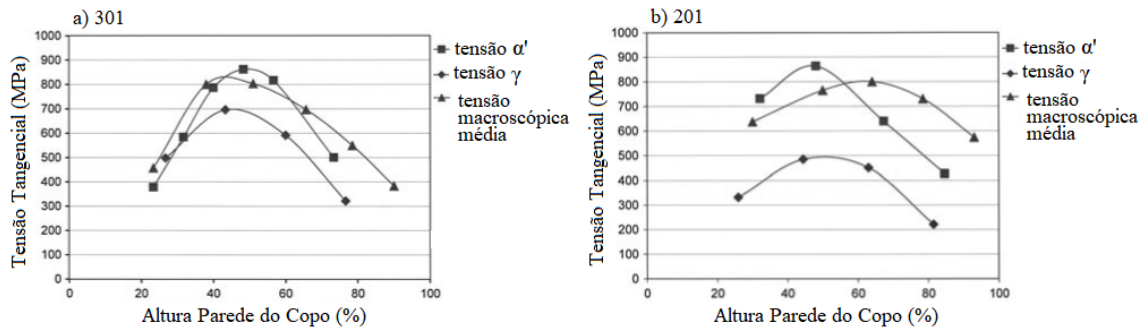


FIG 2.49: Medida de tensão residual das fases γ e α' por DRX após transformação de fases dos aços TRIP: (a) 301 e (b) 201 (PAPULA, S. *et al.*, 2012).

Modelagem numérica da deformação do aço TRIP 304L, a partir de amostra do material na condição de laminado a frio/recozido, foi realizada por MSOLLI e colaboradores (2016). Empregou-se o Método Mori-Tanaka que costuma ser utilizado em processos complexos como conformação de chapas. Experimentos foram realizados para validar o modelo numérico, como ensaio de tração, e as respostas numéricas foram reproduzidas com precisão. As condições para a modelagem foram: ensaio de tração do aço 304L em temperatura ambiente com taxas de deformação de 7×10^{-5} e $7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e deformações de 10, 20 e 30%. A partir dos resultados numéricos em função da transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$) os valores quantitativos de tensão residual preditos das fases, austenita e martensita, corresponderam a tensões compressiva e trativa, respectivamente (TAB 2.14). A magnitude da tensão compressiva da fase austenita tenderia a aumentar em função das deformações nas duas taxas de deformação e a tensão residual trativa da fase martensita tenderia a aumentar com maior taxa de deformação.

TAB 2.14: Valores preditos de tensão residual por fase (γ e α') e fração volumétrica de martensita (MSOLLI, S. *et al.*, 2016).

Deformação	Baixa Velocidade Carregamento			Alta Velocidade Carregamento		
	10%	20%	30%	10%	20%	30%
Fração martensita	0,015	0,1	0,27	0,014	0,08	0,18
σ_{11} (Austenita) (MPa)	-5	-39	-117	-5	-31	-78
σ_{11} (Martenista) (MPa)	306	327	311	325	350	355

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

O material em estudo consistiu do aço inoxidável austenítico 304L na forma de chapas nas condições laminado a quente (LQ) e laminado a frio/recozido (LF/R) com espessuras de 6,37 e 3,0 mm, respectivamente. Este material foi disponibilizado para estudo por Aperam South América em composições químicas similares nas distintas condições estudadas, informadas pelo fabricante, conforme apresentado na TAB 3.1.

A referência às amostras como recebidas laminada a quente e laminada a frio/recozida em tabelas e figuras será com abreviação de suas espessuras 6 e 3 mm, respectivamente.

TAB 3.1: Composições químicas aço inoxidável austenítico 304L (% em peso).

Elemento	LQ (CR_6)	LF/R (CR_3)
C	0,0196	0,0196
Mn	1,2617	1,2586
Si	0,4911	0,5729
P	0,0378	0,0382
S	0,0008	0,0020
Cr	18,0363	18,0819
Ni	8,0837	8,0045
Mo	0,1351	0,1563
Al	0,0041	0,0033
Cu	0,1761	0,2609
Co	0,1760	0,1825
V	0,0490	0,0491
Nb	0,0086	0,0061
Pb	0,0008	0,0008
B	0,0005	0,0006
Ti	0,0039	0,0028
Sn	0,0053	0,0760
N	0,0509	0,0422

3.2 MÉTODOS

3.2.1 INDUÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

A transformação martensítica do aço inoxidável 304L foi induzida por laminação neste material na condição de laminado a quente, estes resultados foram comparados com aqueles obtidos através do ensaio de tração uniaxial com o material na condição de laminado a quente e laminado a frio/recozido. As temperaturas dos processos de indução foram ambiente (25 °C) e criogênica próxima a -118 °C. A temperatura criogênica foi estimada a partir da composição química do material, para isto calculou-se a temperatura M_i , EQ (2.3). Determinou-se por realizar os ensaios com temperatura criogênica próxima à temperatura M_i do material na condição de laminado a quente (-118 °C), pois esta foi menor do que aquela do material na condição de laminado a frio/recozido (-103 °C). Os ensaios de tração uniaxial foram realizados com deformações efetivas/equivalentes em laminação para avaliar os efeitos dos distintos modos de deformação.

As amostras como recebidas foram submetidas ao ensaio de microdureza Vickers utilizando-se microdurômetro SHIMADZU_HMV com carga de 25 g, penetrador de diamante piramidal de base quadrada, microscópio com aumento de 400 vezes e tempo de permanência na carga máxima de 15 segundos. Foram realizadas 10 medidas em cada amostra, temperatura ambiente de 20 °C. Este ensaio foi realizado no laboratório de ensaios mecânicos do IME.

3.2.1.1 LAMINAÇÃO À TEMPERATURA AMBIENTE

Para o processo de laminação, tanto à temperatura ambiente quanto criogênica, utilizou-se laminador FENN MFG Co, modelo D-51710:1973 com configuração duo, cilindros com diâmetro convencional de 133,70 mm e raios de 66,85 mm. Este laminador encontra-se nas dependências do IME, o mesmo é apresentado na (FIG 3.1.)



FIG 3.1: Laminador FENN do IME (BOTELHO, 2012).

A partir de chapas de aço inoxidável austenítico metaestável 304L com 6,37 mm de espessura, realizou-se laminação simétrica à temperatura ambiente (25 °C) para indução da transformação martensítica. Foram realizados 15 passes de laminação com reduções de aproximadamente 10% em cada passe, resultando em amostras com 20, 40, 60 e 80% de redução. Como apresentado na (TAB 3.2), para cada passe de laminação calculou-se as deformações efetivas verdadeira e de engenharia EQ 3.1 (DIETER, 1981), como também, os valores do parâmetro delta (Δ) EQ 3.2 (BACKOFEN, W.A., 1972). Através do parâmetro delta é possível estimar a homogeneidade de deformação. Para valores de $\Delta < 1$ é caracterizada deformação homogênea (BACKOFEN, W.A., 1972).

✓ *Deformação efetiva:*

$$\bar{\epsilon} = \frac{\sqrt{2}}{3} [(\epsilon_1 - \epsilon_2)^2 + (\epsilon_1 - \epsilon_3)^2 + (\epsilon_2 - \epsilon_3)^2]^{\frac{1}{2}} \quad (3.1)$$

Onde, para laminação: $\epsilon_1 = -\epsilon_3$ e $\epsilon_2 = 0$

$$\therefore \bar{\epsilon} = 2 \frac{\sqrt{3}}{3} \epsilon_1$$

Para tração: $\epsilon_3 = \epsilon_2 = -\frac{\epsilon_1}{2}$

$$\therefore \bar{\epsilon} = \epsilon_1$$

Cabe ressaltar que os ensaios de tração e o processo de laminação foram realizados com deformações efetivas/equivalentes para avaliar os efeitos dos distintos modos de deformação.

✓ *Parâmetro delta:*

$$\Delta = \frac{2-r}{2} \sqrt{\frac{h_0}{r.R}} \quad (3.2)$$

Onde:

h_0 = espessura inicial

r = redução

R = raio do cilindro de laminação

TAB 3.2: Passes da laminação à temperatura ambiente.

Passe	$\bar{\epsilon}_{efetiva}$ <i>verdadeira</i>	$\bar{\epsilon}_{efetiva}$ <i>engenharia</i>	Redução/ Passe	Redução Total	Amostras	Parâmetro Δ
1	0,06	0,05	0,11	11,13		0,87
2	0,11	0,10	0,10	20,38	LA 20	0,85
3	0,16	0,14	0,10	28,68		0,81
4	0,20	0,16	0,08	34,17		0,90
5	0,24	0,19	0,10	40,44	LA 40	0,77
6	0,31	0,23	0,13	48,28		0,61
7	0,37	0,25	0,11	54,08		0,63
8	0,42	0,28	0,11	59,09	LA 60	0,60
9	0,47	0,30	0,11	63,48		0,57
10	0,52	0,32	0,10	67,08		0,56
11	0,58	0,33	0,11	70,85		0,49
12	0,63	0,35	0,09	73,51		0,53
13	0,68	0,36	0,11	76,33		0,46
14	0,74	0,37	0,12	79,15		0,41
15	0,77	0,38	0,06	80,41	LA 80	0,56

Em laminação foi estimada a taxa de deformação (EQ 3.3), pois este parâmetro é importante quando trata-se de transformação de fases em aço TRIP (TAB 3.3). Para isto foi necessário realizar o cálculo da velocidade do cilindro (V) EQ 3.4, como também, calcular o comprimento do arco do cilindro (L) EQ 3.5. Na determinação da velocidade, realizou-se uma média do tempo necessário para que o cilindro completasse uma volta, conforme apresentado na (TAB 3.4).

TAB 3.3: Taxa média de deformação em laminação à temperatura ambiente.

Passe	$h_f - h_0$	Taxa Deformação $\times 10 (s^{-1})$
1	0,71	6,1
2	0,59	6,7
3	0,53	7,1
4	0,35	8,7
5	0,40	8,1
6	0,50	7,3
7	0,37	8,5
8	0,32	9,1
9	0,28	9,7
10	0,23	10,7
11	0,24	10,5
12	0,17	12,5
13	0,18	12,1
14	0,18	12,1
15	0,08	18,2
Média		$9,8 \pm 1,6$

✓ Taxa de deformação:

$$s = \frac{V}{L} \quad (3.3)$$

Onde,

s = taxa de deformação (s^{-1})

V = velocidade do cilindro (mm/s)

L = arco de contato do cilindro com a amostra (mm)

✓ Velocidade do cilindro:

$$v = \frac{C}{t} \quad (3.4)$$

Onde,

C = comprimento da circunferência do cilindro (mm): $C = 2 \cdot \pi \cdot R$

t = tempo (s)

✓ Comprimento do arco de contato do cilindro:

$$L = \sqrt{R \cdot \Delta h} \quad (3.5)$$

Onde,

L = arco de contato do cilindro com a amostra (mm)

R = raio do cilindro (mm)

Δh = espessura final subtraída da inicial (mm)

TAB 3.4: Verificação do tempo médio para o cilindro completar uma volta.

Voltas Cilindro	Tempo (s, cs)
1	2,36
2	2,35
3	2,37
4	2,30
5	2,30
6	2,36
7	2,27
8	2,44
9	2,33
10	2,33
Média	2,34 ± 0,3

O cálculo do comprimento do arco do cilindro foi baseado nas relações geométricas apresentadas na (FIG 3.2). O mesmo caracteriza-se pelos pontos limites de contato com a chapa, sendo estes, ponto de entrada (A) e saída (C). Devido ao fato do raio do cilindro (R) geralmente ser muito maior do que a espessura da chapa (h_i) o arco (AC) pode ser substituído pelo segmento de reta ($\overline{AB} = L$). Desta forma, seguem as equações (CETLIN, P.R., 2005):

$$\text{Analisando-se o triângulo AOB: } L = \sqrt{R^2 - \left(R \frac{\Delta h}{2}\right)^2} = \sqrt{R \cdot \Delta h - \frac{\Delta h^2}{2}}$$

$$\text{Como, } R \cdot \Delta h \gg \frac{\Delta h^2}{4}$$

$$\text{O comprimento do arco de contato resulta em: } L = \sqrt{R \cdot \Delta h}$$

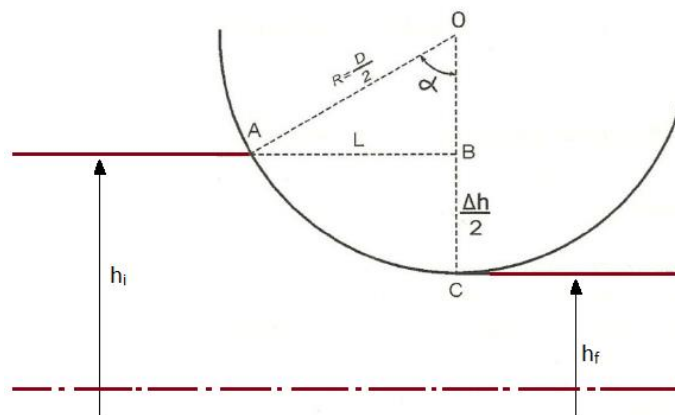


FIG 3.2: Relações geométricas em laminação (CETLIN, P.R., 2005). Adaptada.

Outro parâmetro que influencia na transformação de fases em aço TRIP é a temperatura. Desta forma, após cada passe de laminação aferiu-se a temperatura das amostras com o objetivo de verificar o ganho de calor devido à deformação (TAB 3.5). Para esta aferição utilizou-se o termopar FLUKE 51 K/J Thermometer.

TAB 3.5: Aferição de temperatura após cada passe de laminação à temperatura ambiente.

Passe	T _{termopar} (°C)	T _{amostra} (°C)	ΔT _{amostra} (°C)
1	24,5	38,0	13,5
2	25,0	44,0	19,0
3	24,9	46,0	21,1
4	25,1	51,2	26,1
5	25,1	53,2	28,1
6	25,4	50,7	25,3
7	25,1	52,0	26,9
8	25,6	47,2	21,6
9	24,8	46,6	21,8
10	26,4	49,0	22,6
11	25,0	46,2	21,2
12	25,0	46,3	21,3
13	25,0	44,2	19,2
14	24,0	47,2	23,2
15	24,5	40,0	15,5
Média	25,0 ± 0,3	46,8 ± 2,1	21,8 ± 2,0

As amostras assim que laminadas eram colocadas em caixa de isopor para minimizar a perda de calor com meio, enquanto a temperatura era aferida por termopar até estabilização.

3.2.1.2 LAMINAÇÃO À TEMPERATURA CRIOGÊNICA

A transformação de fases em laminação criogênica foi realizada em temperatura estimada a partir da composição química do material, temperatura M_i , que refere-se à temperatura de início de formação de martensita (-118°C). A mesma foi estimada a partir da EQ (2.3).

Primeiramente foram realizados testes preliminares com uma amostra subresfriada em nitrogênio líquido, para a verificação do ganho de temperatura do meio, considerando-se o tempo necessário para realizar a laminação. Pois, deveria-se levar em

consideração alguns imprevistos como, a amostra escorregar ao ser impulsionada ou apresentar muita resistência para passar através da abertura dos cilindros. Logo, uma mesma amostra foi imersa em nitrogênio, por 3 vezes, por aproximadamente 3 minutos e teve sua temperatura registrada a cada 10 segundos, durante 15 minutos, tempo necessário para a amostra chegar à temperatura ambiente. Observou-se nos primeiros 10 segundos que o ganho médio de temperatura foi de 8 °C. Desta forma, determinou-se que a laminação à temperatura criogênica seria realizada próxima a -118 °C, com a amostra sendo colocada a -125 °C na mesa do laminador. Para o controle da temperatura a -125 °C, as amostras após 3 minutos de imersão em nitrogênio, eram colocadas em isolamento térmico em um pequeno recipiente de isopor, com furo lateral para aferição da temperatura (FIG 3.3). A temperatura ambiente estava em 21 °C.

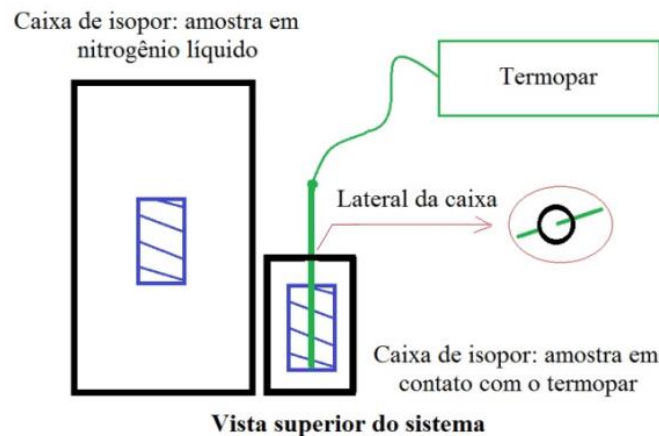


FIG 3.3: Sistema de subresfriamento das amostras laminadas em temperatura criogênica.

A partir da determinação da temperatura, realizou-se a laminação criogênica próxima a -118 °C. Ao todo foram realizados 25 passes de laminação com reduções de aproximadamente 6% em cada passe, resultando em amostras com 20, 40, 60 e 80% de redução nominal (TAB 3.6). A TAB 3.6 também apresenta as deformações efetivas verdadeira e de engenharia, o parâmetro delta e a taxa de deformação.

TAB 3.6: Passes de laminação à temperatura criogênica.

Passo	$\bar{\epsilon}_{efetiva}$ verdadeira	$\bar{\epsilon}_{efetiva}$ engenharia	Redução/ Passo	Redução Total	Amostras	Parâmetro Δ	Taxa Deformação $\times 10 (s^{-1})$
1	0,04	0,04	0,09	8,62		1,01	2,96
2	0,06	0,05	0,03	11,60		1,61	5,04
3	0,06	0,06	0,01	12,23		3,43	10,98
4	0,07	0,06	0,02	13,64		2,26	7,32
5	0,08	0,07	0,02	15,67		1,84	6,09
6	0,09	0,08	0,01	16,61		2,67	8,97
7	0,11	0,10	0,04	20,22	LC 20	1,33	4,58
8	0,12	0,11	0,03	22,57		1,58	5,67
9	0,15	0,13	0,05	26,80		1,13	4,23
10	0,16	0,14	0,04	29,47		1,36	5,33
11	0,18	0,15	0,04	32,13		1,31	5,33
12	0,21	0,17	0,05	35,27		1,16	4,91
13	0,23	0,18	0,06	38,87	LC 40	1,02	4,58
14	0,26	0,20	0,06	42,79		0,92	4,39
15	0,29	0,22	0,06	46,08		0,95	4,79
16	0,32	0,23	0,06	49,22		0,91	4,91
17	0,36	0,25	0,07	52,98		0,78	4,48
18	0,41	0,27	0,10	57,68		0,64	4,01
19	0,43	0,28	0,06	60,19	LC 60	0,80	5,49
20	0,48	0,30	0,09	63,95		0,60	4,48
21	0,53	0,32	0,10	67,71		0,54	4,48
22	0,58	0,33	0,10	70,85		0,54	4,91
23	0,65	0,35	0,13	74,61		0,43	4,48
24	0,68	0,36	0,07	76,49		0,55	6,34
25	0,74	0,37	0,11	79,00	LC 80	0,43	5,49
							Média 5,37 \pm 0,66

3.2.1.3 TRAÇÃO À TEMPERATURA AMBIENTE E CRIOGÊNICA

A transformação martensítica foi induzida por deformação uniaxial através do ensaio de tração, à temperatura ambiente e criogênica, em chapas de aço inoxidável austenítico 304L com espessuras de 3,0 mm (laminado a frio/recozido) e 6,37 mm (laminado a quente). As condições dos ensaios foram deformação de engenharia de 24 e 47%, velocidade de deslocamento do travessão de 30 mm/min correspondendo à taxa de deformação de $2 \times 10^{-2} s^{-1}$, ao considerar o comprimento útil do corpo de prova de 25 mm. Os corpos de prova foram confeccionados através da norma “Standard Test

Methods for Tension Testing of Metallic Material - Designation: E8/E8M - 13a” conforme (FIG 3.4) e os cortes foram realizados a laser.

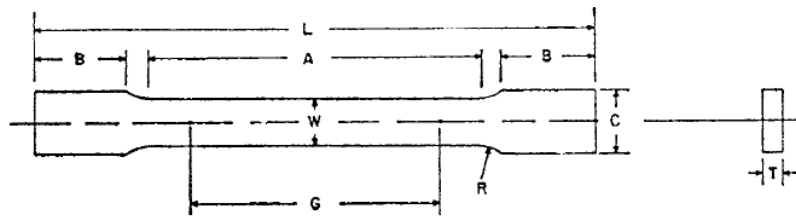


FIG 3.4: Corpo de prova reduzido para ensaios de tração.

G – Comprimento útil 25 mm

W – Largura 6 mm

T – Espessuras (3 e 6,37 mm)

R – Raio 6 mm

L – Comprimento total 100 mm

A – Comprimento da seção reduzida 32 mm

B – Comprimento da seção de fixação 30 mm

C – Largura da seção de fixação 10 mm

Os ensaios à temperatura ambiente de 26 °C foram realizados em máquina de tração (EMIC DL - 60.000) com célula de carga de 100 kN (FIG 3.5). Equipamento instalado nas dependências da UFF, laboratório de Ensaios Mecânicos da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR).



FIG 3.5: Ensaio de tração à temperatura ambiente.

Os ensaios de tração em baixa temperatura, aproximadamente $-118\text{ }^{\circ}\text{C}$, para indução da transformação de fases, foram realizados em máquina de tração (INSTRON 5500R) com célula de carga de 150 kN, instalada no laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM), no Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), localizado em São José dos Campos/SP. As amostras foram subresfriadas em nitrogênio líquido por aproximadamente 5 minutos e posteriormente presas nas garras da máquina de ensaio. A câmara do equipamento e as garras estavam previamente resfriadas em nitrogênio a fim de manter a temperatura dos corpos de prova próxima a $-118\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante os ensaios (FIG 3.6).



FIG 3.6: Ensaio de tração à temperatura criogênica.

3.2.2 PREPARAÇÃO METALOGRAFICA

As amostras submetidas a análises via difração de raios-X, ultrassom e ferritoscopia possuíam dimensão de 20 x 20 mm. Estas foram seccionadas em cortadora metalográfica TECLAGO_CM40, com disco de carbeto de silício sob refrigeração/lubrificação à base de solução anticorrosiva. Já as amostras submetidas à análise de EBSD possuíam dimensão de 10 x 10 mm (DL x DT). Estas amostras foram seccionadas em cortadora metalográfica de precisão STRUERS_MINITOM (DK_2750) com disco diamantado sob refrigeração/lubrificação utilizando-se solução anticorrosiva, velocidade controlada de 150 rpm e carga de 250 gf.

Todo procedimento de preparação metalográfica das amostras, via polimento mecânico, químico, eletrolítico, foi realizado no laboratório de metalografia do IME. A qualidade dos diferentes tipos de polimentos das amostras foi acompanhada por observações no microscópio ótico, ZEISS_AXIOVERT 40 MAT, utilizando-se

diferentes aumentos. O desbaste das amostras para análises a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura foi realizado via lixamento mecânico partindo de lixa de 120 mesh.

✓ *Polimento Mecânico*

Primeiramente as amostras foram submetidas ao lixamento com lixas de 600, 800 e 1200 mesh e em seguida polidas em pasta de diamante com granulometrias de 3,0; 1,0 e 0,25 μm utilizando-se panos de polimento com granulometrias compatíveis às pastas. O lixamento foi realizado em lixadeira semi-automática, AROTEC_ARAPOL 2V, com baixa velocidade e o polimento realizado manualmente.

✓ *Polimento Químico*

O polimento químico foi realizado com uma solução composta por 0,7 mL de ácido fluorídrico (concentração 40% P.A), 0,3 mL de ácido nítrico (concentração 65% P.A) em 3,0 mL de água destilada. A temperatura da solução ficou entre 50 e 60 °C, com uso de placa de aquecimento QUIMIS_Q261-12. Em função do incremento do percentual de martensita o tempo de imersão das amostras variou entre 1 minuto e 10 segundos. Logo, a amostra como recebida necessitou de um maior tempo de reatividade na solução e as demais amostras de um tempo menor.

✓ *Polimento Eletrolítico*

As amostras foram polidas eletroliticamente com solução de 20% de ácido perclórico (concentração 70% P.A) em álcool etílico e utilizou-se uma fonte POLITERM_DC POWER SUPPLY HY3003E com voltagem operando em modo paralelo (20 V). Em função do incremento de martensita o tempo de imersão das amostras foi menor, ficou entre 7 e 10 segundos. Apenas a superfície da amostra com aproximadamente 20 mm² foi colocada em contato com a solução, para isto utilizou-se fita isolante nas demais áreas (FIG 3.7). Observou-se que a reatividade das áreas adjacentes causava interferência na densidade de corrente e com isto não ocorria o polimento da área desejada. Para otimizar o contato da amostra com a garra, utilizou-se fita de cobre; tentativas foram realizadas com fio de cobre, mas não houve sucesso devido à área de contato (FIG 3.7).



FIG 3.7: Preparo da amostra para realização de polimento eletrolítico.

3.2.3 ANÁLISE DE FASES

3.2.3.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para avaliação de fases por difração de raios-X (DRX) utilizou-se o difratômetro modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical, instalado no IME. Foi adotada a configuração foco linha para a obtenção de difratogramas com boas intensidades, voltagem e corrente do equipamento de 40 kV e 45 mA, respectivamente, e utilizou-se filtro de ferro para o tubo de cobalto. Os parâmetros de medida para cada amostra foram ângulos iniciais e finais de 45 e 130°, tamanho do passo de 0,030°, tempo por passo de 200 s, o que levou a um tempo total de análise de 38 minutos e 33 segundos. Em seguida, houve a identificação dos picos associados aos planos austeníticos ((111), (200), (220), (311) e (222)) e martensíticos ((110), (200), (211) e (220)) através da análise qualitativa por Rietveld utilizando-se as fichas ICDD (00-047-1417 para a fase γ e 03-065-7753 para a fase α').

3.2.3.2 FERRITOSCOPIA

A quantificação da fase martensita por Ferritoscopia foi realizada utilizando-se o ferritoscópio FISCHER_FMP30 de sonda manual. Foram realizadas ao todo 30 medições em cada amostra, onde 6 distintos pontos foram marcados em cada uma das amostras e nos mesmos foram realizadas 5 medidas. Antes de iniciar as medidas o instrumento foi calibrado com padrões de ferrita (FIG 3.8). Utilizou-se o ferritoscópio da EEIMVR da UFF de Volta Redonda/RJ.



FIG 3.8: Ferritoscópio para quantificação de martensita e padrões de ferrita.

Nas análises de ferritoscopia é preciso utilizar fator de correção em função da espessura das amostras, isto para espessuras menores ou iguais a 2 mm (OPERATORS MANUAL FERITSCOPE FMP30, 2008). Para estas correções utilizou-se o fator de correção a partir da FIG 3.9.

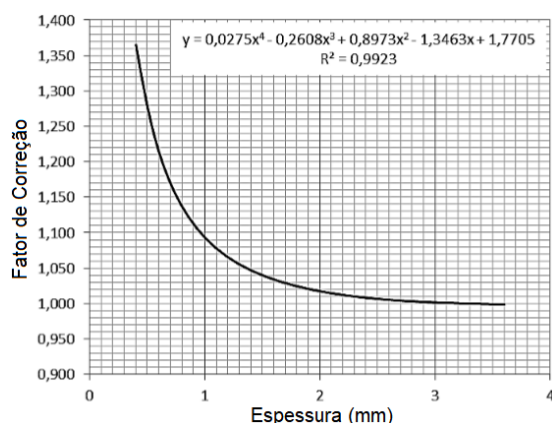


FIG 3.9: Fator de correção para análises de Ferritoscopia em função da espessura das amostras (FEREZIN, J.W., 2016).

3.2.3.3 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

Para as análises de EBSD utilizou-se o Microscópio Eletrônico de Varredura MEV FEG acoplado ao detector de EBSD BRUCKER (FIG 3.10). Os parâmetros do MEV foram alto vácuo, tensão de 30 kV, diâmetro do feixe “spot size” de 5, abertura da lente 6, aumento da imagem em 1000 vezes, inclinação da amostra a 70°, distância de trabalho (WD) ou ponto focal de 20 mm. Quanto ao detector de EBSD sua distância e inclinação foram respectivamente 16 mm e 10,6°. Já os parâmetros para coleta de dados no software de análise CRYSTALLINE foram tempo de exposição 20 s (tempo necessário em cada ponto para adquirir padrão), ganho 96 (aumenta o brilho e o ruído

de fundo e interfere na detecção de bandas, o ideal é abaixo de 100), contraste 0,1% (utilizado apenas para efeitos visuais, não afeta a detecção de bandas, desejado abaixo de 0,5%), enquadramento médio “*frame averaging*” 3 (permite a aquisição de mais de um padrão a partir de um mesmo ponto), tamanho do passo na medida entre 2 e 3 μm em função do incremento de martensita nas amostras.

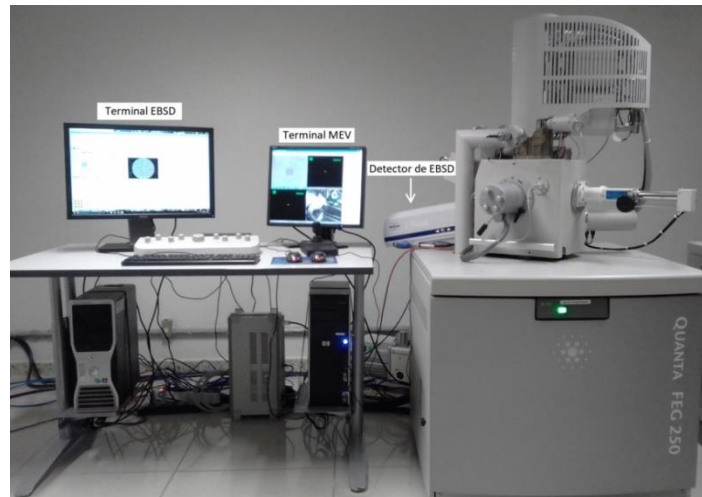


FIG 3.10: Microscópio de varredura acoplado ao detector de EBSD.

Nas análises de EBSD são geradas figuras de polo inversas *Inverse Pole Figure* (IPF) estas fazem conexão entre coordenadas macroscópicas e o sistema de coordenadas cristalográficas, ou seja, são conexões entre eixos da amostra e direções cristalográficas. Como critério de posicionamento das amostras adotou-se a direção transversal destas como (eixo X) paralela à base do detector (eixo X) ao se inclinar a amostra a 70° . Logo, a direção de laminação da amostra ficou paralela à porta do microscópio eletrônico de varredura (FIG 3.11). As análises de EBSD foram realizadas no Instituto Militar de Engenharia.

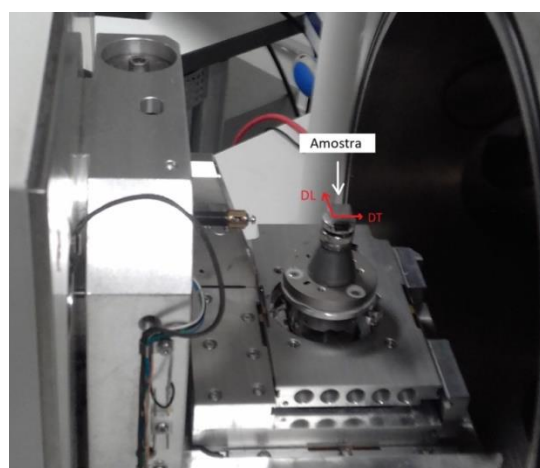


FIG 3.11: Posicionamento da amostra na câmara do MEV para análise de EBSD.

3.2.4 ANÁLISES DE TENSÃO RESIDUAL

3.2.4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

As medidas de tensão residual por difração de raios-X foram realizadas através do difratômetro X'PERT PRO MRD da PANalytical utilizando-se o método geometria *psi* (FIG 3.12). Através deste método realizou-se análise multidirecional de tensão aplicando-se para isto múltiplas direções de *phi* (φ) 0, 45 e 90° e vários ângulos de inclinação da amostra em *psi* (ψ) (26,95; 39,86; 51,71; 65,00; 0; -26,95; -39,86; -51,71 e -65,00°). Ao final da medida foram obtidas 27 varreduras resultantes das 3 direções em *phi* versus 9 inclinações em *psi* (FIG 3.13). A escolha de um maior número de inclinações da amostra leva a uma maior precisão na medida e, desta forma, produz um maior número de pontos para traçar o perfil da tensão residual através de um gráfico (distância interplanar versus sen^2).

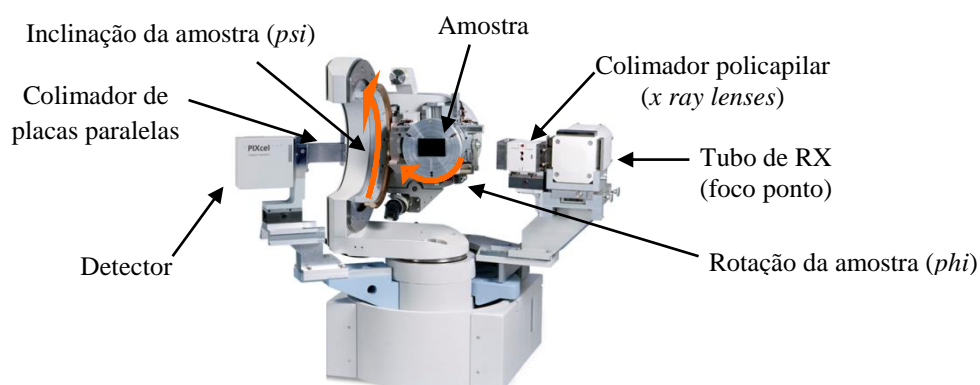


FIG 3.12: Configuração utilizada para a medição de tensão residual por DRX.

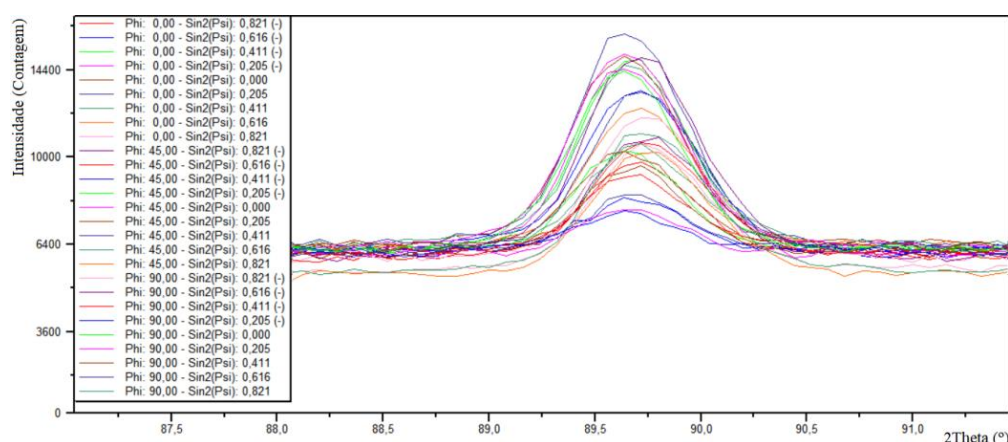


FIG 3.13: Análise multidirecional de tensão residual por DRX resultando em 27 varreduras.

Os parâmetros de análise para cada uma das fases austenita e martensita estão apresentados na TAB 3.7. Em função da área das amostras de aproximadamente 20 mm², utilizou-se abertura da fenda de 4x4° o que resulta em largura e altura máximas irradiadas nas amostras próximas a 17 e 12 mm, quando *psi* igual a 65°.

TAB 3.7: Parâmetros para análise de tensão residual por difração de raios-X.

Fase	2 Theta (°)	Range	Tamanho passo	Tempo passo	Tempo total
Austenita	89	6	0,08	6	3h 24min
Martensita	99	10	0,14	6	3h 13min

Para a realização de análises quantitativas de tensão residual por difração de raios-X é necessário utilizar parâmetros intrínsecos do material como módulo de elasticidade (203 GPa) e coeficiente de Poisson (0,30). Estes foram estimados a partir da amostra como recebida, laminada a quente, utilizando-se a técnica de Excitação por Impulso. O princípio da técnica baseia-se na frequência natural de vibração do corpo de prova, ou seja, frequência de ressonância. O corpo de prova é excitado por impacto causado por um pequeno martelo, este sinal é capturado por um microfone e transmitido a um terminal (FIG 3.14). Desta forma, em poucos minutos são obtidos o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson do material. Foram realizadas 7 medidas nas faces superior e inferior do corpo de prova, o mesmo foi confeccionado com geometria retangular (comprimento 45,10; largura 9,30 e espessura 6,37 mm), conforme manual de operação do equipamento (Manual de Instalação e Operação 2014).

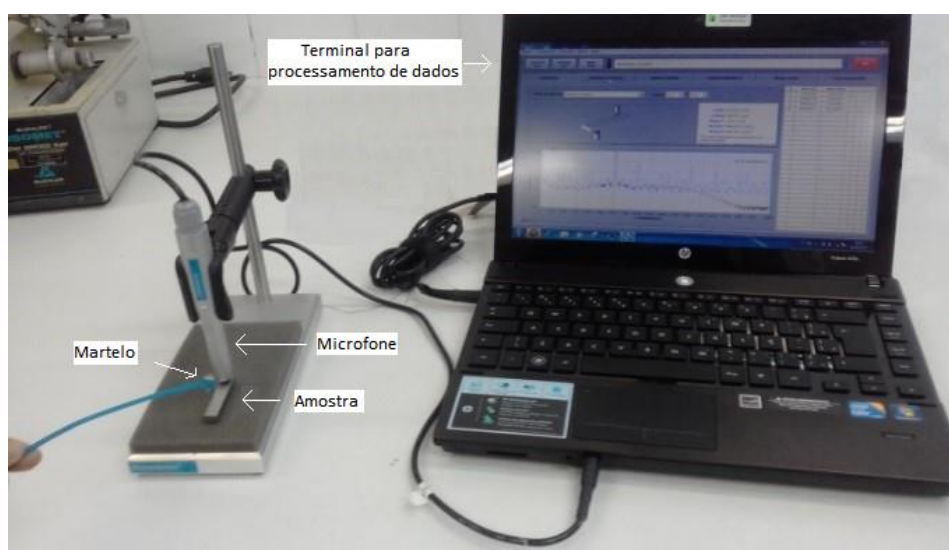


FIG 3.14: Determinação do módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson através da técnica de excitação por impulso

3.2.4.2 ULTRASSOM

As análises de ultrassom foram realizadas utilizando-se o método de birrefringência acústica. O aparato utilizado (FIG 3.15) consistiu em um aparelho de ultrassom convencional EPOCH - 4PLUS, frequência 350 MHz, cuja função destina-se à geração de pulsos e recepção de ecos. Osciloscópio digital RIGOL DS 4032 que permite a visualização de sinais de voltagem em função do tempo e um microcomputador para o processamento dos dados. Os transdutores de onda longitudinal e cisalhante possuíam frequência de 5 e 2,25 MHz, respectivamente, e diâmetro de 12,7 mm. Os mesmos foram fixados às amostras utilizando-se acoplante ultrassônico com a finalidade de expulsar o ar e formar vácuo. Cada amostra foi submetida a um total de 30 medidas de tempo para onda longitudinal, 30 para onda cisalhante em DL e 30 em DT. As análises foram realizadas no Instituto de Engenharia Nuclear (IEN).

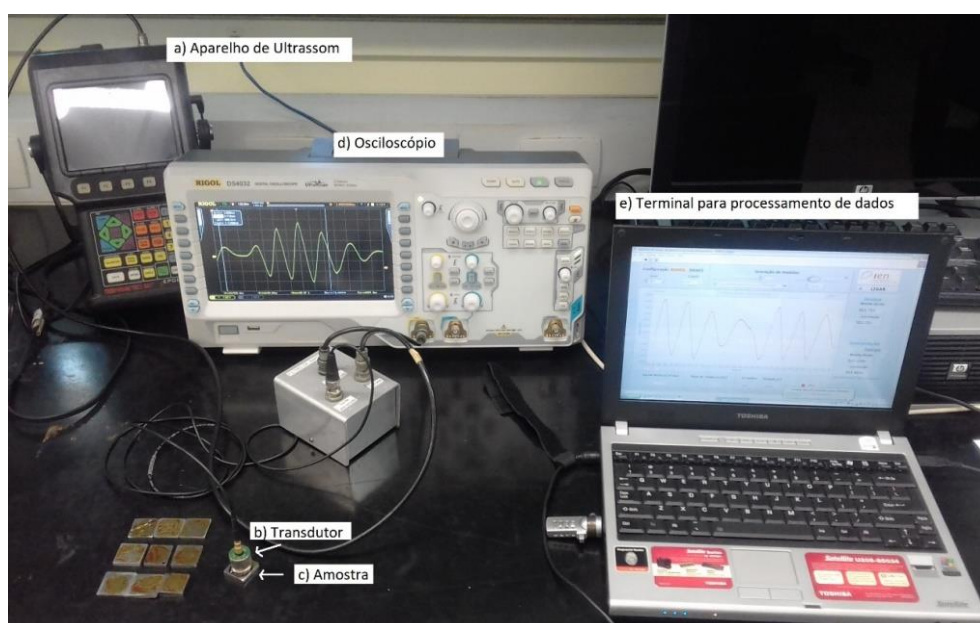


FIG 3.15: Sistema de medição de tensões residuais por ultrassom.

No cálculo de tensão residual por ultrassom é necessário utilizar a constante acustoelástica do material, para isto realizou-se ensaio de à tração temperatura ambiente, 21 °C. O corpo de prova com dimensões de 27 cm de comprimento, 4 cm de largura e 3 mm de espessura foi confeccionado a partir da amostra como recebida laminada a frio/recozida. O ensaio foi realizado em máquina de tração EMIC com célula

de carga de 100 kN (FIG 3.16), as cargas foram aplicadas a cada 500 N até 4000 N, para traçar a curva tensão aplicada *versus* birrefringência acústica dentro do limite de escoamento do material. A partir de 3000 N o material entrou em escoamento, desta forma, a curva foi traçada com cargas de até 3000 N (FIG 3.17). Foram realizadas 30 medidas de tempo da onda cisalhante em DL e DT para cada carga aplicada e para o material em estado recebido sem aplicação de carga. O coeficiente da reta, correspondendo à constante acustoelástica do material foi igual a $9,8357 \times 10^{-7}$.

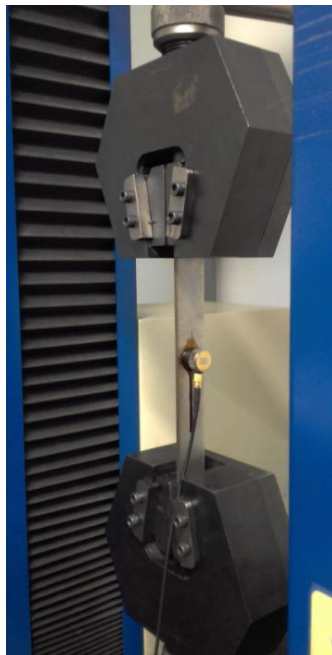


FIG 3.16: Ensaio de tração para determinação da constante acustoelástica por ultrassom.

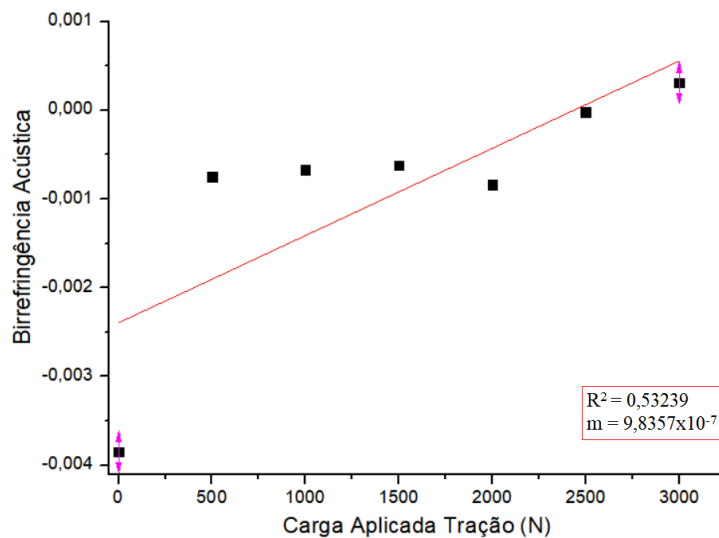


FIG 3.17: Determinação da constante acustoelástica através do coeficiente angular da reta.

4 RESULTADOS

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL RECEBIDO

A partir do aço inoxidável austenítico 304L como recebido nas condições de processamento laminado a quente (LQ) e laminado a frio/recozido (LF/R) foram determinadas algumas características estruturais e propriedades (TAB 4.1): tamanho de grão; quantificação de fases; quantificação de tensão residual; estimativa da energia de falha de empilhamento (EFE) e das temperaturas M_i e Md_{30} a partir da composição química; realização de ensaios de tração à temperatura ambiente e criogênica para determinação dos limites de escoamento e de resistência à tração e o alongamento útil (FIG 4.1); realização de ensaio de microdureza Vickers, determinação do módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson, apenas da amostra LQ e determinação da constante acustoelástica da amostra LF/R.

TAB 4.1: Características estruturais/propriedades do material em estudo.

Características Estruturais/ Propriedades	LQ (CR_6)	LF/R (CR_3)
Tamanho de grão (μm)	8,99	9,37
Volume α' (%) DRX	0,80	0,50
Volume de α' (%) Ferritoscopia	0,30	0,4
Tensão residual (MPa) γ	-184	-176
Temperatura M_i ($^{\circ}\text{C}$)	-118	-103
Temperatura Md_{30} ($^{\circ}\text{C}$)	39	42
EFE ($\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$) $T_{\text{amb}} / T_{\text{criog}}$	15,03 / 8,14	14,76 / 7,87
σ_e (MPa) $T_{\text{amb}} / T_{\text{criog}}$	280 / 340	240 / 320
σ_R (MPa) $T_{\text{amb}} / T_{\text{criog}}$	623 / 1.136	583 / 1.037
Alongamento total (%) $T_{\text{amb}} / T_{\text{criog}}$	57 / 37	50 / 30
Microdureza Vickers (HV)	322	223
Módulo Elasticidade (E)	203	---
Coeficiente Poisson (ν)	0,30	---
Constante Acustoelástica	---	$9,8 \times 10^{-7}$

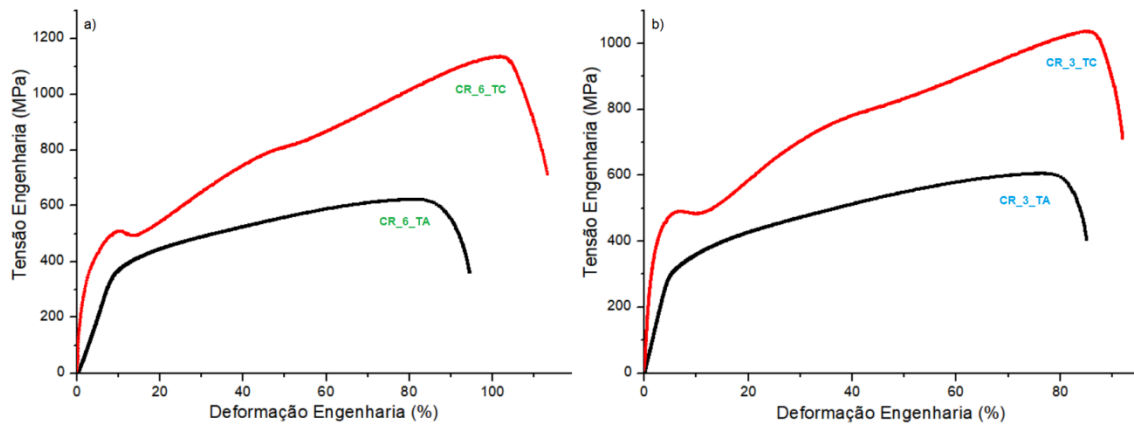


FIG 4.1: Curvas tensão *versus* deformação em temperatura ambiente e criogênica nas condições laminado a quente (a) e laminado a frio/recozido (b).

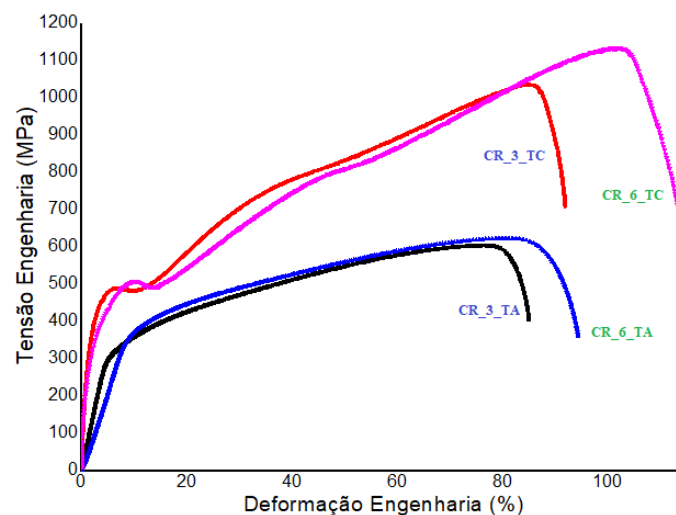


FIG 4.2: Curvas sobrepostas dos ensaios de tração à temperatura ambiente e criogênica nas condições laminado a quente e laminado a frio/recozido.

Com base na Tabela 4.1 e Figuras 4.1 e 4.2:

- ✓ O material na condição LQ apresentou menor tamanho de grão em relação ao material LF/R. Os mesmos apresentaram percentuais volumétricos de martensita abaixo de 1% e tensões residuais compressivas, com magnitudes próximas;
- ✓ Em função da composição química do material nas respectivas condições de processamento termomecânico, observou-se maior diferença entre as temperaturas M_i em relação às temperaturas M_{d30} e os valores de energia de falha de empilhamento foram menores em temperatura criogênica;

- ✓ O comportamento mecânico do material nas condições recebidas, LQ e LF/R, foi distinto nos ensaios de tração. Aquele na condição laminado a quente apresentou maiores limite de escoamento e de resistência à tração em relação ao material na condição laminado a frio/recozido, tanto em temperatura ambiente quanto criogênica. O mesmo apresentou menor tamanho de grão em relação aquele na condição LR/F, o que justifica sua maior resistência mecânica;

- ✓ O alongamento total calculado a partir dos corpos de prova, considerando o comprimento útil inicial e final, foi menor nos ensaios realizados à temperatura criogênica, porém graficamente observa-se o oposto (FIG 4.2). Este fato possivelmente está relacionado à deformação dos corpos de prova fora do comprimento útil, pois como observou-se, os mesmos apresentaram deformação próxima às regiões presas nas garras da máquina de tração. Provavelmente os corpos deslizaram durante os ensaios devido à umidade gerada pelo resfriamento em nitrogênio líquido, antes de serem afixados nas garras. O possível deslizamento dos corpos de prova não causou influência nos resultados de tração das amostras com 24 e 47% de deformação. As deformações ocorreram abaixo da formação de estricção do material e verificou-se que os corpos de prova apresentaram o mesmo alongamento após deformação. Isto considerando-se o comprimento inicial e final dos corpos de prova após deformação;

- ✓ Em função da temperatura de realização dos ensaios de tração, a região elástica das curvas tensão-deformação apresentou comportamento distinto e o limite de escoamento do material foi maior nos ensaios em temperatura criogênica (FIG 4.2). Considera-se que houve nucleação e crescimento de martensita assistida por tensão no campo elástico e com isto observou-se distintas regiões lineares, pela mudança de inclinação da curva do limite de escoamento do material, ou seja, no campo elástico;

- ✓ Observou-se maior microdureza Vickers do material na condição de laminado a quente, esta foi de 322 HV contra a 223 HV do material na condição de laminado a frio/recozido;

- ✓ O módulo de elasticidade do material na condição laminado a quente foi de 203 GPa e o coeficiente de Poisson foi de 0,30. A constante acustoelástica do aço inoxidável 304L laminado a frio/recozido foi de aproximadamente $9,8 \times 10^{-7}$.

4.2 AVALIAÇÃO DA PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

Para estudo da influência dos diferentes tipos de preparação metalográfica como polimento mecânico, químico e eletrolítico sobre análise de fases por difração de raios-X, ferritoscopia e EBSD e análise de tensão residual por difração de raios-X e ultrassom, selecionou-se amostras laminadas à temperatura criogênica e a amostra como recebida. Pois devido ao fato da transformação martensítica ser maximizada à baixa temperatura, foram selecionadas para este tipo de avaliação amostras com percentuais distintos de martensita: amostra com martensita residual (amostra CR_6); amostras com percentuais intermediários e crescentes até atingir 100% de martensita.

4.2.1 ANÁLISE DE FASES ($\gamma \rightarrow \alpha'$)

Os resultados da avaliação de fases através das técnicas de difração de raios-X, Ferritoscopia e EBSD são apresentados a seguir. Na FIG 4.33 apresentam-se os difratogramas da amostra como recebida na condição de laminada a quente (CR_6) e das amostras com reduções de 20, 40, 60 e 80% por laminação criogênica, após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

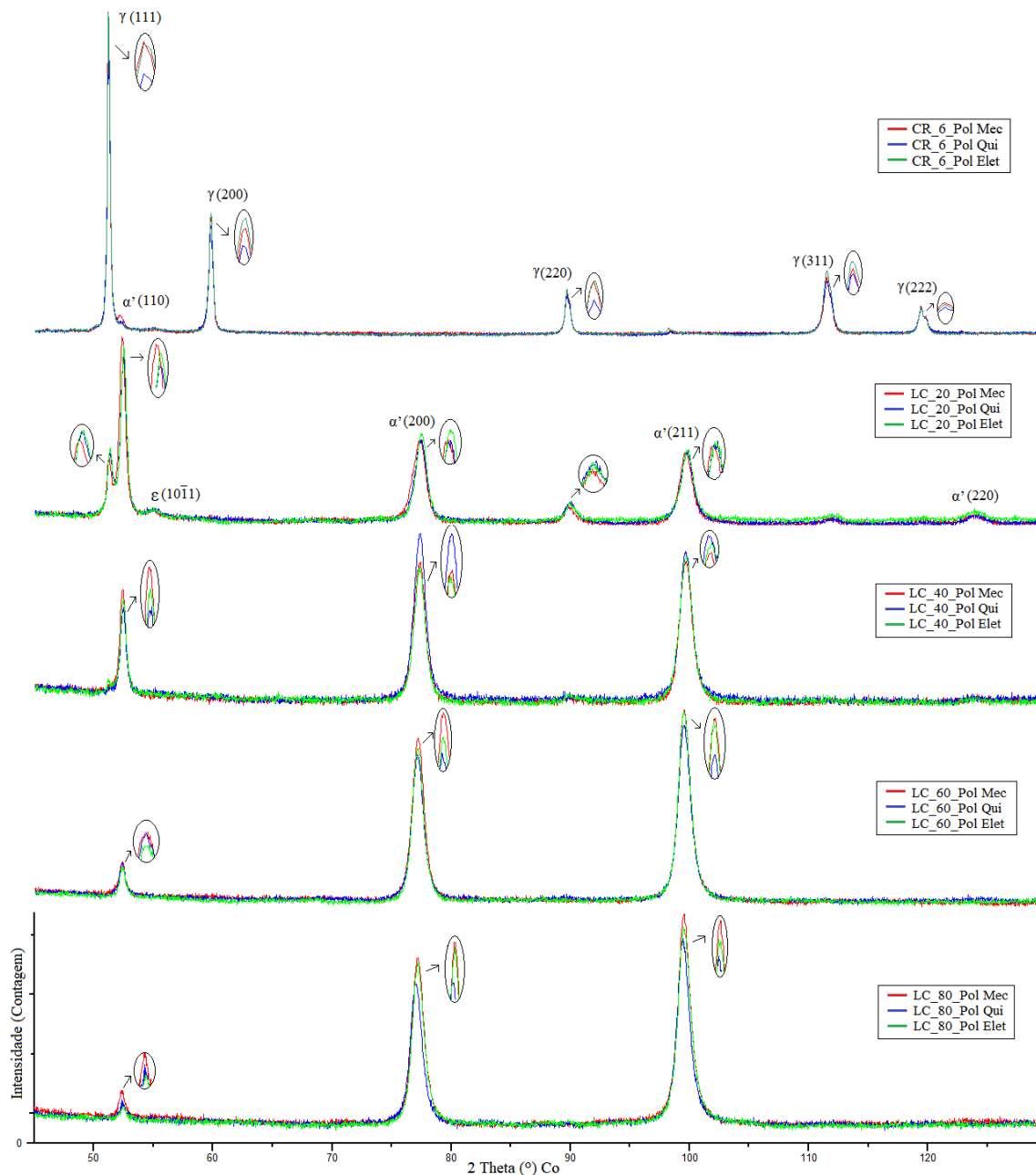


FIG 4.3: Difractogramas após polimento mecânico, químico e eletrolítico da amostra CR_6 e de amostras com 20, 40, 60 e 80% de redução em laminação criogênica.

Em função dos distintos métodos de preparação metalográfica observou-se, de acordo com a FIG 4.3, que houve diferença nas intensidades dos picos de difração de cada fase, austenita e martensita, associados aos planos cristalográficos $\gamma((111), (200), (220), (311), (222))$ e $\alpha'((110), (200) \text{ e } (211))$. Como pode ser verificado, o comportamento das intensidades dos picos não seguiu uma determinada tendência em função do tipo de polimento, mas através das análises quantitativas por difração de raios-X e Ferritoscopia observou-se pequenas variações nos percentuais volumétricos de fases TABs (4.2 e 4.3). Com a redução de 20% em laminação criogênica houve o

surgimento de um pico de martensita- ϵ correspondente ao plano de difração (10 $\bar{1}$ 1), mas com o incremento da deformação a martensita- ϵ foi suprimida pelo surgimento e crescimento da martensita- α' .

TAB 4.2: Análise quantitativa de fases por difração de raios-X após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Amostra	Pol Mecânico		Pol Químico		Pol Eletrolítico	
	γ (V%)	α' (V%)	γ (V%)	α' (V%)	γ (V%)	α' (V%)
CR_6	97,9	2,1	98,9	1,1	99,2	0,80
LC_20	29,3	70,7	31,7	68,3	34,0	66,0
LC_40	0,0	100,0	0,0	100,0	1,7	98,3
LC_60	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0
LC_80	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0

TAB 4.3: Análise quantitativa de fases por Ferritoscopia após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Amostra	Pol Mecânico		Pol Químico		Pol Eletrolítico	
	γ (V%)	α' (V%)	γ (V%)	α' (V%)	γ (V%)	α' (V%)
CR_6	99,7	0,3	99,7	0,3	99,7	0,3
LC_20	38,3	61,7	38,7	61,3	41,6	58,4
LC_40	26,8	73,2	27,8	72,2	30,0	70,0
LC_60	19,0	81,0	19,1	80,9	19,2	80,8
LC_80	19,0	81,0	19,0	81,0	19,1	80,9

Nas análises de EBSD para estudo da transformação de fases, nesta etapa do trabalho, foram avaliados/testados parâmetros para obtenção de padrões com amostras preparadas via polimento mecânico, químico e eletrolítico. Entre estes, qualidade de detecção de bandas e índice de certeza, que devem ser maiores ou iguais a 7 e 90%, respectivamente, e o *zero solution* que são os pontos não indexados; este quanto mais próximo de zero melhor, mas está relacionado a condições do material em análise e da configuração utilizada. Aqueles que foram testados em certas faixas, para levar a melhores medidas foram: abertura da lente e diâmetro do feixe “*spot size*”; inclinação e distância do detector à amostra; enquadramento médio e tempo de exposição (TAB 4.4). As amostras submetidas às análises de EBSD foram como recebidas nas condições, LQ e LF/R, e amostras laminadas em temperatura criogênica de com reduções de 20 e 80%. Em função dos elevados percentuais de martensita e de deformação plástica não foi possível obter padrão de Kikuchi das amostras laminadas, apenas das amostras no estado como recebido. Os parâmetros de análise testados e aplicados foram:

TAB 4.4: Parâmetros testados nas análises de EBSD.

Parâmetros	Testados	Aplicados
Abertura lente	5 e 6	6
Diâmetro do feixe <i>spot size</i> (μm)	4,0 / 4,5 / 5,0 / 5,5	5,5
Inclinação detector ($^{\circ}$)	10,4 a 10,7	10,6
Distância detector (mm)	17 e 16	16
Enquadramento médio	1 a 3	3
Tempo de exposição (s)	15 e 25	20

As medidas eram iniciadas para qualidade de detecção de bandas superior a 7 e índice de certeza igual ou superior a 90%.

4.2.2 ANÁLISE DE TENSÃO RESIDUAL POR DRX E ULTRASSOM

As análises de tensão residual por difração de raios-X, avaliando-se a preparação metalográfica, foram realizadas na fase austenita em amostras como recebidas, na condição de laminada a quente, e em amostras com reduções de 20 e 40% em laminação criogênica. Estas foram selecionadas para avaliar tensões residuais em amostras com martensita residual e com elevados percentuais desta fase. Porém, em função do alto percentual de martensita nas amostras deformadas não foi possível medir a tensão residual da fase austenita. Realizou-se medida de tensão residual da fase martensita em amostras com 80% de redução em laminação criogênica, que resultaram em microestruturas 100% martensíticas. Os resultados quantitativos de tensão residual da fase austenita e da fase martensita, de amostras como recebidas e de amostras com redução de 80% em laminação, respectivamente, após polimento mecânico, químico e eletrolítico são apresentados na TAB 4.5.

TAB 4.5: Tensão residual da fase γ de amostras CR (LQ) e da fase α' da amostra com redução de 80% em laminação após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Polimento	Amostra	Tensão (MPa) γ	DP (MPa)	Amostra	Tensão (MPa) α'	DP (MPa)
Mecânico	CR_6	-226	13	LC_80	-237	64
Químico	CR_6	-212	13	LC_80	-222	70
Eletrolítico	CR_6	-184	8	LC_80	-154	50

DP: Desvio padrão

Os resultados quantitativos de tensão residual da fase austenita de amostras como recebidas e da fase martensita de amostras com 80% de redução em laminação criogênica apresentaram variações em função das distintas preparações metalográficas (TAB 4.5). Todas as amostras apresentaram estado de tensão compressiva e menor magnitude desta foi observada em amostras com polimento eletrolítico, menor desvio padrão também foi observado nestas amostras.

Foram submetidas à análise de ultrassom, para avaliação da preparação metalográfica, amostras com reduções de 20, 40 e 60% em laminação criogênica apresentando conteúdo elevado de martensita após transformação de fases e a amostra como recebida laminada a quente (CR_6) apresentando martensita residual. Realizou-se medidas de velocidade da onda longitudinal (TAB 4.6), da onda cisalhante em duas direções perpendiculares, direção longitudinal (DL) e transversal (DT) (TAB 4.7) e calculou-se a birrefringência acústica através da velocidade da onda cisalhante nas duas direções perpendiculares (TAB 4.8). Os resultados quantitativos de tensão residual ($\sigma_1 - \sigma_2$) são apresentados na TAB 4.9. Todas as medidas foram realizadas com interpolação. Devido a proximidade de alguns valores os resultados foram submetidos a teste de hipótese em estatística utilizando-se o software Minitab.

TAB 4.6: Velocidade da onda longitudinal em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e CR_6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Amostra	Pol Mecânico V(mm/μs)	Pol Químico V(mm/μs)	Pol Eletrolítico V(mm/μs)
CR_6	2,88	2,84	2,89
LC_20	2,84	2,85	2,84
LC_40	2,82	2,85	2,84
LC_60	2,20	2,31	2,31

TAB 4.7: Velocidade da onda cisalhante em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e em amostra CR 6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Amostra	Pol Mecânico V(mm/μs)		Pol Químico V(mm/μs)		Pol Eletrolítico V(mm/μs)	
	DL	DT	DL	DT	DL	DT
CR	1,57	1,56	1,57	1,56	1,57	1,56
LC_20	1,58	1,54	1,58	1,54	1,59	1,54
LC_40	1,61	1,52	1,63	1,56	1,63	1,53
LC_60	1,81	1,97	1,96	1,79	1,97	1,80

TAB 4.8: Medida de birrefringência acústica em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e em amostra CR 6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Amostra	Pol Mecânico V(mm/μs)	Pol Químico V(mm/μs)	Pol Eletrolítico V(mm/μs)
CR	-0,00124	-0,00119	-0,00047
LC_20	-0,00635	-0,00632	-0,00786
LC_40	-0,01519	-0,01149	-0,01668
LC_60	0,02115	-0,02216	-0,02218

TAB 4.9: Tensão residual por ultrassom em amostras LC com reduções de 20, 40 e 60% e em amostra CR 6 após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Amostra	Pol Mecânico ($\sigma_1 - \sigma_2$) MPa	Pol Químico ($\sigma_1 - \sigma_2$) MPa	Pol Eletrolítico ($\sigma_1 - \sigma_2$) MPa
CR	-2,942	-2,942	-2,941
LC_20	-2,947	-2,947	-2,949
LC_40	-2,956	-2,952	-2,957
LC_60	-2,919	-2,963	-2,963

Através das análises de ultrassom observou-se que algumas amostras apresentaram os mesmos valores nas medidas de velocidade das ondas longitudinal (TAB 4.6) e cisalhante (TAB 4.7), de birrefringência acústica (TAB 4.8) e de tensão residual (TAB 4.9) com as distintas preparações metalográficas via polimento mecânico, químico e eletrolítico. Todas as amostras apresentaram tensão residual compressiva com os distintos polimentos utilizados.

4.3 AVALIAÇÃO DO EFEITO TRIP

4.3.1 ANÁLISE QUANTITATIVA DE FASES POR DRX

Após indução da transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$) por laminação e tração à temperatura ambiente e criogênica realizou-se análise de difração de raios-X para avaliação da evolução da transformação martensítica.

4.3.1.1 TRANSFORMAÇÃO DE FASES INDUZIDA POR LAMINAÇÃO

Os difratogramas das análises realizadas no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC) são apresentados nas FIGs (4.4, 4.5 e 4.6) e (4.7, 4.8 e 4.9), respectivamente. Observou-se evolução da transformação de fases em função do incremento da deformação plástica através das reduções em laminação, onde a redução da intensidade dos picos da fase austenita diminuiu pela inserção e crescimento da fase martensita. Nos difratogramas das amostras de $\frac{1}{4}$ e de $\frac{1}{2}$ espessura FIGs (4.5, 4.6; 4.8 e 4.9) observou-se comportamento semelhante da evolução da transformação martensítica àquela observada no plano das amostras FIGs (4.4 e 4.7). Em laminação criogênica ocorreu transformação de fases total com as amostras de 60 e 80% de redução, obtendo-se 100% de martensita. Os picos de difração associados aos planos austeníticos e martensíticos das transformações de fases em temperatura ambiente e criogênica foram, respectivamente, γ ((111), (200), (220), (311), (222)) e α' ((110), (200), (211), (220)) e acrescenta-se o plano (10 $\bar{1}$ 1) da martensita épsilon (ϵ) observada apenas em análise no plano da amostra com 20% de redução em laminação criogênica. O quantitativo de fases obtido através do método de Rietveld no plano, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura das amostras é apresentado nas TABs (4.10 e 4.11) e mostrou variação do percentual volumétrico de martensita do plano à meia espessura das amostras.

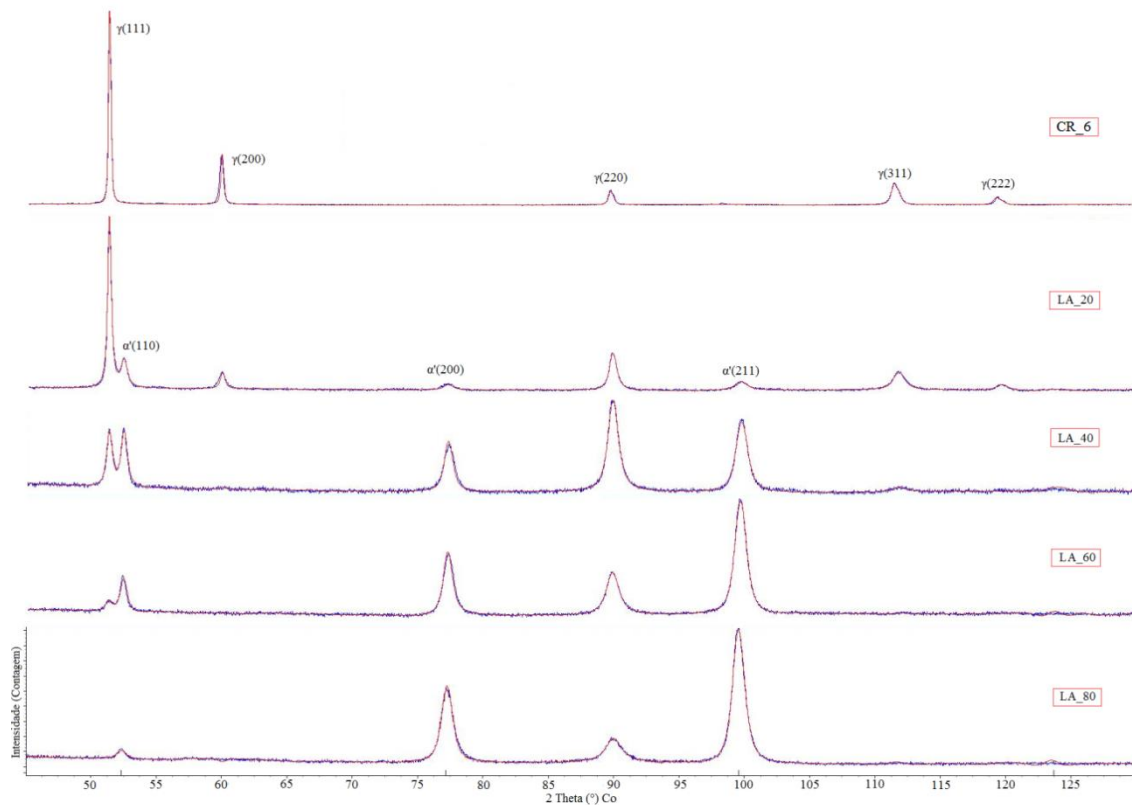


FIG 4.4: Difratogramas das análises no plano das amostras laminadas à temperatura ambiente (LA) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

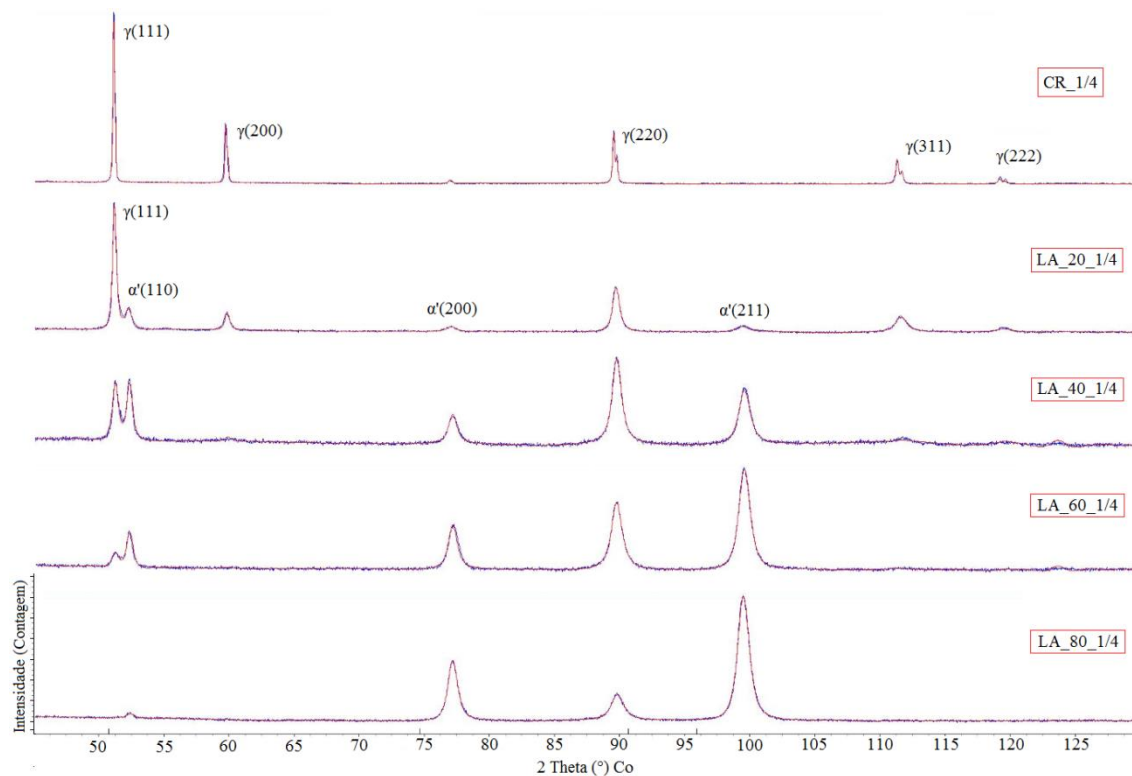


FIG 4.5: Difratogramas das amostras com 1/4 de espessura laminadas à temperatura ambiente (LA) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

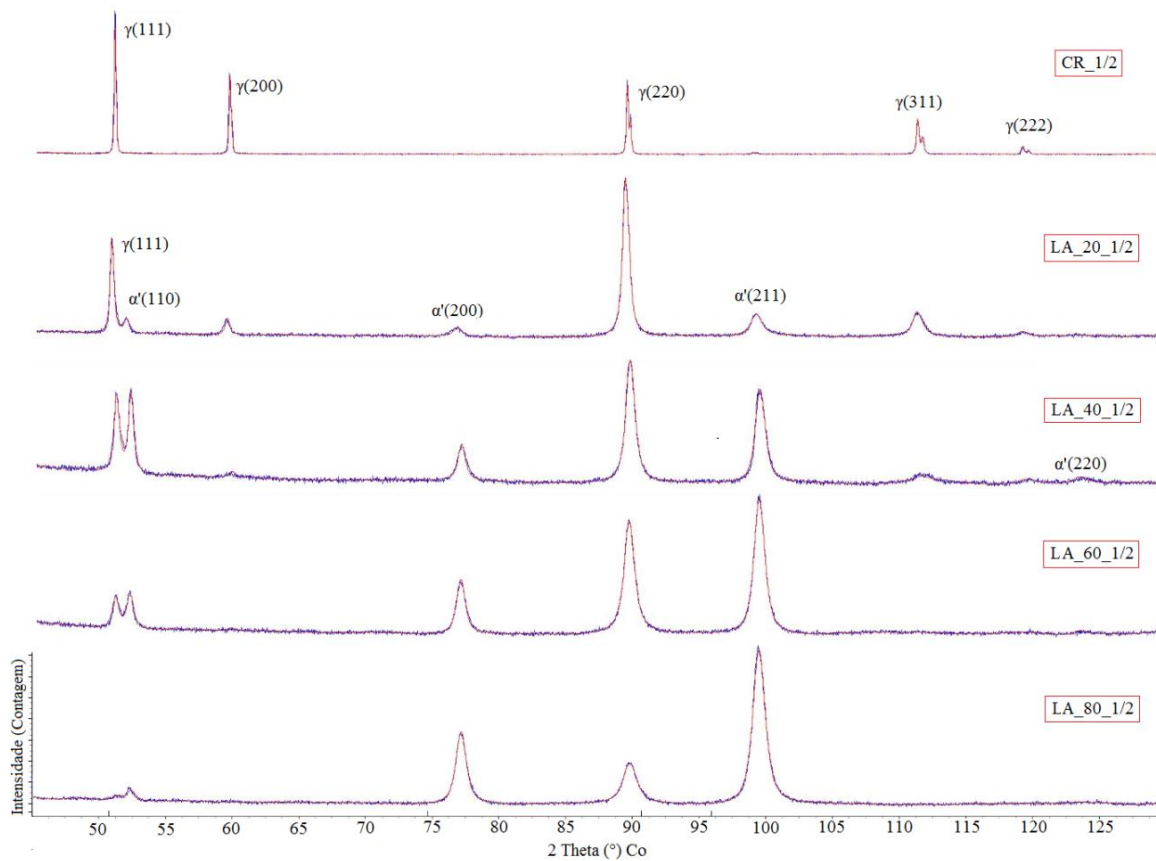


FIG 4.6: Difratomogramas das amostras com 1/2 espessura laminadas à temperatura ambiente (LA) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

TAB 4.10: Análise quantitativa de fases por DRX no plano da chapa, a 1/4 e 1/2 espessura após laminação à temperatura ambiente (LA).

Amostra	Plano da Chapa			1/4 Espessura Chapa			1/2 Espessura Chapa		
	γ (V%)	α' (V%)	GOF	γ (V%)	α' (V%)	GOF	γ (V%)	α' (V%)	GOF
CR_6	99,2	0,8	1,22	99,2	0,8	1,78	99,1	0,9	1,28
LA_20	65,2	34,8	1,47	67,9	32,1	1,52	76,9	24,1	1,28
LA_40	59,6	40,4	1,32	61,3	38,7	1,31	67,7	32,3	1,33
LA_60	41,4	58,6	1,24	46,0	54,0	1,29	48,3	51,7	1,15
LA_80	4,1	95,9	1,33	12,0	88,0	1,20	21,5	78,5	1,18

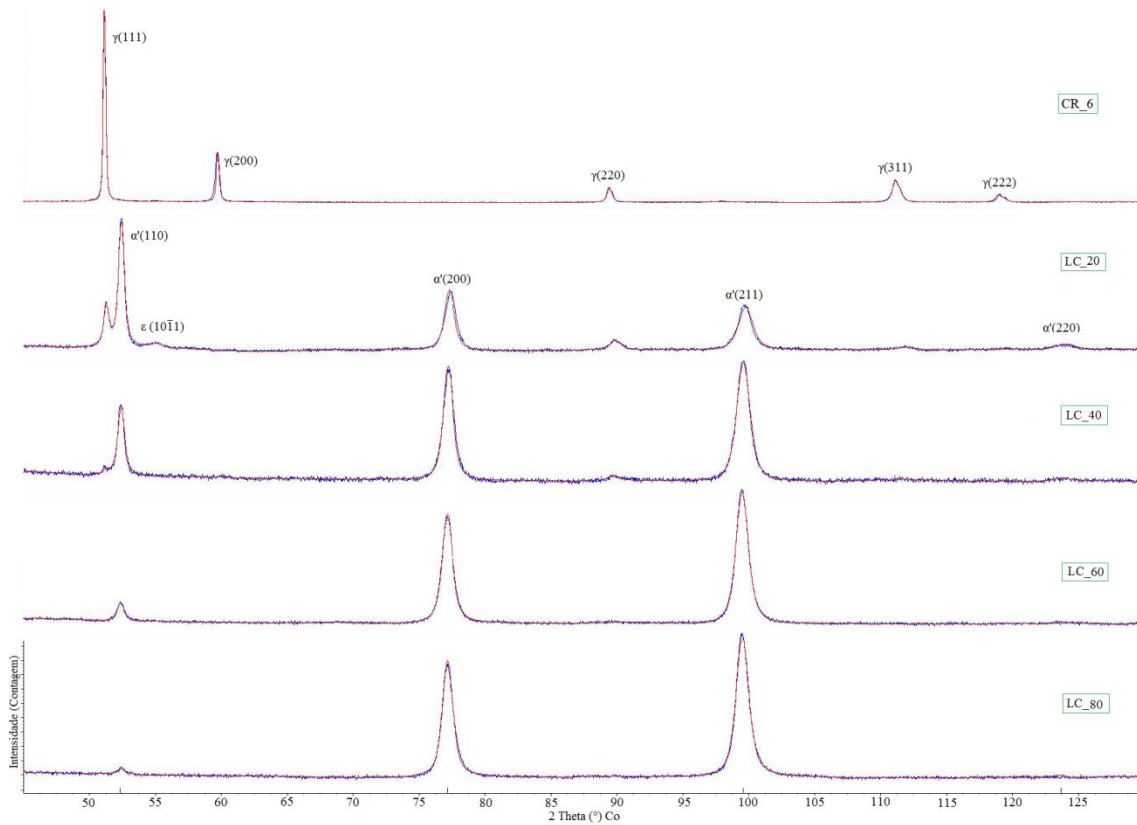


FIG 4.7: Difratomogramas das análises no plano das amostras laminadas à temperatura criogênica (LC) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

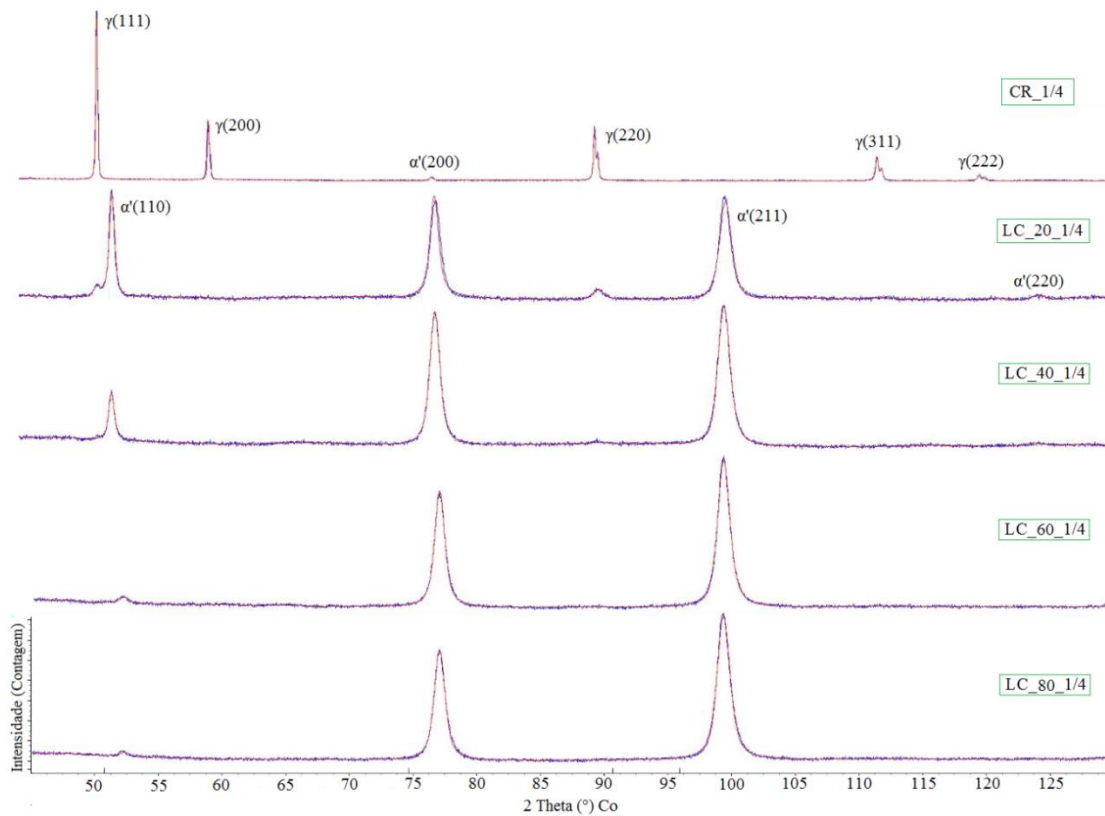


FIG 4.8: Difratomogramas das amostras com $1/4$ espessura laminadas à temperatura criogênica (LC) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

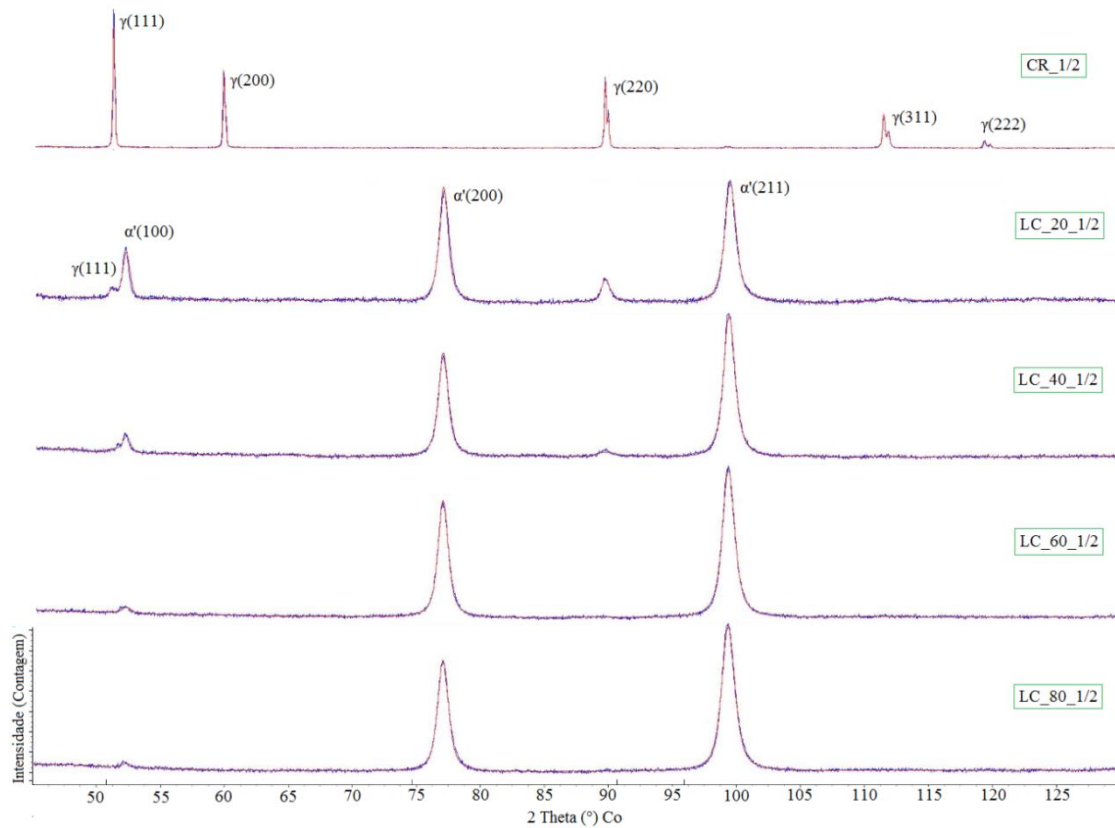


FIG 4.9: Difratogramas das amostras com 1/2 espessura laminadas à temperatura criogênica (LC) com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

TAB 4.11: Análise quantitativa de fases por DRX no plano da chapa, a 1/4 e 1/2 espessura após laminação à temperatura criogênica (LC).

Amostra	Plano da Chapa			1/4 Espessura Chapa			1/2 Espessura Chapa		
	γ (V%)	α' (V%)	GOF	γ (V%)	α' (V%)	GOF	γ (V%)	α' (V%)	GOF
CR_6	99,2	0,8	1,22	99,2	0,8	1,78	99,1	0,9	1,28
LC_20	34,0	66,0	1,88	11,2	88,8	1,70	5,3	94,7	1,22
LC_40	1,7	98,3	1,31	1,5	98,5	1,26	1,4	98,6	1,29
LC_60	0,0	100,0	1,27	0,0	100,0	1,28	0,0	100,0	1,32
LC_80	0,0	100,0	1,34	0,0	100,0	1,36	0,0	100,0	1,25

Avaliou-se a indução da transformação martensítica atérmica em temperatura criogênica (FIG 4.10). Material recozido com microestrutura 100% austenítica foi colocado em nitrogênio líquido (N.L) por 20 minutos, para estabilização da temperatura. O recozimento foi realizado em forno de bancada, FDG_3PS, a 900 °C por 2 horas com taxa de aquecimento de 5°C/min e resfriamento no forno. Como observado (FIG 4.10) ocorreu uma pequena transformação de fases com surgimento de um pico de martensita- α' , cujo plano de difração é (211).

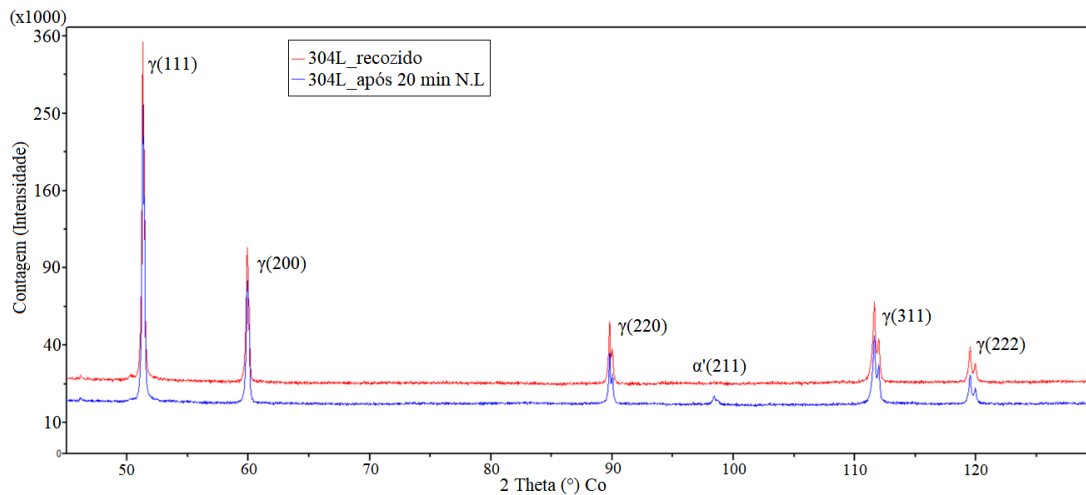


FIG 4.10: Transformação martensítica atérmica.

4.3.1.2 TRANSFORMAÇÃO DE FASES INDUZIDA POR TRAÇÃO

A transformação martensítica induzida por tração uniaxial, à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC), com deformações de engenharia de 24 e 47% foi avaliada no plano da chapa, a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura. Foram submetidas ao ensaio de tração amostras na condição recebida laminada a quente (LQ) com 6 mm de espessura e laminada a frio/recozida (LF/R) esta com espessura de 3mm para avaliar possível influência do processamento termomecânico prévio na transformação de fases.

Os resultados da transformação martensítica em temperatura ambiente do aço TRIP 304L nas condições LQ e LF/R são apresentados nas FIGs(4.11, 4.12 e 4.13) e (4.14, 4.15 e 4.16), respectivamente e a quantificação de fases é apresentada nas TABs (4.12 e 4.13). Nas FIGs (4.17, 4.18 e 4.19) e (4.20, 4.21 e 4.22) apresentam-se os difratogramas da transformação martensítica em temperatura criogênica do material nas condições LQ e LF/R, respectivamente e o quantitativo de fases é apresentado nas TABs (4.14 e 4.15). Assim como em laminação, os resultados mostraram evolução da transformação martensítica em função do incremento das deformações e os planos difratados de cada fase corresponderam a $\gamma((111), (200), (220), (311), (222))$ e $\alpha'((110), (200), (211), (220))$, respectivamente.

Observou-se a presença da fase martensita- ϵ , plano de difração $(10\bar{1}1)$, nas amostras com 24% de deformação à temperatura ambiente nas condições LQ e LF/R. A amostra LQ apresentou esta fase nas análises realizadas no plano e a meia espessura FIGs (4.11 e 4.13) e a amostra LF/R à meia espessura (FIG 4.16). Em temperatura

criogênica observou-se a presença de martensita épsilon em maior número de análises: plano, ¼ e ½ espessura da amostra LQ com 24% de deformação FIGs (4.17 a 4.19); plano da amostra LQ com 47% de deformação e indicativo desta fase nas análises a ¼ e ½ espessura dessa amostra FIGs (4.17 a 4.19); amostra LF/com 24% de deformação análise a ¼ e ½ espessura FIGs (4.21 e 4.22).

Em função dos resultados obtidos houve transformação martensítica mais intensa do material em condição de laminado a frio/recozido tanto em temperatura ambiente quanto criogênica. A temperatura criogênica levou à obtenção de maior conteúdo de martensita em relação à temperatura ambiente. As análises no plano, a ¼ e ½ das amostras indicaram variação no quantitativo de fases, isto para os dois grupos de amostras em estudo.

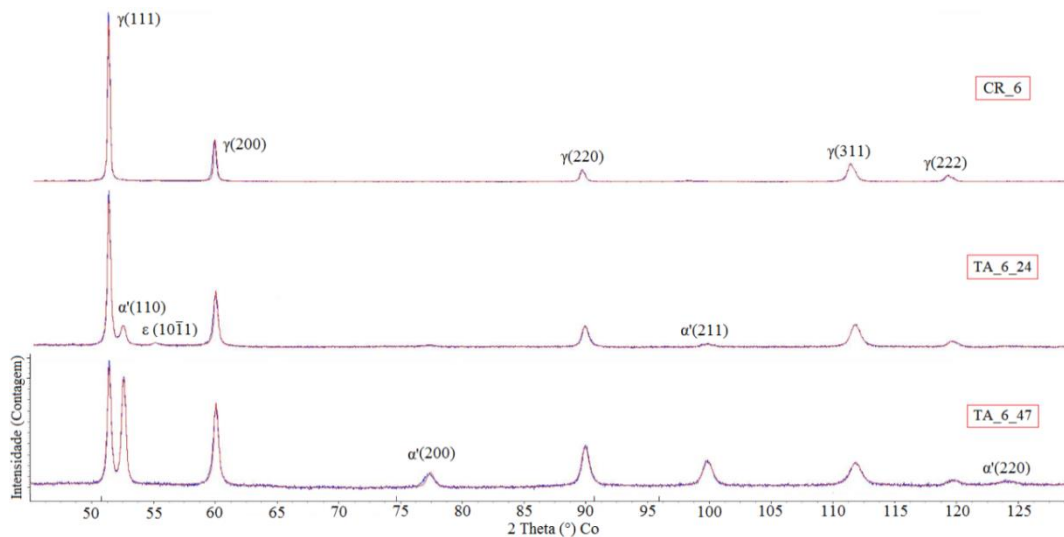


FIG 4.11: Difratomogramas das análises no do plano das amostras LQ tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.

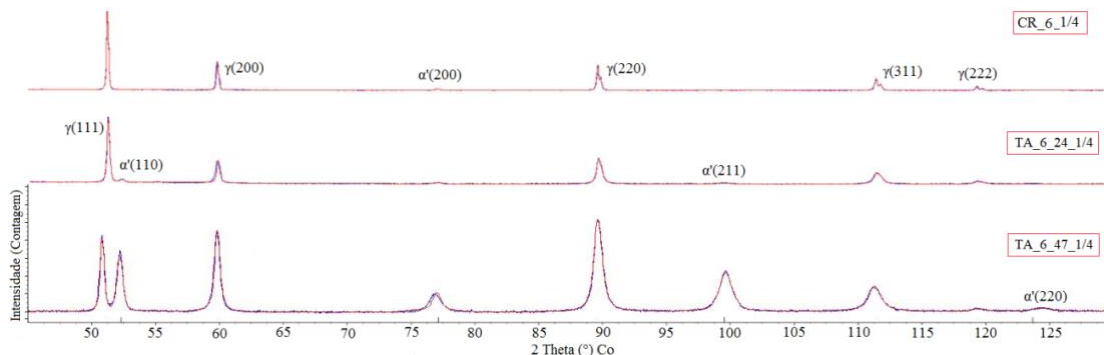


FIG 4.12: Difratomogramas das amostras LQ (¼ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.

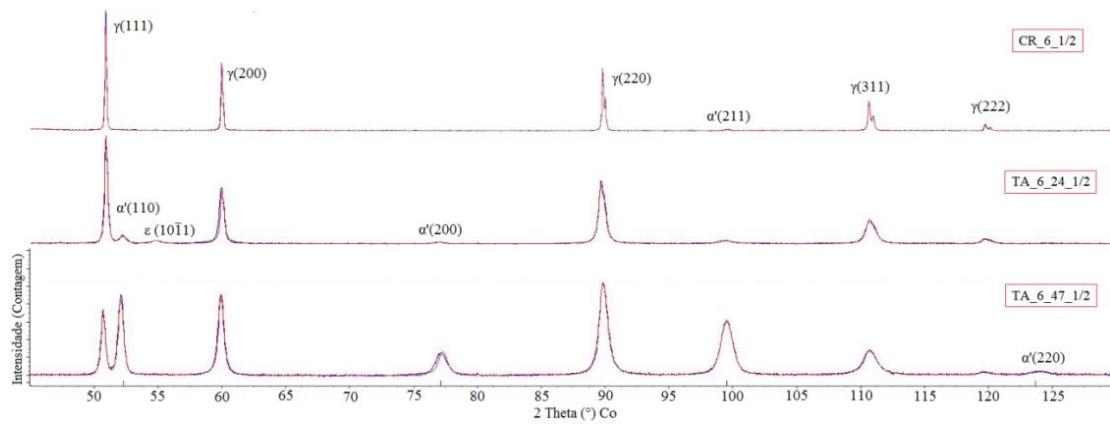


FIG 4.13: Difractogramas das amostras LQ (1/2 espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.

TAB 4.12: Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a 1/4 e 1/2 espessura das amostras LQ tracionadas à temperatura ambiente (TA).

Amostra	Plano Amostra			1/4 Espessura Amostra			1/2 Espessura Amostra		
	γ(V%)	α'(V%)	GOF	γ(V%)	α'(V%)	GOF	γ(V%)	α'(V%)	GOF
CR_6	99,2	0,8	1,22	99,2	0,8	1,78	99,1	0,9	1,78
TA_6_24	91,8	8,2	1,28	95,4	4,6	1,63	95,9	4,1	2,07
TA_6_47	66,1	33,9	1,33	69,9	30,1	1,67	75,5	24,5	2,05

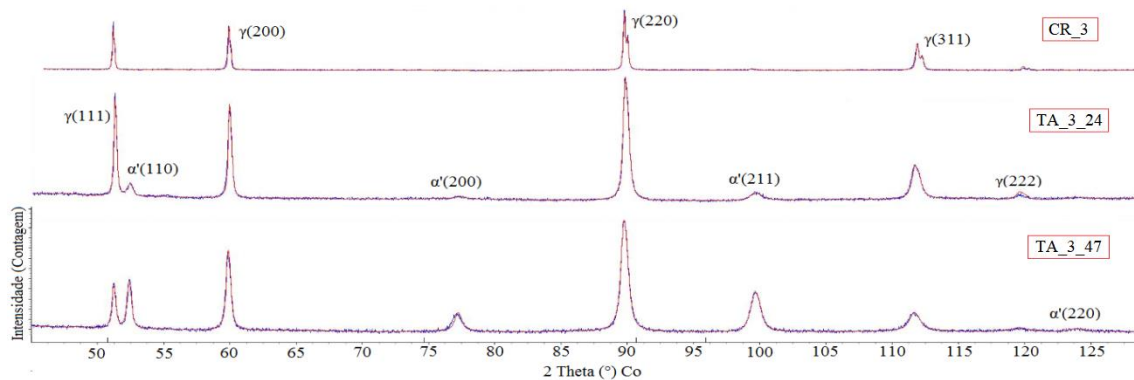


FIG 4.14: Difratomogramas do plano das amostras de 3 mm tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.

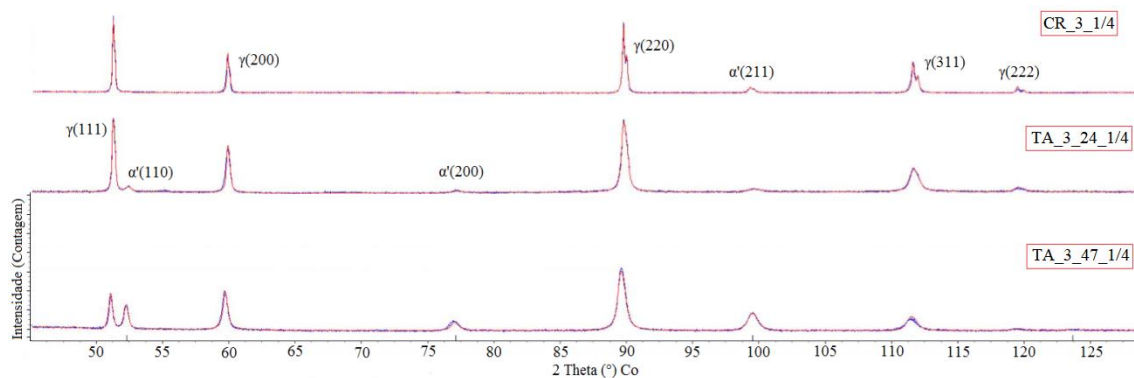


FIG 4.15: Difratomogramas das amostras LF/R (¼ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.

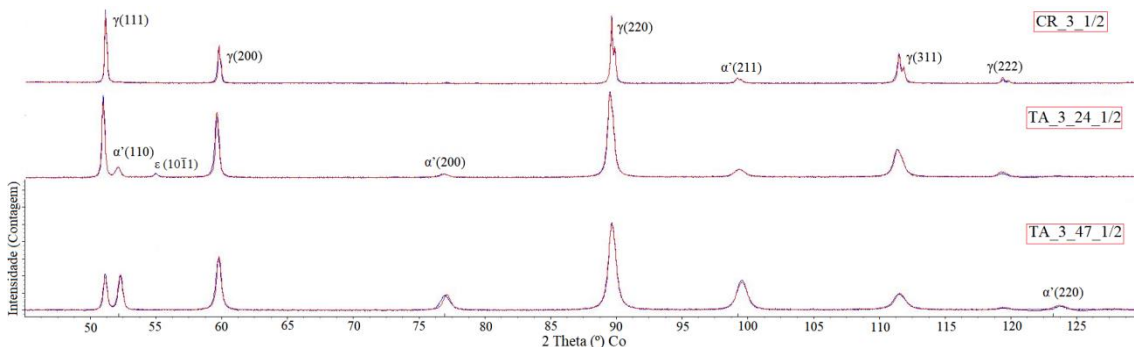


FIG 4.16: Difratomogramas das amostras LF/R (½ espessura) tracionadas à temperatura ambiente (TA) com deformações de 24 e 47%.

TAB 4.13: Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a ¼ e ½ espessura das amostras LF/R tracionadas à temperatura ambiente (TA).

Amostra	Plano Amostra			¼ Espessura Amostra			½ Espessura Amostra		
	γ (V%)	α' (V%)	GOF	γ (V%)	α' (V%)	GOF	γ (V%)	α' (V%)	GOF
CR_3	99,5	0,5	1,25	98,6	1,4	1,23	97,9	2,1	1,23
TA_3_24	85,5	14,5	1,52	93,3	6,7	1,37	93,7	6,3	2,07
TA_3_47	61,5	38,5	1,42	64,3	35,7	1,56	72,3	27,7	2,02

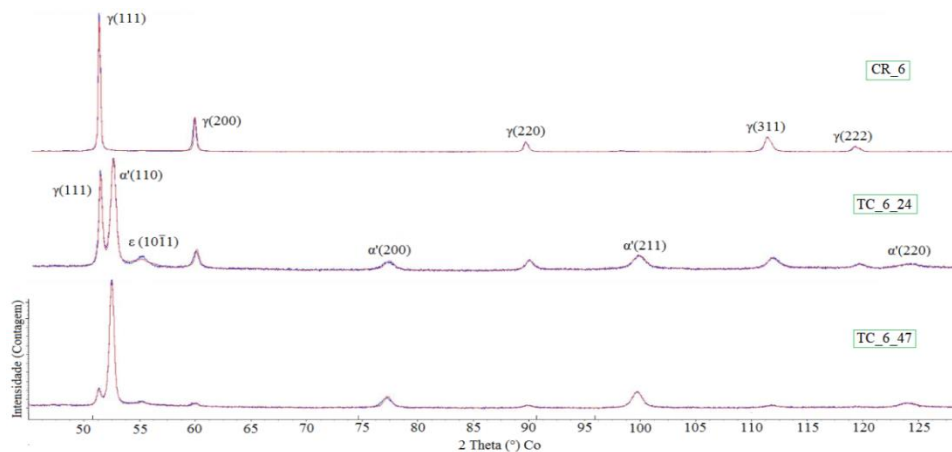


FIG 4.17: Difratomogramas das análises no plano das amostras LQ tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.

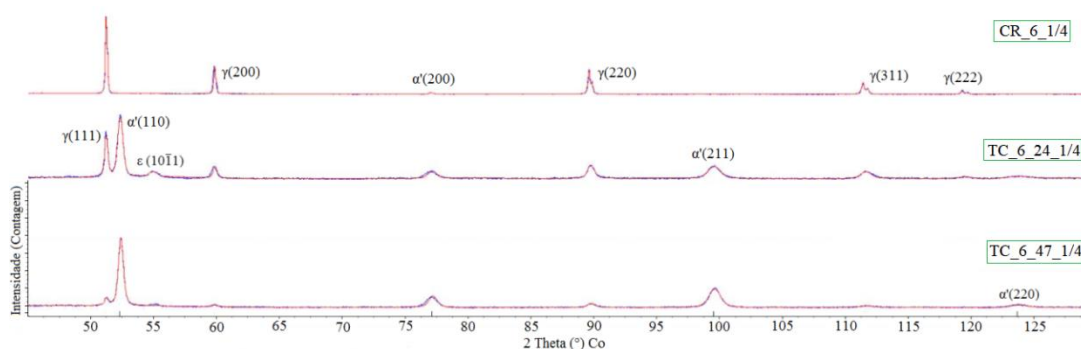


FIG 4.18: Difratomogramas das amostras LQ (1/4 espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.

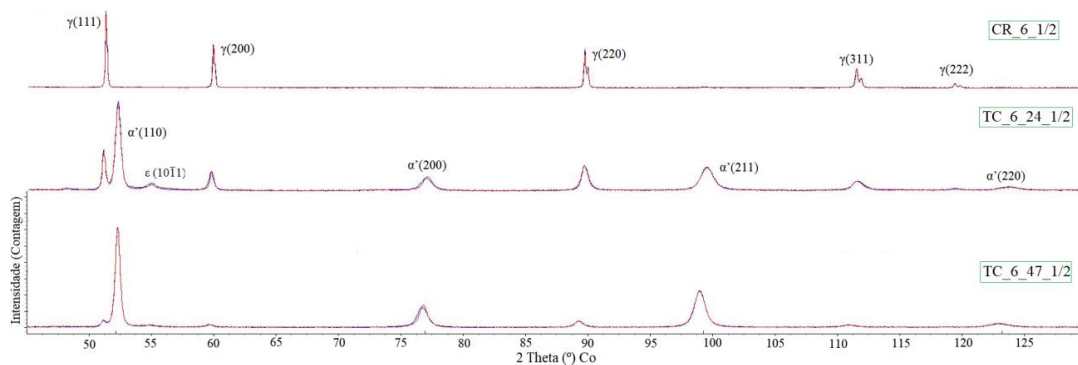


FIG 4.19: Difratomogramas das amostras LQ (1/2 espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.

TAB 4.14: Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a 1/4 e 1/2 espessura das amostras LQ tracionadas à temperatura criogênica (TC).

Amostra	Plano Amostra			1/4 Espessura Amostra			1/2 Espessura Amostra		
	γ(V%)	α'(V%)	GOF	γ(V%)	α'(V%)	GOF	γ(V%)	α'(V%)	GOF
CR_6	99,2	0,8	1,76	99,2	0,8	1,78	99,1	0,9	1,28
TC_6_24	31,8	68,2	1,37	37,7	62,3	1,42	38,1	61,9	2,07
TC_6_47	14,7	85,3	1,69	17,8	82,2	1,90	21,4	78,6	1,91

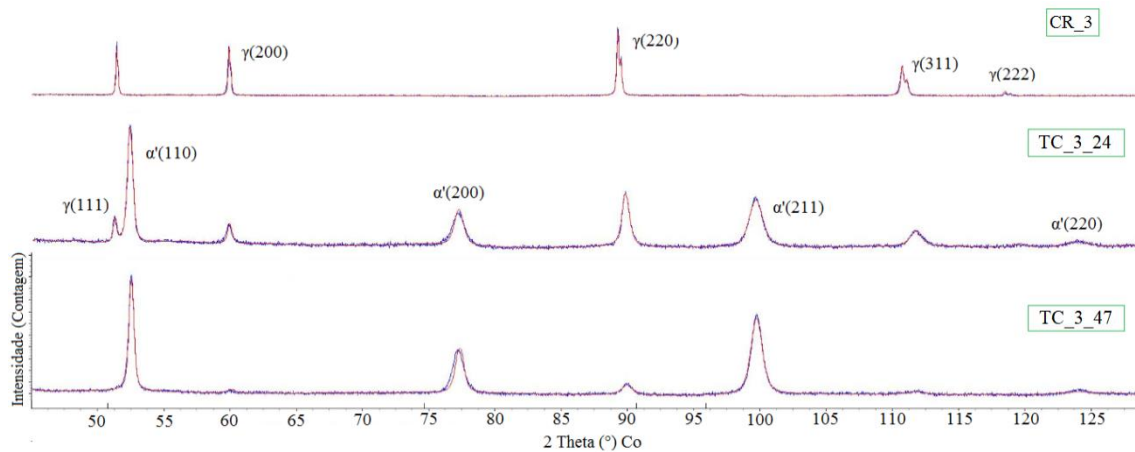


FIG 4.20: Difratomogramas das análises no plano das amostras LF/R tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.

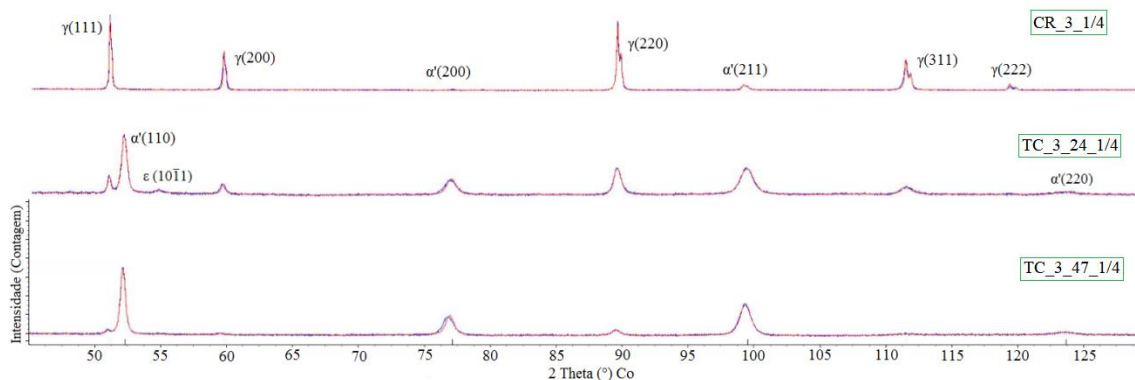


FIG 4.21: Difratomogramas das amostras LF/R (¼ espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.

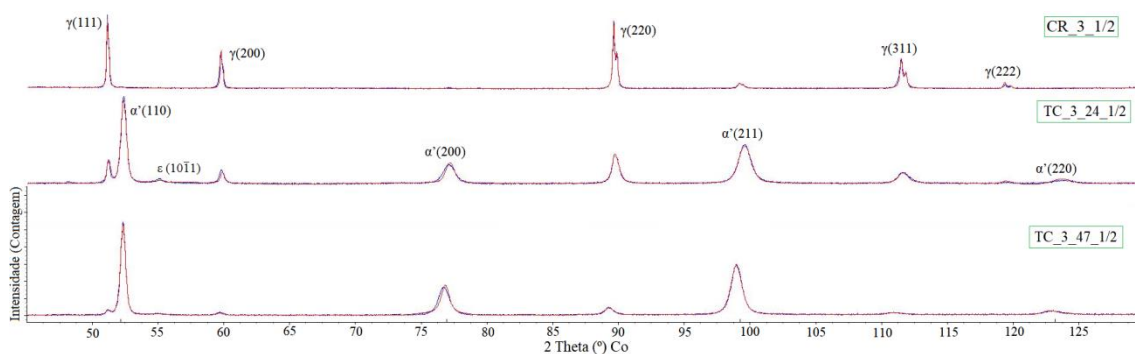


FIG 4.22: Difratomogramas das amostras LF/R (½ espessura) tracionadas à temperatura criogênica (TC) com deformações de 24 e 47%.

TAB 4.15: Análise quantitativa de fases por DRX no plano, a ¼ e ½ espessura das amostras LF/R tracionadas à temperatura criogênica (TC).

Amostra	Plano Amostra			¼ Espessura Amostra			½ Espessura Amostra		
	γ(V%)	α'(V%)	GOF	γ(V%)	α'(V%)	GOF	γ(V%)	α'(V%)	GOF
CR_3	99,5	0,5	1,25	98,6	1,4	1,23	97,9	2,1	1,23
TC_3_24	21,3	78,7	1,56	23,6	76,4	1,22	24,7	75,3	2,03
TC_3_47	12,4	87,6	1,41	14,3	85,7	1,43	17,8	82,2	2,02

4.3.2 ANÁLISE QUANTITATIVA DE FASES POR FERRITOSCOPIA

Realizou-se quantificação de fases por Ferritoscopia nas amostras submetidas à transformação martensítica por laminação e tração em distintas temperaturas, ambiente e criogênica.

4.3.2.1 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR LAMINAÇÃO

Os resultados quantitativos por Ferritoscopia da transformação martensítica induzida por laminação à temperatura ambiente e criogênica são apresentados nas TABs (4.16 e 4.17). As análises foram realizadas em distintas seções das amostras: plano; ¼ e ½ espessura.

TAB 4.16: Análise quantitativa de fases por Ferritoscopia das amostras LQ laminadas à temperatura ambiente (TA).

Amostra	Plano Chapa			¼ Espessura Chapa			½ Espessura Chapa		
	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP
CR_6	99,7	0,3	0,00	99,1	0,9	0,00	99,1	0,9	0,00
LA_20	88,6	11,4	0,01	89,3	10,7	0,01	89,6	10,4	0,21
LA_40	63,9	36,1	0,01	64,4	35,6	0,02	64,7	35,3	0,02
LA_60	51,1	48,9	0,02	51,9	48,1	0,03	54,0	46,0	0,03
LA_80	31,2	68,8	0,83	33,3	66,7	0,02	35,9	64,1	0,02

DP: Desvio Padrão

TAB 4.17: Análise quantitativa de fases por Ferritoscopia das amostras LQ laminadas à temperatura criogênica (TC).

Amostra	Plano Chapa			¼ Espessura Chapa			½ Espessura Chapa		
	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP
CR_6	99,9	0,3	0,00	99,1	0,9	0,00	99,1	0,9	0,00
LC_20	41,6	58,4	1,42	41,6	58,4	0,05	34,7	65,3	0,23
LC_40	30,0	70,0	2,17	28,1	71,9	0,11	23,3	76,7	0,19
LC_60	19,2	80,8	0,06	17,9	82,1	0,16	17,1	82,9	0,08
LC_80	19,1	80,9	1,32	17,8	82,2	0,12	17,1	82,9	0,03

As análises quantitativas por Ferritoscopia mostraram que houve transformação de fases mais intensa por laminação em temperatura criogênica e que ocorreu variação volumétrica de martensita do plano à meia espessura das amostras, algumas variações não foram significativas.

4.3.2.2 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR TRAÇÃO

A quantificação de fases por Ferritoscopia da transformação martensítica induzida por tração nas condições laminado a quente e laminado a frio/recozido, à temperatura ambiente é apresentada nas TABs (4.18 e 4.19) e à temperatura criogênica é apresentada nas TABs (4.20 e 4.21).

TAB 4.18: Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LQ tracionadas à T_{ambiente} .

Plano Amostra				¼ Espessura Amostra			½ Espessura Amostra		
Amostra	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP
CR_6	99,7	0,3	0,00	99,1	0,9	0,00	99,1	0,9	0,00
TA_6_24	96,1	3,9	0,03	96,4	3,6	0,00	96,5	3,5	0,00
TA_6_47	81,2	18,8	0,09	84,6	15,4	0,01	85,0	15,0	0,01

TAB 4.19: Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LF/R tracionadas à T_{ambiente} .

Plano Amostra				¼ Espessura Amostra			½ Espessura Amostra		
Amostra	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP
CR_3	99,6	0,4	0,01	98,9	1,1	0,00	98,2	1,8	0,00
TA_3_24	95,6	4,4	0,04	95,6	4,4	0,00	95,8	4,2	0,00
TA_3_47	78,6	21,4	0,21	79,2	20,8	0,02	79,4	20,6	0,03

TAB 4.20: Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LQ tracionadas à $T_{\text{criogênica}}$.

Plano da Chapa				¼ Espessura Chapa			½ Espessura Chapa		
Amostra	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP
CR_6	99,7	0,3	0,00	99,1	0,9	0,00	99,1	0,9	0,00
TC_6_24	59,2	40,8	1,18	62,1	37,9	0,02	64,0	36,0	0,03
TC_6_47	37,6	62,4	0,92	37,7	62,3	0,04	38,0	62,0	0,04

TAB 4.21 Análise de fases por Ferritoscopia das amostras LF/R tracionadas à $T_{\text{criogênica}}$.

Plano da Chapa				¼ Espessura Chapa			½ Espessura Chapa		
Amostra	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP	γ (V%)	α' (V%)	DP
CR_3	99,6	0,4	0,01	98,9	1,1	0,00	98,2	1,8	0,00
TC_3_24	58,6	41,4	0,43	58,6	41,4	0,03	59,7	40,3	0,03
TC_3_47	35,5	64,5	1,00	35,6	64,4	0,13	38,9	62,1	0,04

Com base nos resultados, houve incremento do volume de martensita em função do acréscimo percentual da deformação em tração e este se intensificou em temperatura criogênica. Assim como verificado nas análises por DRX, o material na condição de laminado a frio/recozido foi suscetível à transformação martensítica mais intensa e as

análises mostraram certa variação volumétrica de fases do plano à meia espessura, em algumas amostras esta variação não foi significativa.

4.3.3 ANÁLISE DE FASES POR EBSD

Foram submetidas à análise de fases por EBSD amostras como recebidas, laminada a quente e laminada a frio/recozida FIG 4.23 (a) e (b), amostra submetida à transformação de fases por tração com deformação de 24% FIG 4.23(c) e amostra laminada com redução de 20% FIG 4.23(d). A indução da transformação de fases nestas amostras ocorreu em temperatura ambiente. Em função de elevados percentuais volumétricos de martensita e de deformação plástica não foi possível realizar análise de fases por EBSD nas demais amostras deformadas. Na FIG 4.23 a matriz em azul corresponde à fase austenita, pontos ou regiões em vermelho se referem à martensita e os pontos/regiões escuros correspondem aos pontos não indexados nas análises.

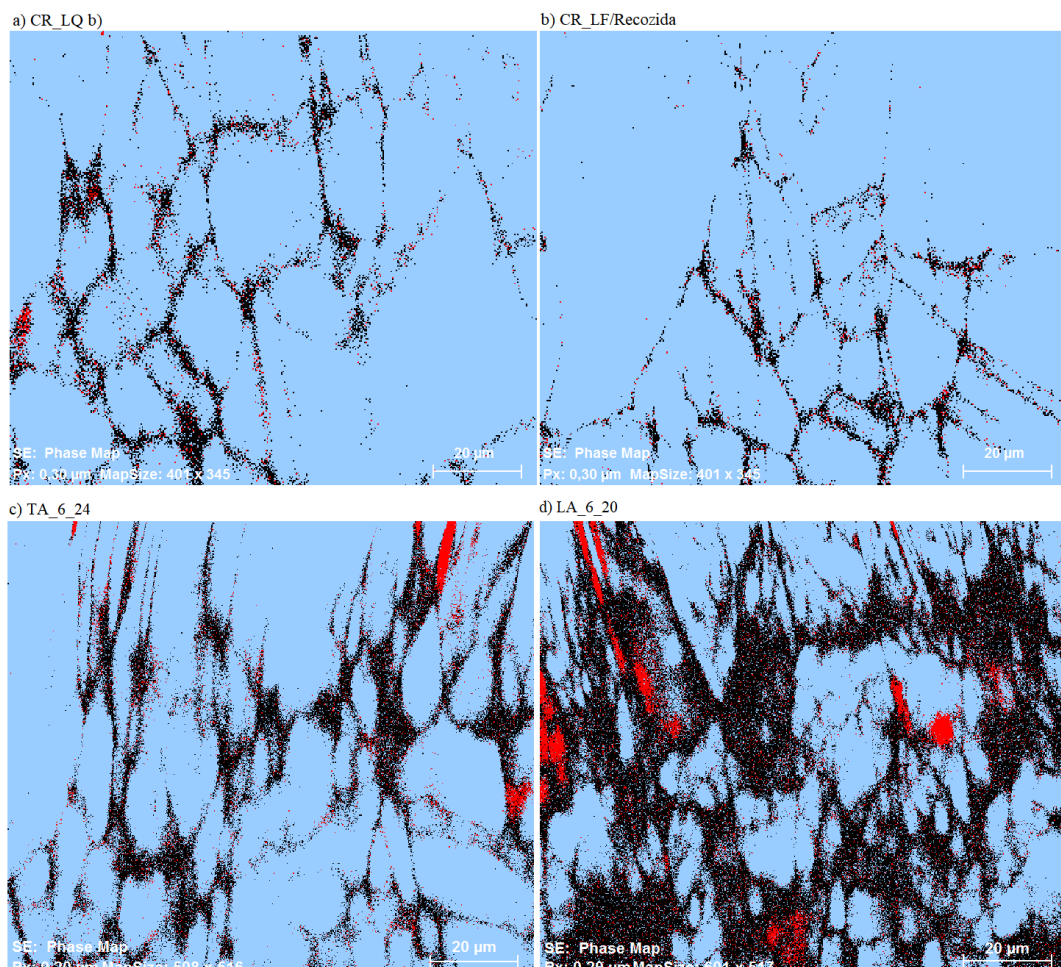


FIG 4.23: Análise de fases por EBSD: a e b) amostras como recebidas, c) amostra com 24% de deformação por tração e d) amostra laminada com 20% de redução.

Em função das microestruturas analisadas, para a obtenção de padrão das amostras deformadas e com maiores percentuais volumétricos de martensita, foi necessário diminuir o tamanho do passo e conseqüentemente aumentar o tempo de análise. Devido a isto, o tempo de total de análise das amostras deformadas excedeu a 5 horas (TAB 4.22).

TAB 4.22: Parâmetros das análises de EBSD.

Amostra	α' (V%) DRX	Tamanho Passo (μm)	Tempo Análise
CR_3	0,5	0,3	2h 19 min
CR_6	0,8	0,3	2h 19 min
TA_6_24	8,2	0,2	5h 10 min
LA_20	34,8	0,2	5h 12 min

Como observa-se na FIG 4.23 foram identificados pontos/regiões de martensita nas amostras analisadas e o percentual de pontos não indexados foi maior para as amostras deformadas e com maiores percentuais de martensita. Estes corresponderam a 16 e 44% para as amostras submetidas à transformação de fases por tração e laminação, respectivamente. Na etapa de calibração de cada amostra foram identificadas bandas de austenita e de martensita e para indexação foram inseridas fichas com as respectivas informações cristalográficas de cada fase.

Por EBSD determinou-se o tamanho de grão das amostras como recebidas através da média ponderada do número de grãos. A amostra como recebida na condição laminada a quente apresentou tamanho de grão igual a 8,99 μm e aquela na condição de laminada a frio/recozida 9,37 μm (FIG 4.24).

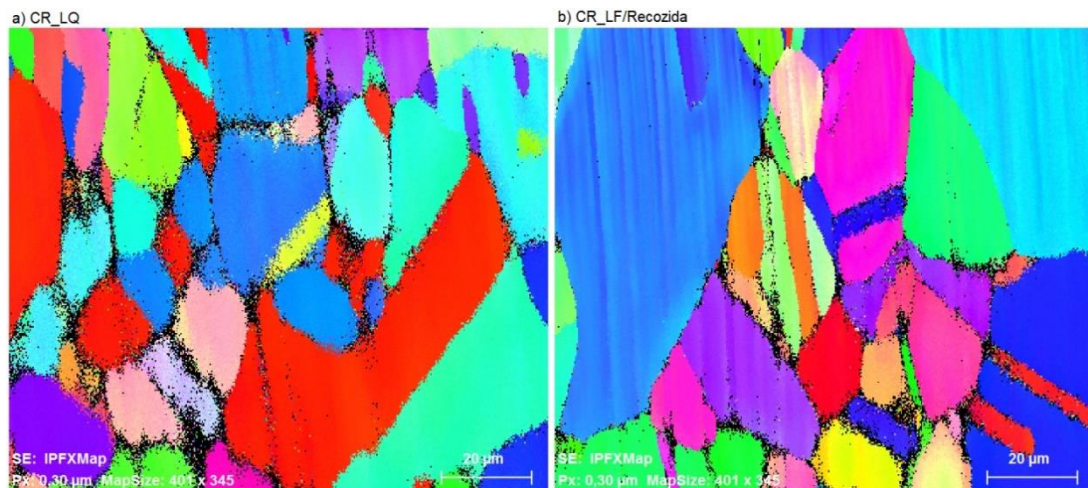


FIG 4.24: Mapa de grãos amostras como recebidas.

4.3.4 ANÁLISE DE TENSÃO RESIDUAL POR DRX

Realizou-se análise de tensão residual por difração de raios-X em amostras como recebidas, LQ e LF/R (TAB 4.23), em amostras submetidas à transformação de fases induzida por laminação à temperatura ambiente (FIG 4.24) e criogênica (FIG 4.25) e por tração à temperatura ambiente (FIG 4.26). Em função do volume de martensita presente nestas amostras, realizou-se medida de tensão residual da fase austenita ou da fase martensita. Em amostras com percentual de martensita de até 35% só foi possível medir tensão residual da fase austenita (acima desse percentual houve muito espalhamento na medida e elevado desvio padrão) e em amostras com volume de martensita maior ou igual a 66% só foi possível medir a tensão residual desta fase (abaixo desse percentual resultava em elevados espalhamento e desvio padrão).

TAB 4.23: Tensão residual da fase γ por DRX das amostras como recebidas.

Amostra	α' (V%) DRX	Tensão (MPa) γ	DP (MPa)
CR_6_Plano	0,8	-184	8
CR_6_¼	0,8	-153	17
CR_6_½	0,9	-98	14
CR_3_Plano	0,5	-176	13
CR_3_¼	1,4	-179	13
CR_3_½	2,1	-196	12

TAB 4.24: Tensão residual por DRX da fase γ (amostra com 20% de redução) e da fase α' (amostra com 80% de redução) após laminação em temperatura ambiente.

Amostra	α' (V%) DRX	Tensão (MPa) γ	DP (MPa)
LA_20_Plano	34,8	-50	23
LA_20_¼	32,1	-78	22
LA_20_½	24,1	-113	23
Amostra	α' (V%) DRX	Tensão (MPa) α'	DP (MPa)
LA_80_Plano	95,9	-180	50
LA_80_¼	88,0	-184	55
LA_80_½	78,5	-209	59

TAB 4.25: Tensão residual da fase α' por DRX das amostras laminadas à temperatura criogênica com 20, 40, 60 e 80% de redução.

Amostra	α' (V%) DRX	Tensão (MPa) α'	DP (MPa)
LC_20_Plano	66,0	307	26
LC_40_Plano	98,3	159	32
LC_60_Plano	100,0	-139	37
LC_80_Plano	100,0	-231	50
LC_20_½	94,7	-70	38
LC_40_½	98,6	-123	60
LC_60_½	100,0	-131	61
LC_80_½	100,0	-163	61

TAB 4.26: Tensão residual da fase γ por DRX de amostras tracionadas à temperatura ambiente com 24% de deformação.

Amostra	α' (V%) DRX	Tensão (MPa) γ	DP (MPa)
TA_6_24_Plano	8,2	-56	24
TA_6_24_½	4,1	-122	23
TA_3_24_Plano	14,5	-47	15
TA_3_24_½	6,3	-177	14

Conforme resultados de tensão residual obtidos por difração de raios-X, as amostras em condição como recebida, LQ e LF/R, apresentaram tensão residual compressiva (TAB 4.23). A amostra LQ apresentou maior magnitude de tensão no plano da chapa e a amostra LF/R apresentou resultado oposto, à meia espessura. As amostras laminadas em temperatura ambiente com reduções de 20 e 80% apresentaram tensão compressiva nas fases austenita e martensita, respectivamente, e maior magnitude da tensão residual foi observada a meia espessura dessas amostras (TAB 4.24). Em função de alguns valores de desvio padrão, a diferença de magnitude da tensão residual em algumas amostras não foi significativa. Nas amostras laminadas em temperatura criogênica só foi possível medir tensão residual da fase martensita devido aos elevados percentuais desta fase (TAB 4.25). As amostras com reduções de 20 e 40% apresentaram tensão trativa no plano, porém a meia espessura encontrou-se tensão compressiva. A meia espessura de todas as amostras verificou-se estado de tensão residual compressiva da fase martensita. O estado de tensão residual da fase austenita encontrado nas amostras submetidas à transformação de fases por tração também foi compressivo no plano e a meia espessura (TAB 4.26). Maiores valores de desvio padrão resultaram das medidas de tensão residual da fase martensita, estas são amostras com elevados percentuais de martensita/níveis de deformação plástica.

4.3.5 ANÁLISE DE TENSÃO RESIDUAL POR ULTRASSOM

Foram submetidas à análise de tensão residual por ultrassom amostras como recebidas, LQ e LF/R, e amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica com reduções de 20, 40 e 60%. Não foi possível realizar medidas de tensão residual em amostras tracionadas à temperatura ambiente e criogênica, devido à área limitante dos corpos de prova, estas foram submetidas apenas a medidas de onda longitudinal TABs (4.27 e 4.28). As medidas de velocidade das ondas longitudinal e cisalhante (DL e DT),

de birrefringência acústica e de tensão residual das amostras laminadas são apresentadas nas TABs (4.29, 4.30, 4.31 e 4.32), respectivamente. Em função de limitação da técnica, não foi possível analisar amostras com 80% de redução em laminação devido à espessura e em amostras de meia espessura com 24 e 47% de deformação na condição LF/R, tracionadas à temperatura criogênica. Houve várias tentativas de análise, mas não houve aquisição satisfatória de sinal.

TAB 4.27: Velocidade da onda longitudinal em amostras LQ e LF/R tracionadas à temperatura ambiente (TA).

Amostra	Plano V(mm/μs)	¼ Espessura V(mm/μs)	½ Espessura V(mm/μs)
CR_6	2,89	2,90	2,87
TA_6_24	2,87	2,79	2,72
TA_6_47	2,88	2,79	2,79
CR_3	2,90	2,92	2,85
TA_3_24	2,97	2,55	2,44
TA_3_47	2,99	2,68	2,45

TAB 4.28: Velocidade da onda longitudinal em amostras LQ e LF/R tracionadas à temperatura criogênica (TC).

Amostra	Plano V(mm/μs)	¼ Espessura V(mm/μs)	½ Espessura V(mm/μs)
CR_6	2,89	2,90	2,87
TC_6_24	2,95	2,77	2,77
TC_6_47	2,95	2,89	2,85
CR_3	2,90	2,92	2,85
TC_3_24	3,12	2,61	-----
TC_3_47	3,15	2,89	-----

TAB 4.29: Velocidade da onda longitudinal em amostras LQ laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).

Amostra	Plano V(mm/μs)	¼ Espessura V(mm/μs)	½ Espessura V(mm/μs)
CR	2,89	2,90	2,87
LA_20	2,87	2,89	2,86
LA_40	2,85	2,82	2,77
LA_60	2,90	2,90	2,98
LC_20	2,84	2,89	2,87
LC_40	2,84	2,94	2,86
LC_60	2,31	2,92	2,98

TAB 4.30: Velocidade da onda cisalhante em amostras do aço LQ laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).

Amostra	Plano V(mm/μs)		¼ Espessura V(mm/μs)		½ Espessura V(mm/μs)	
	DL	DT	DL	DT	DL	DT
CR	1,57	1,56	1,56	1,55	1,57	1,56
LA_20	1,57	1,50	1,56	1,49	1,57	1,51
LA_40	1,60	1,45	1,58	1,40	1,58	1,41
LA_60	1,61	1,40	1,61	1,41	1,64	1,45
LC_20	1,59	1,54	1,59	1,55	1,59	1,55
LC_40	1,63	1,53	1,62	1,54	1,59	1,52
LC_60	1,97	1,80	1,67	1,50	0,86	0,77

TAB 4.31: Birrefringência acústica em amostras LQ laminadas à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).

Amostra	Plano	¼ Espessura	½ Espessura
CR	-4,69E-4	-7,12E-4	-0,001
LA_20	-0,012	-0,012	-0,010
LA_40	-0,025	-0,030	-0,029
LA_60	-0,034	-0,033	-0,032
LC_20	-0,008	-0,006	-0,006
LC_40	-0,017	-0,013	-0,012
LC_60	-0,022	-0,026	-0,025

TAB 4.32: Tensão residual por ultrassom em amostras CR e laminadas em temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC) com reduções de 20, 40 e 60%.

Amostra	Tensão residual ($\sigma_1 - \sigma_2$) MPa	Amostra	Tensão residual ($\sigma_1 - \sigma_2$) MPa
CR_6_Plano	-2,94	CR_6_Plano	-2,94
LA_20_Plano	-2,95	LC_20_Plano	-2,94
LA_40_Plano	-2,97	LC_40_Plano	-2,96
LA_60_Plano	-2,98	LC_60_Plano	-2,96
CR_6_¼	-2,94	CR_6_¼	-2,94
LA_20_¼	-2,95	LC_20_¼	-2,95
LA_40_¼	-2,97	LC_40_¼	-2,95
LA_60_¼	-2,97	LC_60_¼	-2,97
CR_6_½	-2,94	CR_6_½	-2,94
LA_20_½	-2,95	LC_20_½	-2,95
LA_40_½	-2,97	LC_40_½	-2,95
LA_60_½	-2,97	LC_60_½	-2,97

Foi possível medir a velocidade da onda longitudinal ultrassônica em amostras após transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente e criogênica e percebeu-se certa variação da onda nas análises realizadas nas distintas

seções das amostras (TABs 4.27 e 4.28). As medidas de velocidade das ondas longitudinal e cisalhante em amostras laminadas em temperatura ambiente e criogênica mostraram sensibilidade da onda em relação à presença de martensita e incremento de deformação (TABs 4.29 e 4.30), as análises realizadas no plano, a $\frac{1}{4}$ e a $\frac{1}{2}$ espessura também mostraram alguma variação na velocidade da onda. Os resultados de birrefringência acústica (TAB 4.31) foram satisfatórios permitindo a medida quantitativa das tensões residuais. Através da técnica de Ultrassom verificou-se estado de tensão residual compressivo em amostras do aço inoxidável austenítico 304L após indução da transformação martensítica por laminação à temperatura ambiente e criogênica (TAB 4.32).

5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 AVALIAÇÃO DA PREPARAÇÃO METALOGRAFICA

As análises quantitativas realizadas por difração de raios-X e Ferritoscopia avaliando-se a influência da preparação metalográfica sobre a quantificação de fases após polimento mecânico, químico e eletrolítico são apresentadas nas FIGs (5.1 e 5.2). Os resultados mostraram que o percentual volumétrico de martensita foi relativamente maior após polimento mecânico, menor após polimento eletrolítico e intermediário após polimento químico. A diferença quantitativa em função dos distintos métodos de preparação deve-se à eficácia de cada método em remover a camada superficial modificada, associada à martensita introduzida pelo processo de lixamento. ODEGARD (1974) avaliando os efeitos da preparação metalográfica em aço TRIP 301LN, via polimento mecânico e eletrolítico, cita que a quantidade de martensita observada após polimento mecânico é fortemente influenciada pela energia de deformação imposta na etapa da preparação mecânica do material. Ele observou maior percentual de martensita com polimento mecânico. TALONEM e colaboradores (2004) avaliaram uma amostra como recebida do aço inoxidável 304L antes e após preparação metalográfica e constataram maior conteúdo de martensita na amostra sem preparação metalográfica. Este material na condição de laminado a frio recozido havia passado por *skin pass*, para melhor acabamento superficial, e o processo introduziu martensita superficial. Após remoção de uma camada micrométrica de material, através do polimento eletrolítico, foi possível avaliar o conteúdo de martensita presente no material sem a influência de martensita gerada pelo processo superficial. O polimento químico supostamente remove menor camada superficial modificada do material em relação ao polimento eletrolítico. Em função dos distintos métodos metalográficos, o polimento eletrolítico apresentou-se como aquele mais promissor para o estudo quantitativo da transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$) induzida por deformação. Diante dos resultados, selecionou-se o polimento eletrolítico para preparação dos demais grupos de amostras submetidos à quantificação de fases.

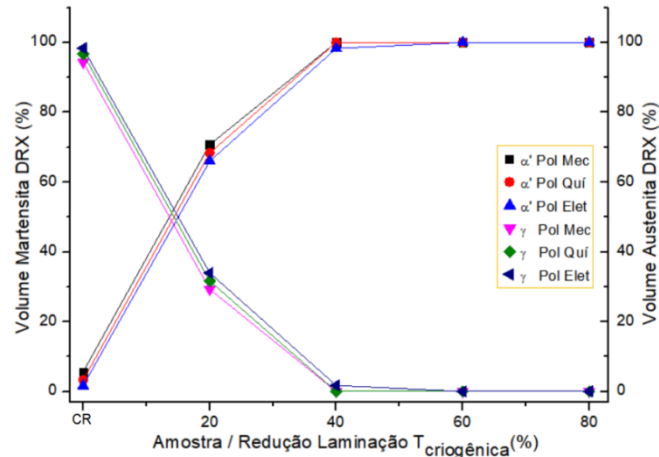


FIG 5.1: Quantificação de fases por difração de raios-X após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

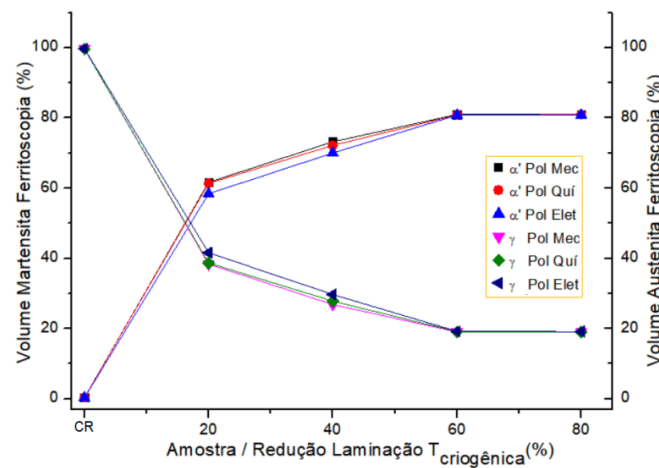


FIG 5.2: Quantificação de fases por Ferritoscopia após polimento mecânico, químico e eletrolítico.

A partir das análises de fases por EBSD realizadas em amostras como recebidas e laminadas em temperatura criogênica, com reduções de 20 e 80%, avaliando-se a preparação metalográfica obteve-se padrão apenas com as amostras como recebidas com polimento eletrolítico (FIG 5.3). Em função do incremento da deformação plástica em laminação e do percentual de martensita não foi possível obter padrão por nenhum método de preparação com as amostras deformadas plasticamente. Segundo o manual de EBSD (Quantax CrystAling_Bruker) os fatores que podem influenciar nas análises são qualidade do padrão, precisão de detecção de bandas e presença de deformação na rede. É recomendado não realizar este tipo de análise em amostras fortemente deformadas, como aços martensíticos, pois as deformações causam distorções nos padrões. Mas pequenas áreas da amostra ou um grão não deformado podem resultar em calibração. O material em estudo não consiste em aço martensítico, mas possui elevado

conteúdo de martensita nas amostras deformadas plasticamente. SHEN e colaboradores (2012) realizaram quantificação de martensita por EBSD e abordaram o fato de que pode haver perda de sinal em EBSD em função das finas partículas de martensita. A análise de EBSD é microestrutural, devido a isto ela tem maior sensibilidade aos elevados níveis de distorção na rede. O padrão de Kikuchi consiste em pares de linhas paralelas e cada um desses pares ou bandas possuem largura diferenciada e corresponde à difração de diferentes planos cristalográficos (ENGLER, O. & RANDLE, V., 2010). Supostamente as distorções na rede provocam pequenas variações das distâncias interplanares que causam difração não construtiva dos planos cristalográficos dificultando a formação de padrão.

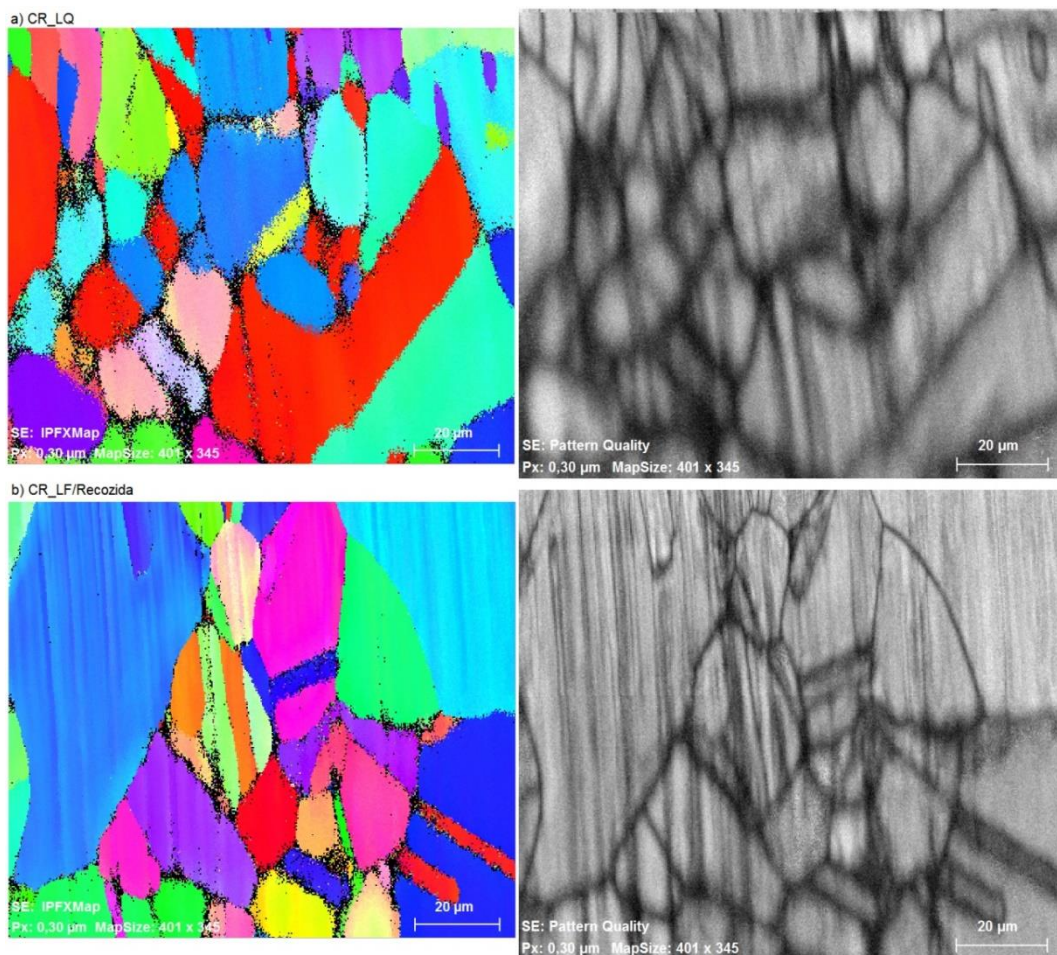


FIG 5.3: Análise de EBSD das amostras como recebidas laminada a quente (a) e laminada a frio/recozida (b).

Através dos resultados obtidos por EBSD (FIG 5.3) observa-se que o padrão de qualidade das amostras como recebidas apresentou regiões que não foram bem identificadas. Isto é constatado através da tonalidade de cinza escuro nas imagens. O

zero solution dessas análises ficou igual a 7 e 4% para as amostras em condições de laminada a quente e laminada a frio/recozida, respectivamente.

A partir das análises de EBSD realizadas com as amostras como recebidas avaliando-se a preparação metalográfica, como também os parâmetros envolvidos neste tipo de análise (qualidade de detecção de bandas, índice de certeza e *zero solution*) pode-se inferir que:

- ✓ Não foi possível obter padrão com as amostras polidas mecanicamente, possivelmente porque as deformações introduzidas superficialmente (ODEGARD, B.C, 1974) na etapa de lixamento mecânico não foram removidas com este tipo de polimento;
- ✓ Através do polimento químico, em algumas áreas das amostras, a detecção de bandas e o índice de certeza ficaram dentro do aceitável, porém ao iniciar as medidas os pontos não indexados ficaram em faixa não aceitável. Cabe ressaltar que o polimento químico não ocorreu de forma homogênea nas amostras, haviam áreas com qualidades distintas;
- ✓ Com as amostras preparadas via polimento eletrolítico obteve-se padrão com qualidade semelhante àquela apresentada na FIG 5.4, amostra como recebida laminada a quente. Onde observa-se boa definição de bandas do padrão de Kikuchi.

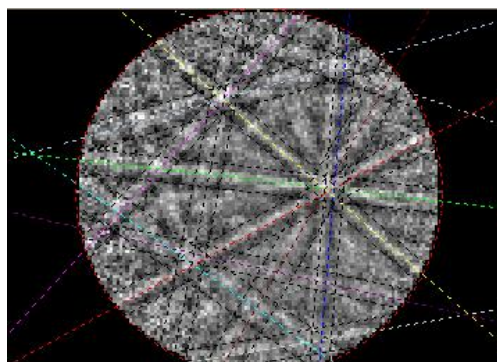


FIG 5.4: Padrão de Kikuchi da amostra como recebida laminada a quente.

Cabe ressaltar que foram realizadas várias tentativas de análise variando-se alguns parâmetros importantes, conforme apresentados na TAB 4.4 na seção de

Resultados, com as amostras preparadas via polimento mecânico, químico e eletrolítico, e tentando-se aperfeiçoar a preparação metalográfica. Em função dos resultados obtidos, as demais amostras submetidas à difração de elétrons retroespalhados foram preparadas via polimento eletrolítico.

Os resultados de tensão residual obtidos por DRX da fase austenita de amostras como recebidas e da fase martensita de amostras com 80% de redução em laminação criogênica, avaliando-se a influência da preparação metalográfica são apresentados na FIG 5.5. Observam-se variações do estado de tensão residual nas fases austenita e martensita, respectivamente, em função das distintas preparações metalográficas. Todas as amostras apresentaram tensão residual compressiva em sua microestrutura e maior magnitude desta foi observada nas amostras submetidas ao polimento mecânico. Nesta condição, supostamente as deformações superficiais (ODEGARD, B.C, 1974) ocorridas nas etapas de lixamento/polimento promoveram tensões residuais que foram adicionadas às tensões já presentes nas amostras. Por outro lado, o polimento eletrolítico devido ao seu modo de ação, sem interferentes mecânicos, foi capaz de eliminar/minimizar os efeitos gerados na etapa de lixamento mecânico. Observou menor magnitude das tensões residuais compressivas nas amostras com polimento eletrolítico, como também, menor desvio padrão.

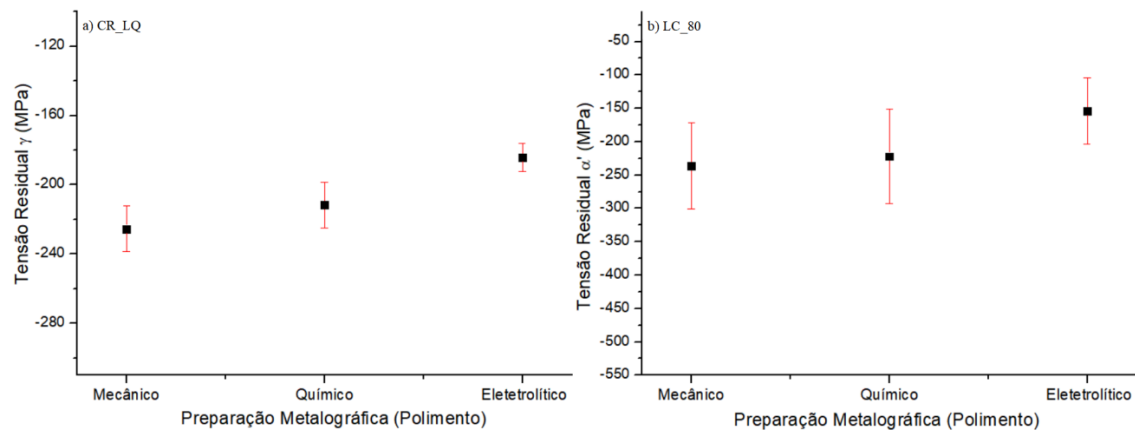


FIG 5.5: Tensão residual após polimento mecânico, químico e eletrolítico: a) amostras CR_LQ (fase γ) e b) amostras com 80% de redução em laminação criogênica (fase α').

Com as amostras laminadas em temperatura criogênica com reduções de 20 e 40% não foi possível realizar medidas de tensão residual na fase austenita em função do elevado conteúdo de martensita. Em função dos resultados obtidos a partir das análises de tensão residual por difração de raios-X, avaliando-se a preparação metalográfica via

polimento mecânico, químico e eletrolítico, as demais amostras submetidas a esta análise foram preparadas com polimento eletrolítico.

As análises de tensão residual por ultrassom avaliando-se a preparação metalográfica foram realizadas em amostras com reduções de 20, 40 e 60% em laminação criogênica e em amostras como recebidas na condição laminada a quente. Nestas amostras também foram realizadas medidas de velocidade da onda longitudinal, além da medida de velocidade da onda cisalhante e de birrefringência que são necessárias para a determinação de tensões residuais. Os resultados da velocidade da onda longitudinal são apresentados na FIG 5.6 e a partir de teste de hipótese, para avaliar os resultados obtidos através dos distintos modos de preparação, pode-se concluir que: a velocidade desta onda foi diferente nas amostras como recebidas; igual nas amostras com 20% de redução com polimento mecânico e eletrolítico; diferente em todas as amostras com 40% de redução e igual nas amostras com polimento químico e eletrolítico com 60% de redução.

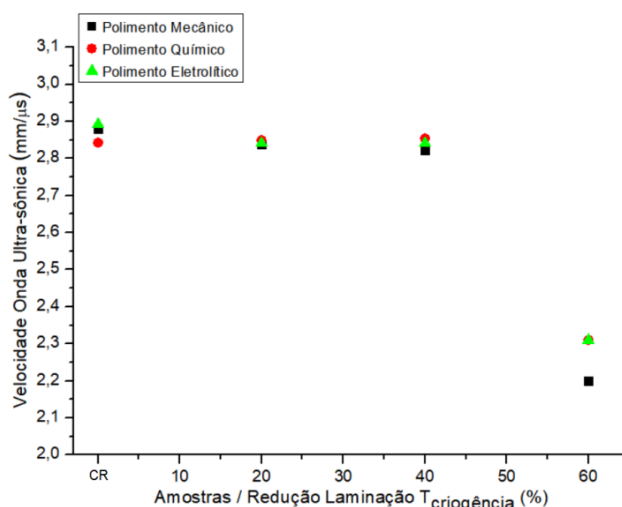


FIG 5.6: Velocidade da onda longitudinal em amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Na FIG 5.7 são apresentados os resultados da onda cisalhante em DL e DT nas amostras laminadas criogenicamente e em amostras como recebidas. A partir do teste de hipótese, a velocidade da onda cisalhante foi distinta nas direções longitudinal e transversal em todas as amostras analisadas, porém em função do tipo de polimento utilizado alguns resultados foram iguais. Comparando-se as velocidades em DL, FIG 5.7(a): foram iguais entre as amostras como recebidas com polimento mecânico, químico e eletrolítico; iguais entre as amostras com redução de 20% com polimento

mecânico e químico; iguais entre as amostras com redução de 40% com polimento químico e eletrolítico e diferente nas amostras com 60% de deformação após as distintas preparações. As velocidades em DT FIG 5.7(b) foram iguais entre as amostras como recebidas e entre as amostras com 20% de redução em todos os modos de preparação e diferente entre as amostras com 40 e 60% de redução em todas as preparações.

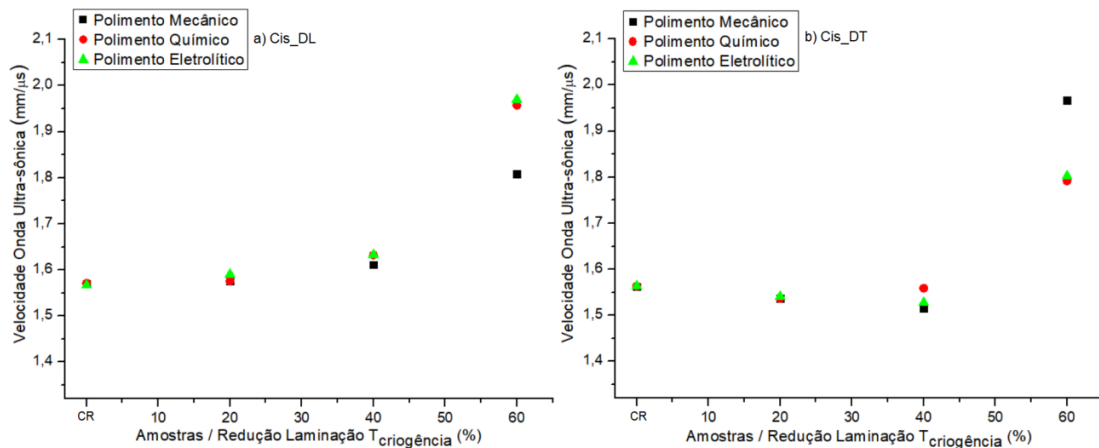


FIG 5.7: Velocidade da onda cisalhante medida em DL e DT em amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.

As medidas de birrefringência acústica (FIG 5.8), calculadas através da velocidade da onda cisalhante nas direções perpendiculares DL e DT, mostraram a tendência das medidas após os distintos modos de preparação. As amostras como recebidas apresentaram distintos valores de birrefringência nos diferentes modos de preparação; as amostras com 20% de redução apresentaram valores iguais com preparação via polimento mecânico e químico e as amostras com 40% de redução apresentaram valores distintos em função da preparação metalográfica. Nota-se claramente que a amostra com 60% de redução e com polimento mecânico apresentou valor de birrefringência oposto aqueles das amostras com polimento químico e eletrolítico, e estes foram iguais entre si.

A FIG 5.8 mostra que à medida que o material foi laminado ocorreu variação do estado anisotrópico em função da deformação. Também nota-se que as amostras como recebidas apresentaram birrefringência próxima de zero. Essa anisotropia é possivelmente decorrente do estado de tensão presente no material, em função das deformações geradas pelo processo de laminação e mudança de fase, e da presença de textura cristalográfica.

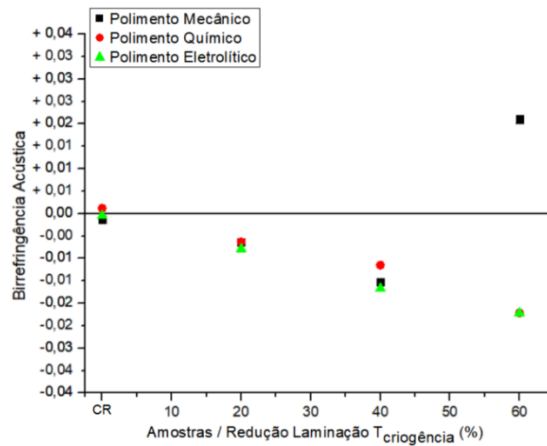


FIG 5.8: Birrefringência acústica das amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Os resultados de tensão residual por ultrassom são apresentados na FIG (5.9). Todas as amostras apresentaram estado de tensão compressiva com os diferentes modos de preparação metalográfica e a magnitude da tensão aumentou em função do incremento do volume de martensita e do nível de deformação plástica, com exceção apenas da amostra com 60% de redução e preparada via polimento mecânico.

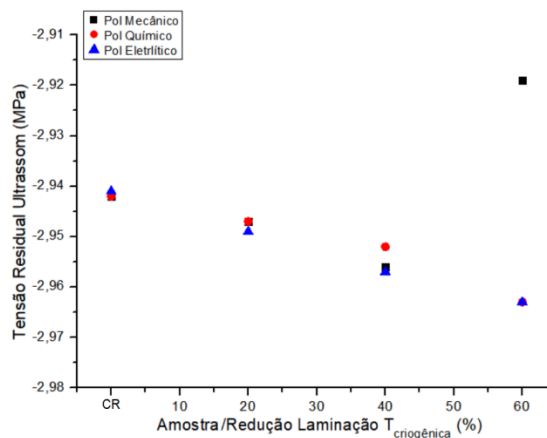


FIG 5.9: Tensão residual por ultrassom de amostra CR e de amostras submetidas a polimento mecânico, químico e eletrolítico.

Diante dos resultados obtidos com as análises de ultrassom FIGs (5.6 a 5.9) foram observadas certas diferenças a partir dos distintos modos de preparação, porém estas foram mais significativas com a amostra de 60% de redução preparada via polimento mecânico. Provavelmente as deformações/tensões superficiais geradas pela etapa de lixamento e polimento mecânico causaram maiores interferências na captura de sinal desta amostra devido à sua espessura, pois a profundidade da superfície afetada por artefatos da preparação se tornou mais considerável. Em função dos resultados

obtidos a preparação metalográfica via polimento mecânico, químico e eletrolítico do aço 304L, após transformação martensítica, pode levar a resultados satisfatórios nas análises de ultrassom. Mas possivelmente um limitante é a espessura da amostra devido à camada superficial afetada por artefatos da preparação. Para as demais análises de ultrassom selecionou-se o polimento eletrolítico.

O desvio padrão das medidas de ultrassom: tempo de percurso, velocidade, birrefringência e tensão residual foi da ordem de 10^{-7} a 10^{-10} .

5.2 TRANSFORMAÇÃO DE FASES INDUZIDA POR LAMINAÇÃO E TRAÇÃO

Foram submetidas à quantificação de fases por difração de raios-X e Ferritoscopia amostras submetidas à transformação martensítica por laminação e tração em temperatura ambiente e criogênica.

Como observado a partir dos difratogramas obtidos por difração de raios-X das amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica (FIG 4.4) e (FIG 4.7), respectivamente, assim como a partir dos percentuais volumétricos de fases por DRX TABs (4.10 e 4.11) e Ferritoscopia TABs (4.16 e 4.17) houve incremento da transformação martensítica em função dos crescentes percentuais de redução de 20, 40, 60 e 80% em laminação FIG 5.10(a) e (b).

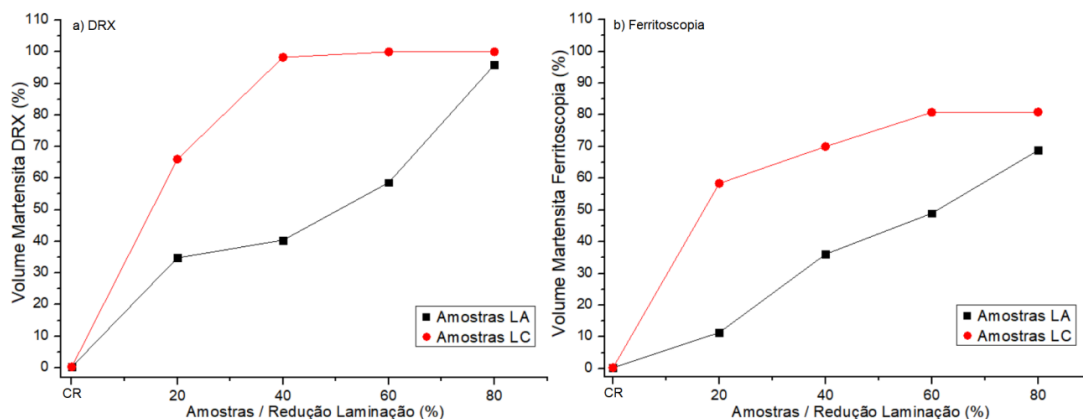


FIG 5.10: Transformação martensítica induzida por laminação à temperatura ambiente (LA) e criogênica (LC).

De acordo com a (FIG 5.10) ocorreu intensa transformação de fases em laminação criogênica. A amostra com 20% de redução nesta temperatura FIG 5.10(a) apresentou 66,0% de martensita e com a redução de 40% o percentual desta fase

correspondeu a 98,3%. Com as reduções subsequentes de 60 e 80% observa-se uma pequena variação da curva, chegando ao patamar de 100%, pois nestas reduções ocorreu total transformação de fases obtendo-se amostras 100% martensíticas. A evolução desta transformação de fases é observada claramente nos difratogramas apresentados na FIG 4.7. Alto percentual volumétrico de martensita também foi obtido em laminação à temperatura ambiente com a redução máxima de 80%, onde obteve-se 95,9% de martensita FIG5.10(a). Através da FIG5.10(b) observa-se também um máximo da transformação martensítica com as reduções de 60 e 80% em laminação criogênica. Os percentuais de martensita nestas amostras corresponderam a 80,8 e 80,9%, respectivamente. Ainda é observado que o conteúdo de martensita em laminação à temperatura ambiente apresentou certo afastamento daquele quantificado em temperatura criogênica, o mesmo correspondeu a 68,8%.

Como verifica-se graficamente por DRX e Ferritoscopia o comportamento da evolução da transformação martensítica induzida por laminação ocorreu de forma distinta nas respectivas temperaturas do processo. De acordo com observações na literatura (TALONEN, 2007; HEDAYATI, 2010; HUANG, 2012; SHEN, 2012; PENG, 2015) a transformação martensítica pode sofrer influência da taxa e modo de deformação e temperatura do processo de indução FIGs (2.17, 2.18, 2.19, 2.33, 2.36, 2.39). O comportamento da deformação plástica por laminação à temperatura ambiente e criogênica, em cada passe, foi avaliado através do parâmetro delta TABs (3.2 e 3.6), respectivamente. Verificou-se a partir dos resultados experimentais, que foram necessários mais passes em laminação criogênica em relação àquela em temperatura ambiente para alcançar a redução desejada, isto devido à maior resistência mecânica do material para ser deformado em baixa temperatura. Os valores do parâmetro delta para as amostras laminadas em temperatura ambiente ficaram abaixo de 1 e para laminação criogênica laminação criogênica nos primeiros passes ficaram acima de 1. Cabe ressaltar que através do parâmetro delta é realizada apenas uma estimativa da homogeneidade da deformação plástica em laminação. Para realização de deformação totalmente homogênea deve-se levar em consideração a relação entre parâmetros que controlariam a deformação ao longo da espessura do material, como: a relação entre o arco de contato do cilindro L e a espessura inicial do material h_i (L/h_i); a relação entre a largura da chapa w_i e sua espessura inicial h_i (w_i/h_i) e a variação total de espessura sobre a espessura inicial h_i ($\Delta h/h_i$) (CETLIN, P.R., 2005). Considerando que a deformação plástica em laminação não tenha ocorrido de forma homogênea e que a cinética da

transformação martensítica induzida por plasticidade é baseada na teoria da variação interna da deformação plástica (SHIN, C.H. *et al.*, 2001). Como também, que a presença de discordâncias e tensões residuais no material influenciam no processo de nucleação da transformação martensítica, supõe-se que a distribuição da energia cedida ao material em laminação nas respectivas temperaturas favoreceram o comportamento observado da transformação de fases (FIG 5.10).

Conforme verificado, ocorreu transformação martensítica mais intensa em temperatura criogênica. De acordo com a literatura (ANTUNES, 2011; SHIN, 2001) a estabilidade da austenita depende da temperatura e da composição química do material, percentual de elemento de liga. Quanto menor o percentual de elemento de liga e menor a temperatura do processo de deformação, maior a instabilidade da austenita propiciando transformação martensítica mais intensa. A equação (2.6) apresenta o termo (β) referente à estabilidade da austenita retida que sofre influencia da composição química e temperatura (SHIN, C.H. *et al.*, 2001). A temperatura M_i do aço material em estudo foi estimada a partir de sua composição química em $-118\text{ }^\circ\text{C}$ (TAB 4.1). Logo, com o subresfriamento do material próximo à temperatura M_i provavelmente ocorreu nucleação de martensita assistida por tensão entre as temperaturas M_i e $M_{i\sigma}$ (FIG 2.2) (OLSON, G.B. & COHEN, M., 1972) e com a aplicação da tensão em laminação, devido à energia mecânica, foi possível promover transformação martensítica total entre as temperaturas M_{d30} e M_d . Como observado experimentalmente, a partir do subresfriamento em nitrogênio líquido ocorreu pequena transformação de fases atérmica (FIG 4.10). Com a nucleação por tensão foi favorecida a formação de martensita ao invés da geração de discordâncias em regiões de austenita, comportamento este que possivelmente ocorreu com a nucleação de martensita assistida por deformação plástica entre $M_{i\sigma}$ e M_d em laminação à temperatura ambiente.

Como reporta a literatura (MALLICK, P. *et al.*, 2017) a energia de falha de empilhamento do material torna-se menor para menores temperaturas promovendo transformação de fases mais intensa porque a mesma influencia na formação de falhas de empilhamento e bandas de cisalhamento que atuam como sítios de nucleação de martensita ε e α' (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012; HUANG, J.X. *et al.*, 2012; OKAYASU, M. & TOMIDA, S. 2017). Estimou-se a EFE do material à temperatura ambiente e criogênica e estas corresponderam a 15,03 e 8,14 mJ/m^2 , respectivamente (TAB 4.1).

Com o processo de deformação ocorre a geração de calor e a partir da laminação à temperatura ambiente foi constatado um delta de aquecimento médio das amostras por passe de aproximadamente 22 °C (TAB 3.5). Quanto maior a quantidade ou taxa de deformação, menor a dissipação de calor e maior será a temperatura final do material, tal efeito adiabático gerado pode minimizar/suprimir a transformação martensítica (YOO, S.W. *et al.*, 2011; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012; PRUGER, S. *et al.*, 2014; PENG, F. *et al.*, 2015). Em laminação criogênica ao ato de deformar em cada passe também houve incremento de temperatura, esta não foi aferida, mas em baixa temperatura o aquecimento adiabático é minimizado (AMAR, K.D. *et al.*, 2004). As taxas de deformação em laminação à temperatura ambiente e criogênica foram, respectivamente, $9,8 \times 10$ e $5,4 \times 10 \text{ s}^{-1}$ TABs (3.3 e 3.6) provenientes da alta velocidade de deformação. Em consequência da alta taxa de deformação e do aquecimento do material em laminação à temperatura ambiente houve transformação martensítica de menor intensidade nesta temperatura.

Para avaliar o perfil da transformação de fases foram realizadas análises quantitativas por difração de raios-X e Ferritoscopia no plano/superfície das chapas, a $1/4$ e a $1/2$ espessura. Como mostraram os resultados das amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica (TABs 4.10 4.11), houve certa variação do volume de martensita ao longo da espessura do material (FIGs 5.11 e 5.12).

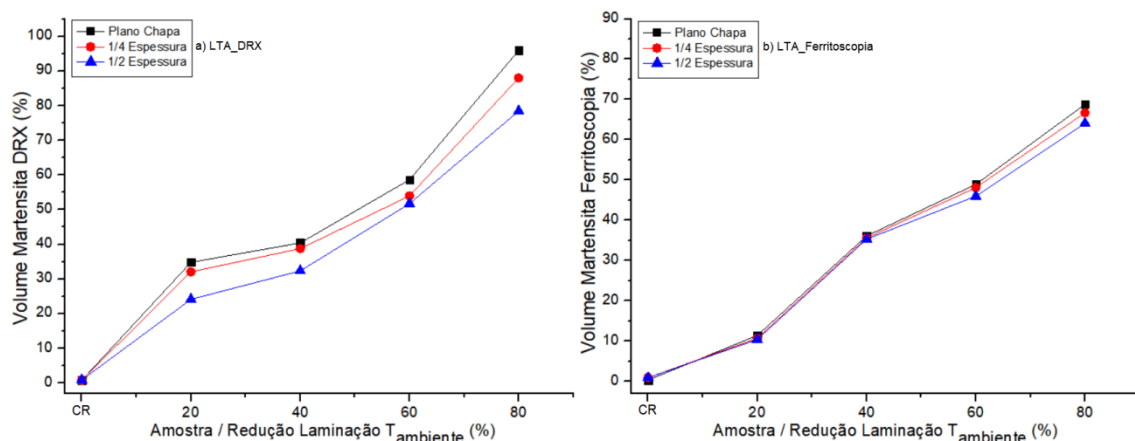


FIG 5.11: Transformação martensítica induzida por laminação à temperatura ambiente (LA) análises no plano, a $1/4$ e $1/2$ espessura das amostras

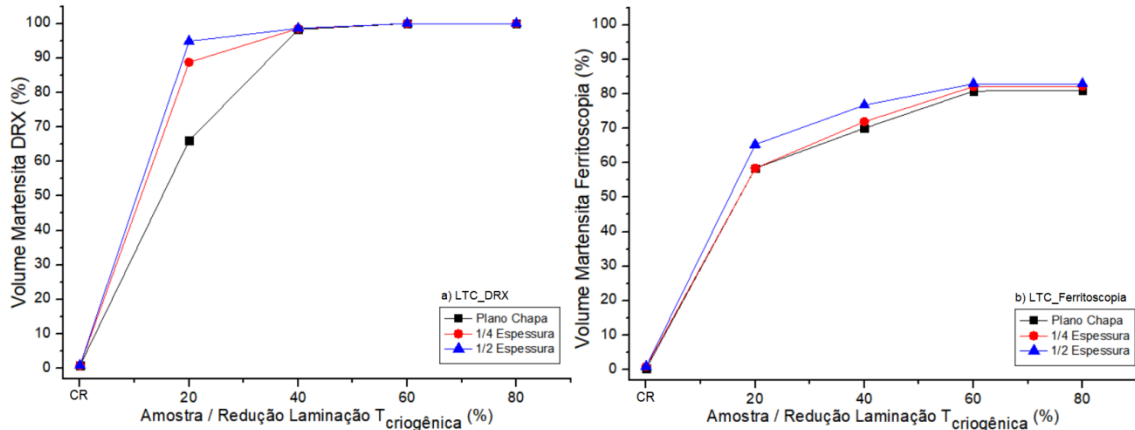


FIG 5.12: Transformação martensítica induzida por laminação à temperatura criogênica (LC) análises no plano, a 1/4 e 1/2 espessura das amostras.

Através das FIGs (5.11 e 5.12) é possível verificar algumas variações volumétricas mais significativas de martensita ao longo da espessura das amostras por difração de raios-X. A amostra com 20% de redução em laminação criogênica (FIG 5.12) foi aquela que apresentou variação mais significativa entre o plano e 1/2 espessura. Entre as técnicas analíticas são observadas tendências similares do perfil da transformação de fases nas distintas temperaturas. Segundo a literatura (FISHER, 1953) em função da densidade de discordâncias e dos campos de tensão, a nucleação martensítica ocorre de forma heterogênea. Não porque as discordâncias sejam núcleos subcríticos de martensita, mas porque a energia de transformação de um núcleo de tamanho crítico é modificada pela tensão. Heterogeneidade microestrutural da transformação martensítica também é mencionada EGNER (2015). Em alguns trabalhos como AMAR (2004) FIG 2.9 e NAGY (2004) FIGs (2.13 e 2.14) também observa-se certas variações no quantitativo de fases da transformação martensítica em função do plano/seção das amostras.

Os difratogramas da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) induzida por tração à temperatura ambiente FIGs (4.11 e 4.14) e criogênica FIGs (4.17 e 4.20), assim como os resultados quantitativos por difração de raios-X TABs (4.12 a 4.15) e por Ferritoscopia TABs (4.18 a 4.21) das amostras em condição recebida LQ e LF/R, respectivamente, mostraram maior transformação de fases em temperatura criogênica (FIG 5.13) isto para os dois grupos de amostras.

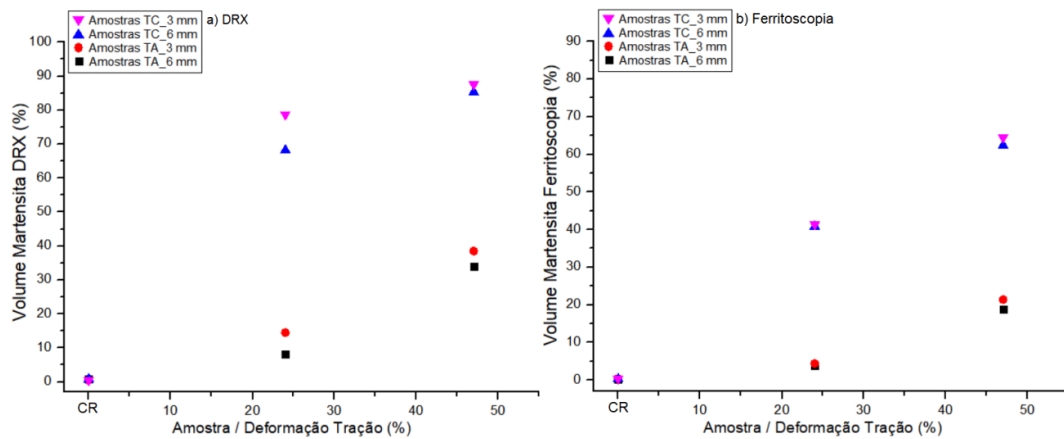


FIG 5.13: Transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) em amostras LQ e LF/R.

Como verifica-se a partir das análises quantitativas por DRX e Ferritoscopia FIG 5.13(a) e (b) transformação de fases mais intensa ocorreu em temperatura criogênica com o material LF/R. Como mencionado, a instabilidade da austenita é influenciada pela composição química do material, energia de falha de empilhamento e temperatura ($\gamma \rightarrow \alpha'$) (ANTUNES, L.M.D. 2011; SHIN, C.H.; 2001, MALLICK, 2017). Durante os ensaios à temperatura ambiente observou-se que os aquecimento dos corpos de prova, efeitos adiabáticos influenciam na transformação martensítica (YOO, S.W. *et al.*, 2011; SHEN, Y.S. *et al.*, 2012; PRUGER, S. *et al.*, 2014; PENG, F. *et al.*, 2015) e são minimizados em baixa temperatura (AMAR, K.D. *et al.*, 2004).

A energia de falha de empilhamento do material nas condições LQ e LF/R foi estimada a partir de suas composições químicas nas distintas temperaturas, ambiente e criogênica, e estas corresponderam a 15,03 e 8,14 mJ/m^2 amostra LQ e 14,76 e 7,87 mJ/m^2 amostra LF/R (TAB 4.1). Como observa-se, em temperatura criogênica a EFE apresentou menores valores e o material na condição LF/R apresentou EFE menor do que o material na condição de LQ. O quantitativo de fases coincide com a EFE, maior transformação ocorreu em menor temperatura e o material que sofreu transformação de fases mais intensa apresentou menor valor de EFE. Baixa EFE favorece a transformação martensítica porque a nucleação da fase ϵ ocorre nas interseções das falhas de empilhamento e da martensita- α' ocorre a partir das interseções da fase ϵ e bandas de cisalhamento (TALONEN, HANNINEN, 2007; SHEN, 2012; OKAYASU, M. & TOMIDA, S. 2017).

Também supõe-se com base na literatura (OLSON e COHEN, 1972) FIG 2.2 que estando o material subresfriado em temperatura próxima à M_i ocorreu nucleação de martensita assistida por tensão entre as temperaturas M_i e $M_{i\sigma}$ e com o incremento da

deformação, a energia fornecida ao material levou ao crescimento dos núcleos de martensita gerados por tensão. Com o material na condição de laminado a frio/recozido a martensita decorreu de uma austenita recristalizada/revertida durante o recozimento e na condição de laminado a quente a martensita decorreu de um material que sofreu transformação de fase prévia resultante do processo de solidificação ($\delta \rightarrow \gamma$) e posterior recristalização/recuperação dinâmica e/ou estática durante laminação a quente. Logo, o processamento termomecânico ao qual o aço inoxidável 304L foi submetido influenciou na transformação martensítica por efeito TRIP, assim como a composição química do material, energia de falha de empilhamento e temperatura.

Assim como em laminação, foi traçado o perfil da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) por DRX e Ferritoscopia, nos grupos de amostras LQ e LF/R submetidos à transformação de fases por tração nas distintas temperaturas FIGs 5.14(a) e (b) e 5.15(a) e (b).

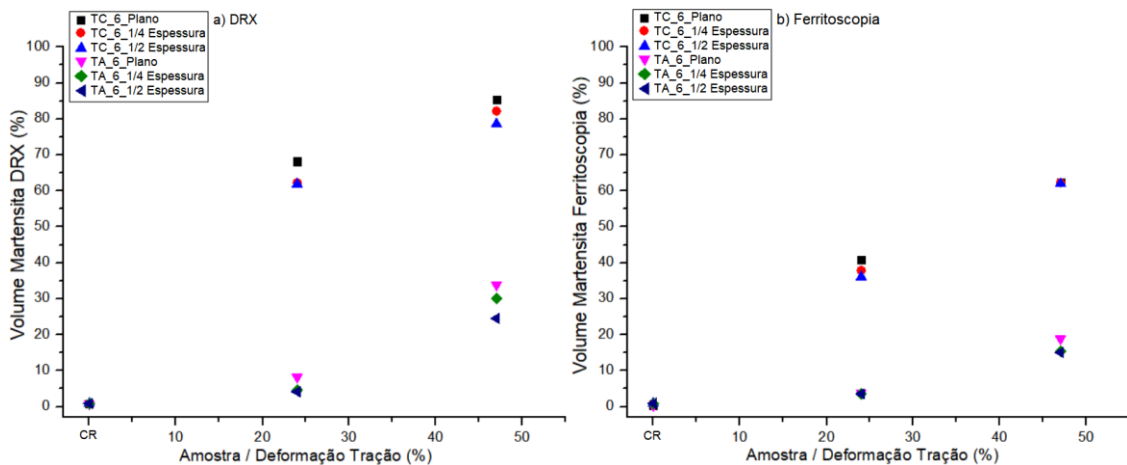


FIG 5.14: Transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) em amostras como recebidas LQ.

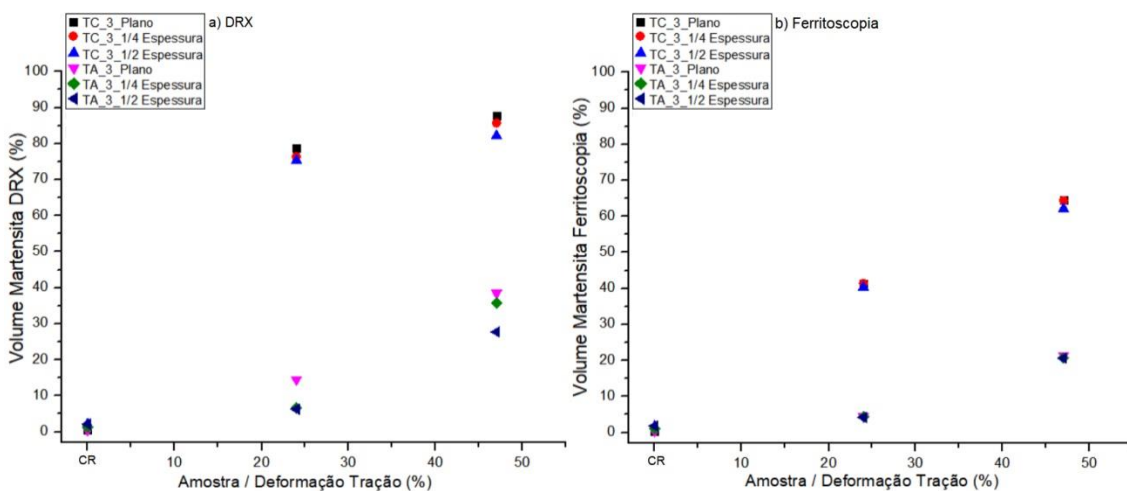


FIG 5.15: Transformação martensítica induzida por tração à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) em amostras como recebidas LF/R.

Conforme resultados quantitativos (FIGs 5.14 e 5.15) houve certas variações volumétricas de martensita do plano das amostras à meia espessura, nas respectivas deformações. Analisando-se as curvas da quantificação de martensita por DRX e Ferritoscopia, observa-se variação mais significativa com as análises de difração. No ensaio de tração considera-se que a deformação plástica ocorre de forma homogênea até a formação de estrição do material. Para os ensaios realizados neste estudo, as deformações ocorreram abaixo da formação de estrição do material com deformações de engenharia de 24 e 47%. Como mencionado, em função da transformação martensítica pode-se obter microestruturas heterogêneas (EGNER, H., *et al.*, 2015) e a nucleação desta transformação de fases ocorre de forma heterogênea (FISHER, J.C.; TURNBULL, D., 1953). Devido a isto as variações volumétricas de martensita.

A transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) induzida por deformação efetiva nos distintos modos de deformação, laminação e tração uniaxial, no material como recebido laminado a quente mostrou variações no conteúdo de martensita (FIG 5.16).

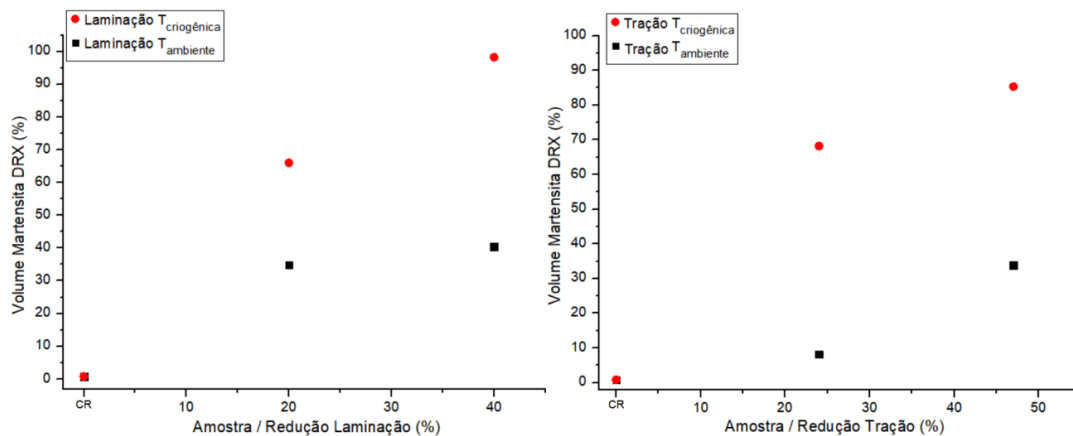


FIG 5.16: Transformação martensítica induzida por deformação efetiva em laminação e tração à temperatura ambiente e criogênica.

Conforme apresentado na (FIG 5.16) obteve-se maior percentual volumétrico de martensita após laminação nas respectivas temperaturas. Com a deformação de 47% em temperatura criogênica obteve-se 98,3% de martensita por laminação e 85,3% desta fase por tração. Com a menor deformação de 24% em temperatura ambiente obteve-se 34,8% de martensita por laminação e 8,2% em tração. A variação volumétrica de martensita induzida com deformações efetivas/equivalentes deve-se às distintas tensões atuantes nos processos/modos de deformação. Em tração atuaram tensões trativas e em laminação compressivas, além dessas os esforços de arraste junto à superfície da chapa em contato com os cilindros, que são influenciados pelo atrito. Segundo SHIN e

colaboradores (2001) a nucleação de martensita por unidade de volume é proporcional à energia interna de deformação e a rapidez com a qual os núcleos surgem depende do tipo de sollicitação mecânica como tração e compressão, composição química do material e rota de deformação. FISHER e TURNBULL (1953) abordaram o fato de que as tensões de tração e compressão influenciam na transformação martensítica devido à diferença de energia livre associada à variação volumétrica entre as fases matriz e produto e que a tensão compressiva diminui a temperatura M_i do material em relação à tratativa. Possivelmente em função destes fatores, ocorreu transformação martensita de maior magnitude em laminação tanto à temperatura ambiente quanto criogênica.

A partir de análises em diferentes seções de amostras submetidas à transformação martensítica por tração à temperatura ambiente e criogênica e da amostra com 20% de redução em laminação criogênica identificou-se a fase ϵ (TAB 5.1).

TAB 5.1: Identificação de martensita- ϵ em diferentes seções de amostras após transformação martensítica.

Amostra	Seção Amostra	FIG
LC_20	Plano	4.7
TA_6_24	Plano	4.11
TA_6_24_1/2	½ espessura	4.13
TA_3_24_1/2	½ espessura	4.16
TC_6_24	Plano	4.17
TC_6_47	Plano	4.17
TC_6_24_1/4	¼ espessura	4.18
TC_6_47_1/4	¼ espessura	4.18
TC_6_24_1/2	½ espessura	4.19
TC_6_47_1/2	½ espessura	4.19
TC_3_24_1/4	¼ espessura	4.21
TC_3_24_1/2	½ espessura	4.22

A partir da TAB 5.1 é possível observar que a fase martensita- ϵ na ocorreu em maior predominância no material na condição de laminado a quente. Nesta condição o material apresentou valores de EFE em temperatura ambiente de $15,03 \text{ mJ/m}^2$ e em temperatura criogênica de $8,14 \text{ mJ/m}^2$ e suas temperaturas M_i e M_{d30} corresponderam a -118 e 39 °C, respectivamente. Também observou-se que a nucleação desta fase foi favorecida pelo modo de deformação via tração uniaxial e com o menor nível de deformação, 24%. Nestas análises, observou-se um pico de baixa intensidade de martensita- ϵ , característica da mesma, correspondente ao plano de difração (10 $\bar{1}$ 1). A partir de análise a ¼ e a ½ espessura da amostra com 47% de deformação verificou-se indicativo desta fase ao observar o difratograma da amostra recebida. Como reporta a

literatura (TALONEN, HANNINEN, 2007; SHEN *et al.*, 2012; OKAYASU, M. & TOMIDA, S. 2017) a ocorrência das fases martensita ϵ e α' depende da temperatura, composição química e nível de deformação plástica. A martensita épsilon surge em baixos percentuais de deformação, a partir das interseções de falha de empilhamento, e com o incremento da deformação esta fase é suprimida pela nucleação e crescimento da martensita- α' (TALONEN, HANNINEN, 2007; HEDAYATI, A. *et al.*, 2010).

Comparando-se os resultados obtidos através das técnicas DRX e Ferritoscopia, observou-se que os percentuais de fases foram distintos, possivelmente devido à metodologia intrínseca de cada técnica. Nas FIGs (5.17 e 5.18) são apresentados os resultados quantitativos de martensita das análises realizadas no plano das amostras após laminação e tração à temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. De maneira geral, comportamento similar entre as técnicas analíticas, da evolução da transformação de fases, é observado nos distintos modos de deformação e temperatura.

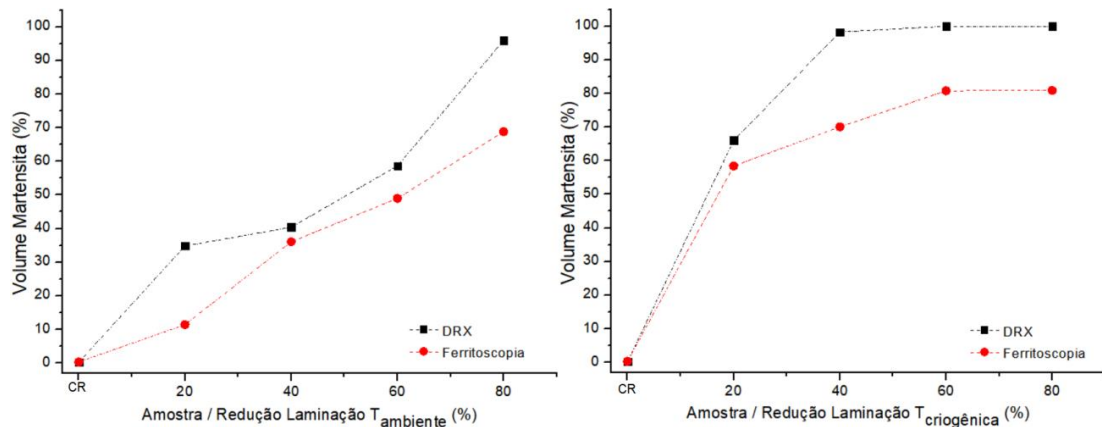


FIG 5.17: Análise quantitativa da transformação martensítica por DRX e Ferritoscopia de amostras laminadas em temperatura ambiente e criogênica.

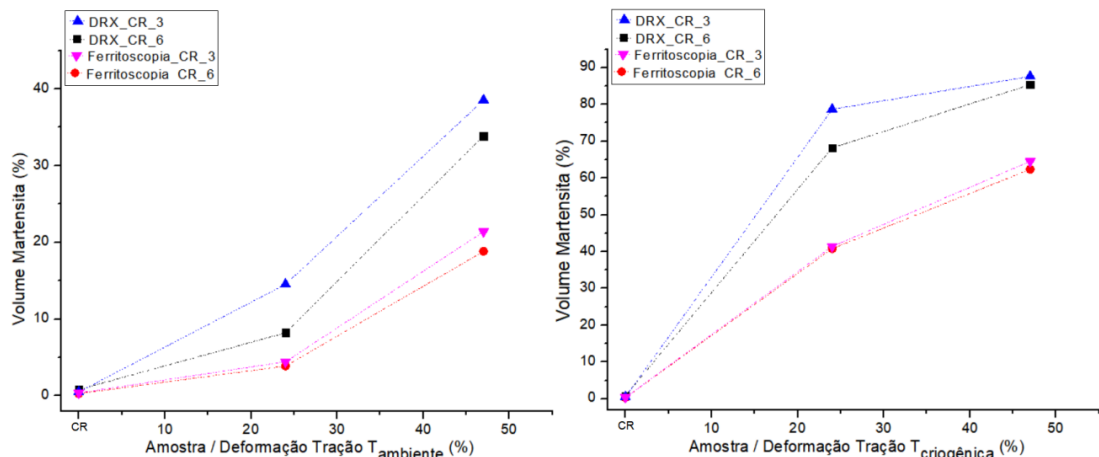


FIG 5.18: Análise quantitativa da transformação martensítica por DRX e Ferritoscopia das amostras tracionadas à temperatura ambiente e criogênica.

Na quantificação de martensita por Ferritoscopia pode ocorrer influência de alguns fatores, entre estes, posicionamento da sonda do ferritoscópio, magnetismo desta fase, espessura e rugosidade da amostra. Já na técnica de difração de raios-X o volume de cada fase é proporcional à área sob os picos presentes na amostra. Erros experimentais em DRX podem ser minimizados pela preparação metalográfica da amostra, tamanho e posicionamento da mesma no equipamento. Logo, as técnicas utilizadas levaram a resultados satisfatórios, mostrando com clareza, a evolução da transformação martensítica resultante das deformações em laminação e tração. Devido à metodologia de cada técnica as mesmas não podem ser comparadas diretamente, a menos que a distribuição de martensita seja uniforme (TALONEN, J. & HANNINEN, H., 2007). Na literatura podem ser observados trabalhos avaliando-se a transformação martensita por algumas técnicas: NAGY (2004) com difração de raios-X e saturação magnética FIG (2.14) e o trabalho de SHEN (2012) com DRX e EBSD (FIG 2.33).

Na quantificação de fases por DRX, utilizando-se o método de Rietveld, encontrou-se maior dificuldade para realizar o ajuste entre as curvas teórica e experimental de algumas amostras: amostras CR; amostras de meia espessura dos ensaios de tração à temperatura ambiente e criogênica e, sobretudo, aquelas laminadas em temperatura criogênica. O GOF de todas as análises realizadas ficou em valor aceitável, próximo a 2. Na quantificação de fases pelo método de Ferritoscopia observou-se maior dificuldade para estabilizar o sinal em maiores percentuais de martensita, o desvio padrão referente a todas as análises realizadas ficou entre 0 e 2,17.

As análises de fases por EBSD das amostras como recebidas, LQ e LF/R, e de amostras submetidas à transformação de fases por tração e laminação à temperatura ambiente apresentaram pontos/regiões sem indexação FIGs (5.19 a 5.22). O percentual dos pontos não indexados aumentou gradativamente em função do volume de martensita e nível de deformação, conforme apresentado na TAB 5.2. Nos mapas de fases a matriz em azul corresponde à fase austenita, pontos ou áreas em vermelho correspondem à martensita e as regiões em preto consistem nos pontos não indexados.

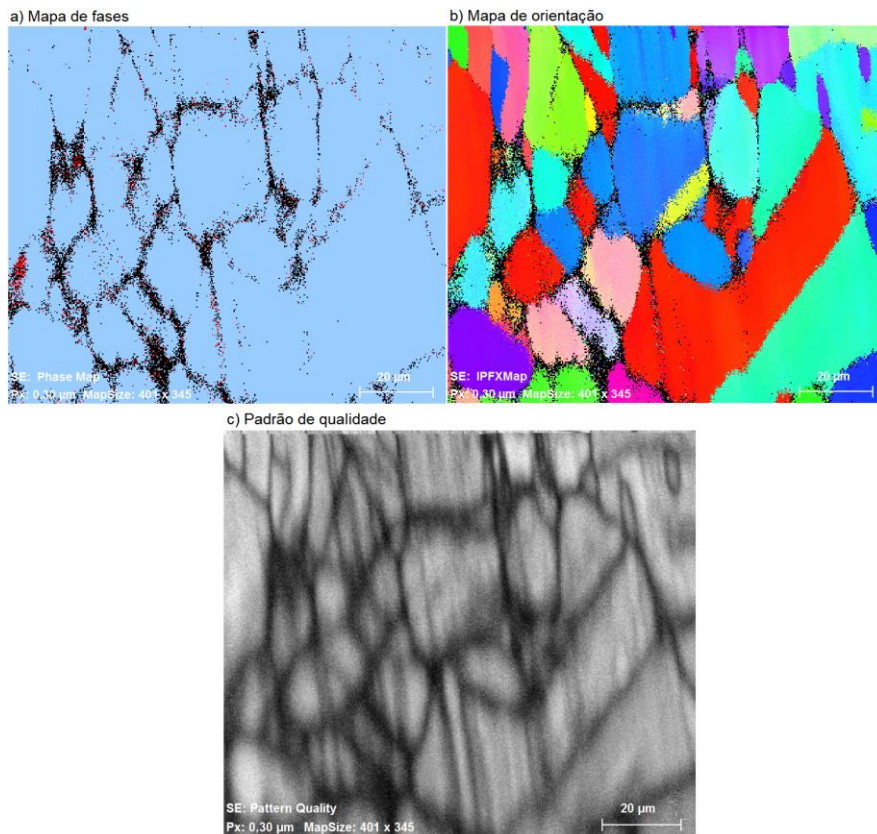


FIG 5.19: Análise de fases por EBSD da amostra como recebida laminada a quente.

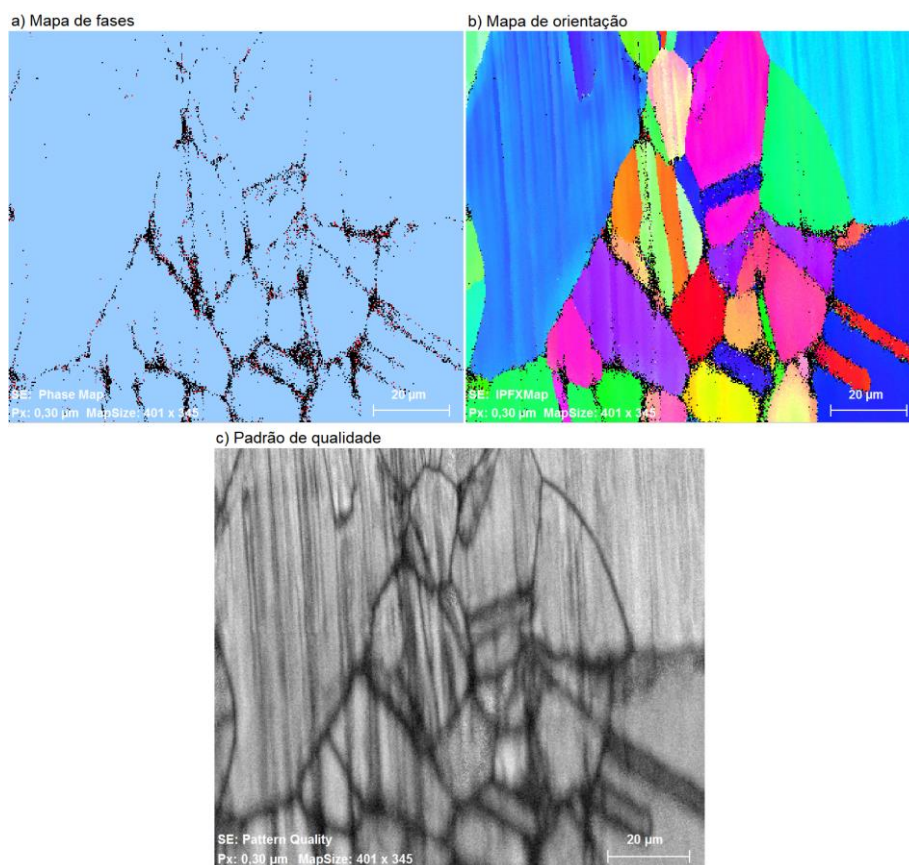


FIG 5.20: Análise de fases por EBSD da amostra como recebida laminada a frio/recozida.

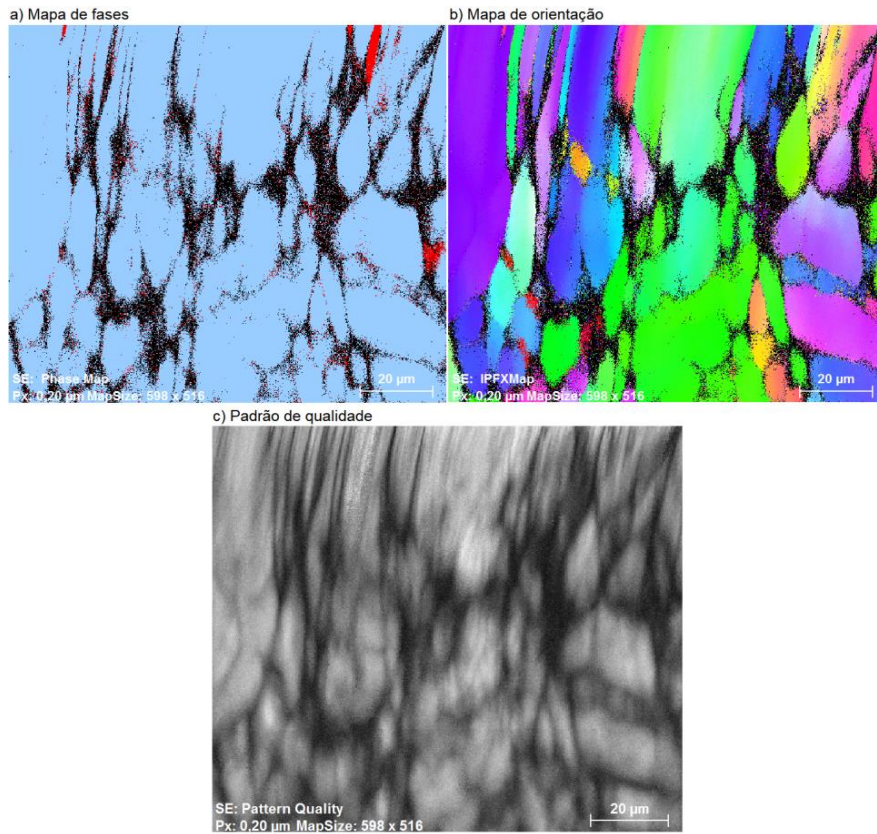


FIG 5.21: Análise de fases por EBSD da amostra com deformação de 24% em tração à temperatura ambiente.

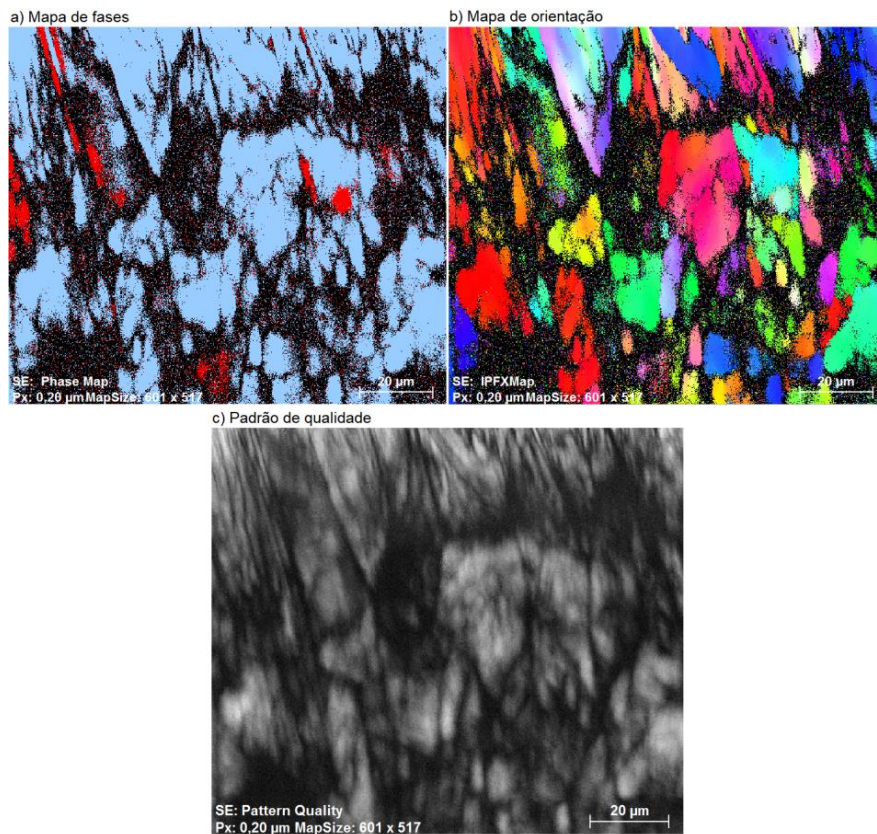


FIG 5.22: Análise de fases por EBSD da amostra com 20% de redução em laminação à temperatura ambiente.

TAB 5.2: Percentual de pontos não indexados nas análises de EBSD e volume de martensita por DRX e Ferritoscopia

Amostra	Pontos não indexados (%)	Volume martensita DRX (%)	Volume martensita Ferritoscopia (%)
CR_3	4	0,5	0,4
CR_6	7	0,8	0,3
TA_6_24	16	8,2	3,9
LA_20	44	34,8	11,4

As análises de EBSD das amostras como recebidas FIGs (5.19 e 5.20) mostraram que a concentração de pontos não indexados ocorreu nas regiões de vizinhança de contornos de grãos e nestas são observados pontos vermelhos caracterizando presença de martensita. Observa-se que nas amostras submetidas à transformação martensítica por tração (FIG 5.19) e por laminação (FIG 5.20) aumentou a concentração dos pontos não indexados em maior escala supostamente na vizinhança de grãos/subgrãos gerados devido à deformação. A amostra laminada com redução de 20% (FIG 5.22) apresentou mais regiões com martensita e nesta o percentual de pontos não indexados foi mais elevado em relação às demais amostras, correspondeu a 44%.

Através do mapa de orientação apresentado para cada análise FIGs (5.19 a 5.22) notou-se diferença de coloração em um mesmo grão/subgrão caracterizando presença de deformação não homogênea. Também são apresentados os padrões de qualidade, estes referem-se à qualidade da indexação. Regiões mais claras em tom de cinza representam melhor qualidade. O padrão de qualidade das amostras como recebidas, com martensita residual, apresentou regiões com boa qualidade de indexação e nestas amostras o percentual de pontos não indexados foi menor (TAB 5.2). Já as amostras submetidas à deformação e com maiores percentuais de martensita, apesar da identificação de pontos/regiões caracterizando a presença de martensita, verificou-se que estas não apresentaram boa qualidade de indexação. Como já mencionado, os elevados níveis de distorção na rede das amostras deformadas, em função da presença de martensita e de deformação plástica, dificultaram as análises de fases por EBSD.

Quanto às distintas técnicas utilizadas para avaliação da transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$) Difração de Raios-X, Ferritoscopia e Difração de Elétrons Retroespalhados, as duas primeiras de cunho macroscópico e EBSD de cunho microscópico, cabe ressaltar que as mesmas são de metodologias distintas e são influenciadas por fatores particulares:

- ✓ Difração de raios-X: influências nas análises podem resultar de superfície irregular da amostra, tamanho e posicionamento da mesma no equipamento. Os parâmetros de análise que devem ser ajustados para levar a um melhor perfil de pico são tamanho do passo, tempo por passo, número de pontos a partir da largura à meia altura e abertura de fendas e máscaras. A dimensão da amostra para uma medida com baixo ruído de fundo e boa relação deste com a intensidade dos picos é próxima a 20 mm². O volume de cada fase é proporcional à área sob os picos e a análise ocorre próxima à superfície da amostra, denominando-se análise superficial.
- ✓ Ferritoscopia: o magnetismo da fase martensita pode influenciar nas medidas, como também, pode haver influências devido ao posicionamento da sonda do ferritoscópio e distância da mesma à borda da amostra, espessura e rugosidade da amostra e deposição superficial de material. O percentual de martensita é proporcional à tensão gerada no instrumento devido ao volume da fase ferromagnética presente, devido a isto, denomina-se análise volumétrica.
- ✓ Difração de elétrons retroespalhados: fatores instrumentais, de calibração, de medida e intrínsecos do material podem influenciar nas análises, tais como, instrumentais: tensão do equipamento, abertura da lente, diâmetro do feixe, distância de trabalho, inclinação do detector; calibração: tempo de exposição, ganho e enquadramento médio; medida: qualidade do padrão, precisão na detecção de bandas e fatores intrínsecos do material como distorções na rede e finas partículas de fases. Esta denomina-se análise microestrutural.

5.3 ANÁLISE DE TENSÃO RESIDUAL POR DRX E ULTRASSOM

Foram submetidas à análise de tensão residual da fase austenita ou martensita por difração de raios-X as amostras como recebidas, laminada a quente (LQ) e laminada a frio/recozida (LF/R), e amostras após indução da transformação de fases por laminação e tração. Todos os resultados de tensão residual apresentados referem-se às tensões medidas em ϕ na posição de 45°, nesta posição tem-se a média entre as tensões principais σ_1 e σ_2 .

Os resultados de tensão residual da fase austenita a partir de análises no plano, a ¼ e ½ espessura das amostras como recebidas são apresentados na FIG 5.23 e observou-

se gradiente de tensão residual do plano à meia espessura. A amostra laminada a quente FIG 5.23(a) apresentou maior variação de tensão comparada àquela laminada a frio/recozida FIG 5.23(b). Através do quantitativo de fases por DRX, estas amostras apresentaram percentuais de martensita iguais a (0,8; 0,8 e 0,9%) TAB 4.10 e (0,5; 1,4 e 2,1%) TAB 4.13 nas distintas seções analisadas. As tensões residuais nestas amostras resultaram não apenas da variação volumétrica de martensita, mas da interação destas com daquelas oriundas do processamento termomecânico do material. Foi observado estado de tensão residual compressiva em todas as seções das amostras analisadas.

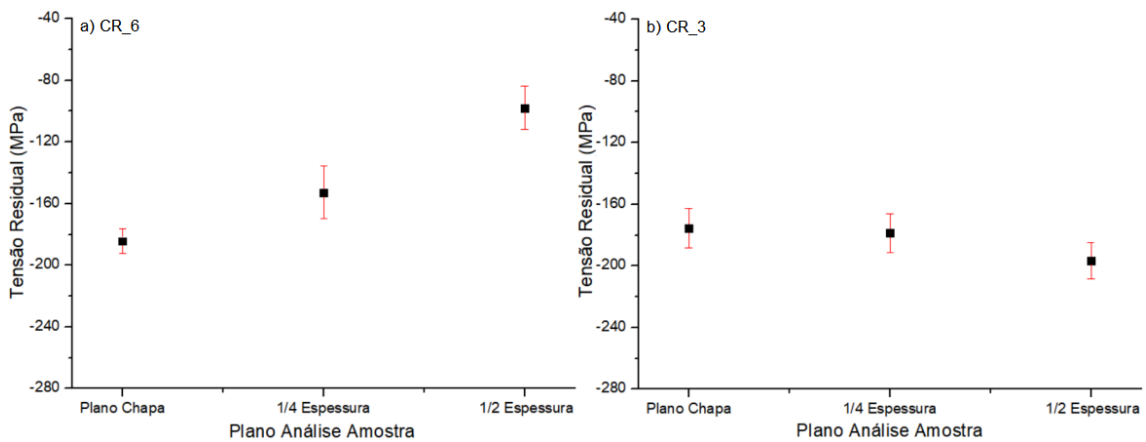


FIG 5.23: Tensão residual da fase γ no plano, a $1/4$ e $1/2$ espessura das amostras como recebidas.

Analisando-se as amostras submetidas à transformação de fases em laminação à temperatura ambiente com reduções de 20 e 80 % (TAB 4.25) também observou-se a presença de gradiente de tensão residual FIG 5.24(a) e (b). Nestas amostras foram analisadas as tensões residuais das fases austenita e martensita, respectivamente, em função do percentual da mistura de fases.

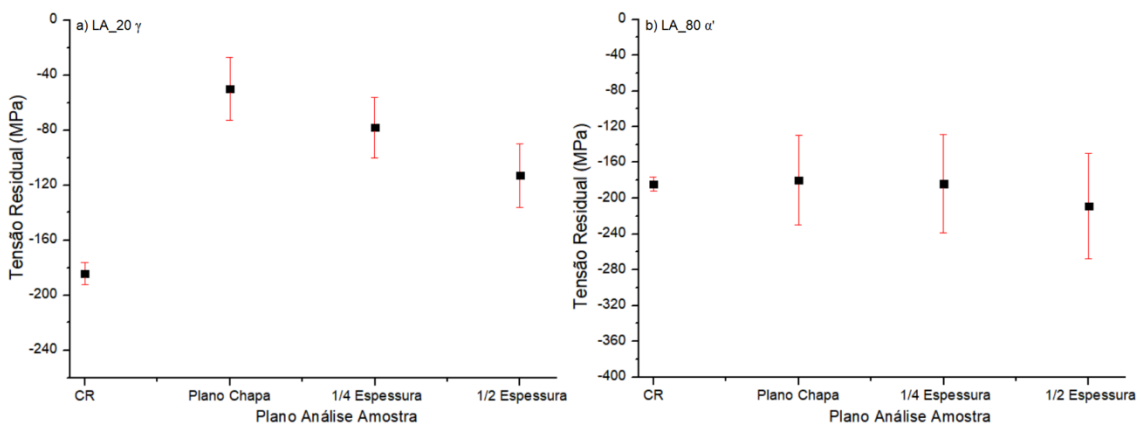


FIG 5.24: Tensão residual da fase γ na amostra LA_20 (a) e da fase α' na amostra LA_80 (b). Análises no plano a $1/4$ e $1/2$ espessura das amostras.

Para melhor compreensão do gradiente de tensão nas amostras laminadas avaliou-se o quantitativo volumétrico de martensita obtido por difração de raios-X e o aspecto destas chapas após laminação FIGs (5.25 e 5.26). O percentual volumétrico de martensita nestas amostras com reduções de 20 e 80%, do plano à meia espessura, correspondeu respectivamente a (34,8; 32,1 e 24,1%) e (95,9; 88,0 e 78,5%) e o estado de tensão vigente nas chapas pode ser compreendido através dos aspectos característicos apresentados na FIG 5.26 (CETLIN, P.R. 2005). As relações entre o arco de contato do cilindro (L) e a altura da chapa (h_i) na FIG 5.25 são determinantes quanto ao estado de tensão em chapas laminadas, conforme apresentado na FIG 5.26(a) e (b) (CETLIN, P.R. 2005).

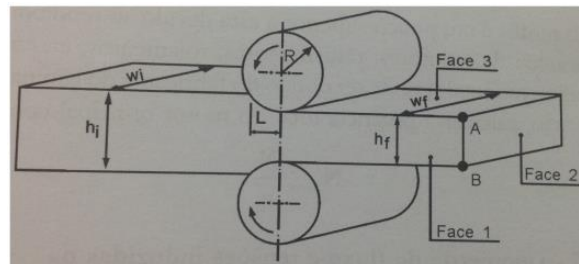
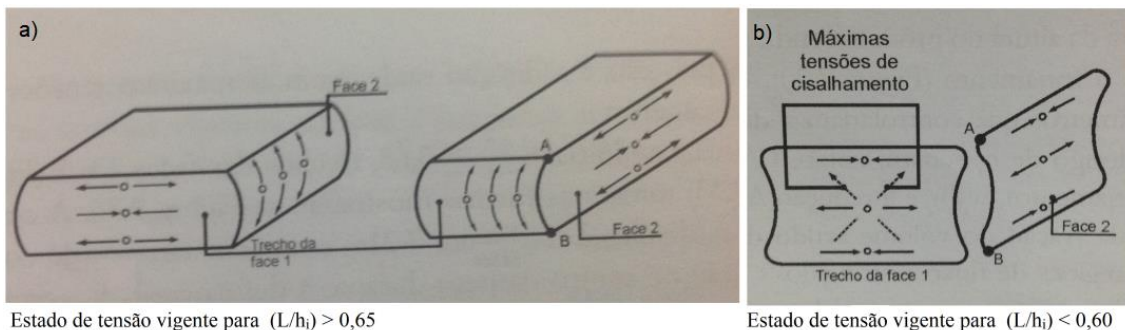


FIG 5.25: Laminação de planos (CETLIN, P.R. 2005).



Estado de tensão vigente para $(L/h_i) > 0,65$

Estado de tensão vigente para $(L/h_i) < 0,60$

FIG 5.26: Aspecto de chapas laminadas caracterizando o estado de tensão vigente (CETLIN, P.R. 2005).

De acordo com a FIG 5.25, chapa após laminação com aspecto semelhante aquele apresentado na FIG 5.26(a) caracteriza estado de tensão compressiva no centro e trativa nas vizinhanças. Neste caso, o material sofre maior expansão na região central e com isto os cilindros tendem a limitar este comportamento aplicando tensão compressiva. Desta forma, como as tensões são auto-equilibradas, a região central tenderá a arrastar as regiões próximas, ficando estas sob tração. Chapa com aspecto semelhante à FIG 5.26(b) demonstra tensão trativa no centro e compressiva nas imediações. O material sofre espalhamento nas extremidades e para conter isto os

cilindros impõem tensões compressivas, devido ao auto-equilíbrio das tensões residuais, a região central fica sob tração (CETLIN, P.R. 2005). As chapas laminadas à temperatura ambiente e criogênica neste trabalho apresentaram aspecto semelhante à FIG 5.26(a), tensão compressiva no centro e trativa nas regiões adjacentes.

A partir da compreensão do estado de tensão vigente após laminação à temperatura ambiente, os resultados de tensão residual das fases austenita e martensita das chapas com reduções de 20 e 80% (FIG 5.24) mostraram coerência. À amostra como recebida com tensão compressiva, quando submetida à laminação com redução de 20%, para indução da transformação de fases, foram introduzidas tensões compressivas na região central e trativas nas adjacências. Com o desbaste da amostra verificou-se tensão compressiva de maior magnitude a meia espessura. As tensões trativas inseridas na laminação não excederam às tensões compressivas, mas houve diminuição da magnitude das tensões compressivas como observado a partir das análises no plano e a $\frac{1}{4}$ de espessura da amostra, quando comparada à amostra como recebida. A medida de tensão residual da fase martensita na amostra com 80% de redução apresentou comportamento similar ao observado na amostra com 20% de redução, onde observou-se tensão compressiva de maior magnitude à meia espessura. Nesta amostra houve menor variação nos valores de tensão residual, supostamente devido à menor espessura, e a magnitude da tensão à meia espessura foi maior do que aquela observada na amostra como recebida. Os valores de desvio padrão das medidas de tensão residual da fase martensita na amostra com 80% de redução foram mais elevados do que aqueles observados nas medidas de tensão da fase austenita, na amostra com 20% de redução, supostamente devido à heterogeneidade das tensões nesta amostra.

Em função dos elevados percentuais volumétricos de martensita nas amostras submetidas à transformação de fases em laminação criogênica (TAB 4.25), com reduções de 20, 40, 60 e 80%, só foi possível medir a tensão residual desta fase. Estes resultados são apresentados na FIG 5.27. As análises foram realizadas no plano e a meia espessura das amostras.

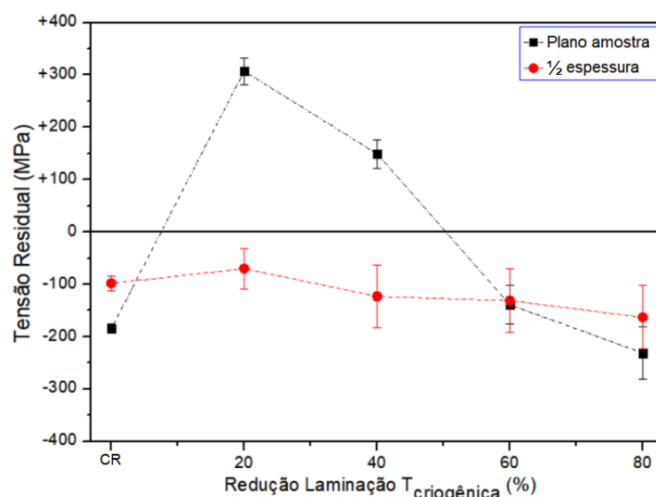


FIG 5.27: Tensão residual da fase α' em amostras com 20%, 40, 60 e 80% de redução em laminação criogênica, análises no plano e à meia espessura.

Conforme resultados obtidos, as amostras laminadas à temperatura criogênica apresentaram tensões trativas e compressivas, estas foram distintas em função do percentual de redução em laminação e do volume de martensita (FIG 5.27). As amostras com 20 e 40% de redução apresentaram tensão residual trativa no plano com magnitudes próximas a 300 e 160 MPa, respectivamente. Com base no aspecto das chapas, as tensões trativas introduzidas em regiões próximas à superfície dessas amostras excederam à magnitude da tensão compressiva presente na amostra como recebida, porém a meia espessura a tensão foi compressiva. As amostras com reduções subsequentes de 60 e 80% sofreram transformação de fase total, apresentando 100% de martensita- α' e estas apresentaram tensão compressiva tanto no plano quanto a meia espessura. Graficamente observa-se oscilação significativa das medidas de tensão realizadas no plano das amostras, mas à meia espessura as tensões apresentaram pequenas variações em função do volume de martensita e do incremento da deformação plástica. Com exceção da amostra como recebida com 0,8% de martensita e da amostra com 20% de redução, com 66% desta fase, as demais apresentaram percentuais próximos de martensita entre 98 e 100%.

Os resultados de tensão residual da fase austenita de amostras tracionadas à temperatura ambiente com deformação de 24% (TAB 4.26), nas condições recebidas LQ e LF/R, são apresentados na FIG 5.28 (a) e (b), respectivamente. As medidas foram realizadas no plano e a meia espessura das amostras.

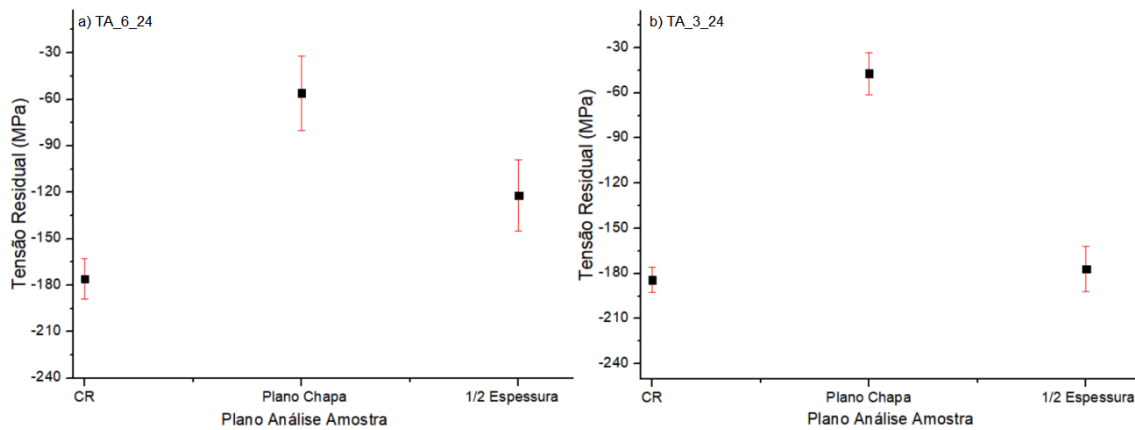


FIG 5.28: Tensão residual da fase γ no plano e a $\frac{1}{4}$ de espessura de amostras tracionadas à temperatura ambiente com 24% de deformação.

Como observa-se na FIG 5.28 as amostras com distintas condições de processamento termomecânico apresentaram tensão residual compressiva após transformação martensítica induzida por tração. Tensão de maior magnitude foi verificada a meia espessura dessas amostras. De acordo com os resultados, as tensões tratativas adicionadas àquelas da amostra como recebida para indução da transformação martensítica, após deformação de 24%, diminuíram a magnitude da tensão residual. Porém, em análises à meia espessura a tensão tornou-se mais compressiva se aproximando daquela da amostra como recebida. Observou-se tensão compressiva de maior magnitude a meia espessura da amostra em condição de laminada a frio/recozida e esta também apresentou menores valores de desvio padrão FIG 5.28(b) em relação à amostra LQ. De maneira geral, o comportamento do estado de tensão foi similar em ambas as amostras.

As tensões residuais medidas nas fases austenita e martensita das amostras submetidas à transformação de fases induzida por laminação à temperatura ambiente e criogênica e por tração à temperatura ambiente provavelmente resultaram das tensões atuantes no processo de deformação e das tensões desenvolvidas pela transformação martensítica. De forma geral, as tensões residuais são consequências de interações entre deformação, temperatura e microestrutura (PAPULA, S. *et al*, 2014).

Comparando as amostras com deformações equivalentes, 20% em laminação e 24% em tração, as mesmas apresentaram tensão residual compressiva na fase austenita em análises realizadas no plano e a meia espessura (TAB 5.3).

TAB 5.3: Tensão residual da fase austenita em amostras com deformações equivalentes em laminação e tração.

Amostra	α' (V%) DRX	Tensão (MPa) γ	DP (MPa)
LA_20_Plano	34,8	-50	23
LA_20_½	24,1	-113	23
TA_6_24_Plano	8,2	-56	24
TA_6_24_½	4,1	-122	23

Como observa-se a partir da TAB 5.3 as amostras com deformações equivalentes similares apresentaram percentuais de martensita distintos em análise no plano e a meia espessura, correspondentes a (34,8 e 24,1%) após laminação e (8,2 e 4,1%) após tração. Porém, o quantitativo de tensão residual foi similar correspondendo a (-50 e -113 MPa) e (-56 e -122 MPa), respectivamente. Desta forma, para o material com a mesma condição de processamento termomecânico submetido a deformações equivalentes similares nos distintos modos de deformação e com conteúdo de martensita distinto, encontrou-se o mesmo estado de tensão residual com valores próximos. Supostamente, as tensões de laminação e tração se sobrepõem às tensões geradas pela transformação martensítica induzida por deformação.

Com base nos resultados obtidos através das análises de tensão residual, das fases austenita e martensita, por difração de raios-X, de amostras do aço inoxidável 304L submetidas à transformação martensítica por laminação e tração, observou-se predominância de tensão compressiva. Apenas em duas amostras, estas com reduções de 20 e 40% em laminação criogênica, observou-se tensão trativa em análises no plano, mas à meia espessura dessas amostras também foram observadas tensões compressivas. Os resultados de tensão residual das amostras analisadas apresentaram coerência a partir da análise do aspecto das chapas laminadas, como também, em função da tensão trativa nos ensaios de tração, considerando-se as tensões residuais presentes na amostra como recebida. Não há como dissociar as tensões residuais dos processos de deformação daquelas resultantes da transformação de fases quando trata-se da transformação de fases induzida por deformação plástica. Tentou-se neste trabalho induzir a transformação martensítica atérmica, sem deformação plástica associada, para mensurar as tensões residuais resultantes apenas da transformação de martensítica (FIG 4.10), porém o pico de martensita gerado não apresentou intensidade suficiente para realização da medida por difração de raios-X.

Em abordagens na literatura (TARAN, 2003, 2004 e 2007; PAPULA, 2012; MSOLLI, 2016) não existe uma definição única quanto ao estado de tensões residuais em aço TRIP após transformação de martensítica. TARAN e colaboradores (2003 e 2004) investigando as tensões residuais em aço inoxidável austenítico AISI 321, após transformação de fases induzida por ensaio de fadiga uniaxial, reportaram que geralmente espera-se que a fase martensita apresente tensão residual compressiva hidrostática, enquanto a austenita tensão trativa. Porém, os estados de tensão encontrados em suas análises foram opostos, ou seja, a austenita apresentou tensão compressiva e a martensita tensão trativa (FIG 2.45). Em 2007 TARAN e colaboradores estudaram o estado de tensão residual da transformação de fases neste mesmo aço após ensaio de fadiga biaxial. As tensões residuais da fase martensita foram trativas e da fase austenita oscilaram entre trativas e compressivas. Segundo TARAN, as tensões da deformação plástica podem ter superado àquelas da transformação de fases e foram observadas nos resultados. BLECK (2002) menciona em seu trabalho que na transformação de fases em aço TRIP a austenita é estabilizada por tensão compressiva hidrostática. PAPULA e colaboradores (2014) estudaram as tensões residuais provenientes da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha'$) em alguns aços inoxidáveis austenítico após a formação retardada de trincas (Delayed Cracking). Os autores mencionaram que material bifásico quando deformado, a fase de maior dureza (martensita) apresenta tensão trativa e a fase macia (austenita) tensão compressiva. Os resultados mostraram a presença de tensão residual trativa nas duas fases.

Desta forma, o estudo de tensões residuais a partir da transformação martensítica por deformação em aço TRIP é complexo devido a interação entre as tensões do processo de deformação com aquelas resultantes da transformação de fases. Como também, devido a características intrínsecas de cada fase como diferença de coeficiente de expansão térmica, módulo de elasticidade e limite de escoamento que podem influenciar no surgimento das tensões residuais (WITHERS, P.J. & BHADSHIA, H.K.D.H., 2001; TARAN, Y.V. *et al.*, 2003, 2004 e 2007).

Em análise de tensão residual por difração de raios-X a heterogeneidade da medida pode ser avaliada a partir do perfil de pico e da relação gráfica entre as distâncias interplanares e o \sin^2 de cada ângulo de medida (*psi*), como exemplo FIG 5.29. Na FIG 5.29(a) apresenta-se análise de tensão residual com homogeneidade na medida, amostra como recebida laminada a quente com 0,8% de martensita (medida realizada na fase austenita). Em FIG 5.29(b) apresenta-se resultado com certo

espalhamento na medida de tensão, amostra com 80% de deformação em laminação à temperatura criogênica e com 100% de martensita (medida realizada na fase martensita).

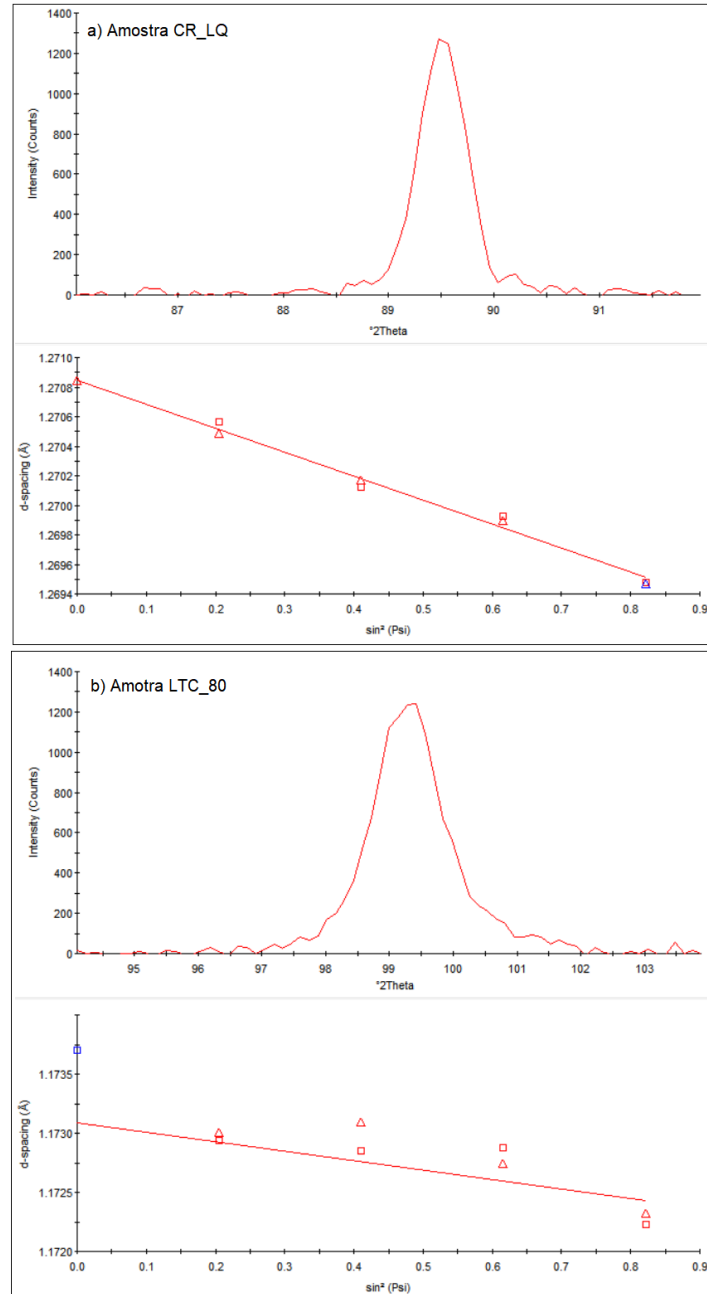


FIG 5.29: Perfil de pico e a relação distância interplanar *versus* \sin^2 de ψ : a) amostra CR laminada a quente e b) amostra com 80% de redução em laminação à $T_{\text{criogênica}}$.

A partir de observações nos perfis de pico das medidas de tensão residual realizadas nas fases austenita e martensita, houve maior espalhamento nas medidas da fase martensita. Este fato possivelmente estar relacionado ao complexo estado de deformação na rede. Maiores valores de desvio padrão foram observados nestas

medidas. Foram submetidas à análise de tensão residual da fase austenita e/ou martensita as demais amostras deformadas em laminação e tração em temperatura ambiente e criogênica. Porém, observou-se grande espalhamento nas medidas demonstrando heterogeneidade na distribuição das tensões residuais, certamente devido à proporção da mistura de fases, o que resultou em valores inaceitáveis de desvio padrão. Observou-se a partir da transformação de fases ($\gamma \rightarrow \alpha'$) do aço TRIP 304L que em amostras com percentuais de martensita de até 35% só foi possível medir tensão residual da fase austenita e em amostras com percentuais de martensita igual ou superior a 66% só foi possível medir a tensão desta fase. A partir desses resultados pode-se inferir que: com predominância de martensita transformada, acima de 66%, a austenita retida não causou grandes influências sobre as medidas de tensão residual da martensita, mas quando o percentual de martensita na mistura de fases foi acima de 35% a presença desta fase não permitiu a medida de tensão residual da fase austenita. Desta forma, a mistura de fases austenita-martensita, permite medida de tensão residual por difração de raios-X da fase austenita quando o percentual de martensita é de até 35% e quando o volume de martensita é igual ou superior a 66% só é possível medir a tensão residual desta fase.

Foram analisados os picos de difração das fases austenita (89°) e martensita (99°) das amostras deformadas para indução da transformação de fases, quanto a ocorrência de deslocamento e/ou alargamento em relação à amostra como recebida. Deslocamento e/ou alargamento de pico referem-se à presença de macro ou microtensões residuais e estas podem coexistir quando o material é deformado plasticamente (CULLITY, 1978). A sobreposição dos picos para estas observações foi realizada a partir dos difratogramas de cada amostra. Nas FIGs (5.30 e 5.31) apresenta-se o comportamento dos picos das fases γ e α' após laminação e tração em temperatura ambiente e criogênica.

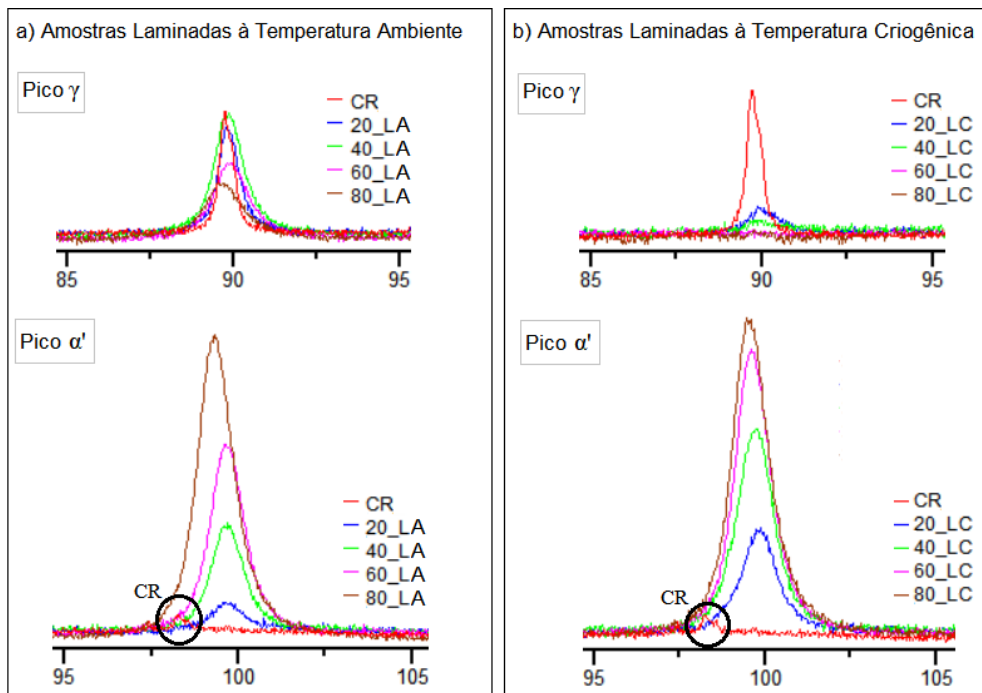
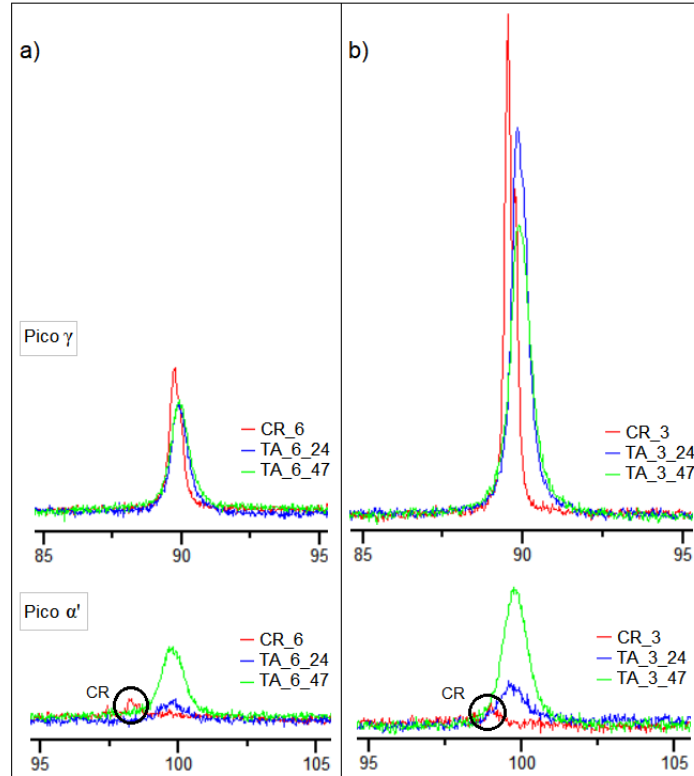


FIG 5.30: Avaliação do comportamento de pico das fases γ e α' , deslocamento e/ou alargamento, em amostras laminadas com reduções de 20, 40, 60 e 80%.

Com base nos resultados apresentados FIG 5.30(a) e (b) e 5.31(a) e (c) a amostra na condição recebida laminada a quente após indução da transformação martensítica por laminação a tração apresentou os seguintes efeitos do pico da fase martensita em relação à amostra como recebida: alargamento acentuado após laminação e deslocamento acentuado após tração. Entre as amostras submetidas à tração em condição laminada a quente FIG 5.30(a) e (c) e laminada a frio recozida FIG 5.30(b) e (d) aquela na condição de laminada a quente apresentou deslocamento de pico mais acentuado. Nas medidas de tensão residual da fase martensita foi necessário aumentar o range, parâmetro de medida (TAB 3.7), porque aplicando-se o mesmo valor daquele usado nas medidas da fase austenita o pico da fase martensita ficava com grande alargamento. A partir dessas observações, verificou-se a magnitude do alargamento do pico da fase martensita em relação ao pico da fase austenita.

Conforme resultados apresentados, após indução da transformação martensítica, por laminação e tração, foi possível observar o comportamento dos picos das respectivas fases, quanto à incidência de alargamento e/ou deslocamento, em função do incremento de deformação plástica e transformação martensítica.

Amostras Tracionadas à Temperatura Ambiente



Amostras Tracionadas à Temperatura Criogênica

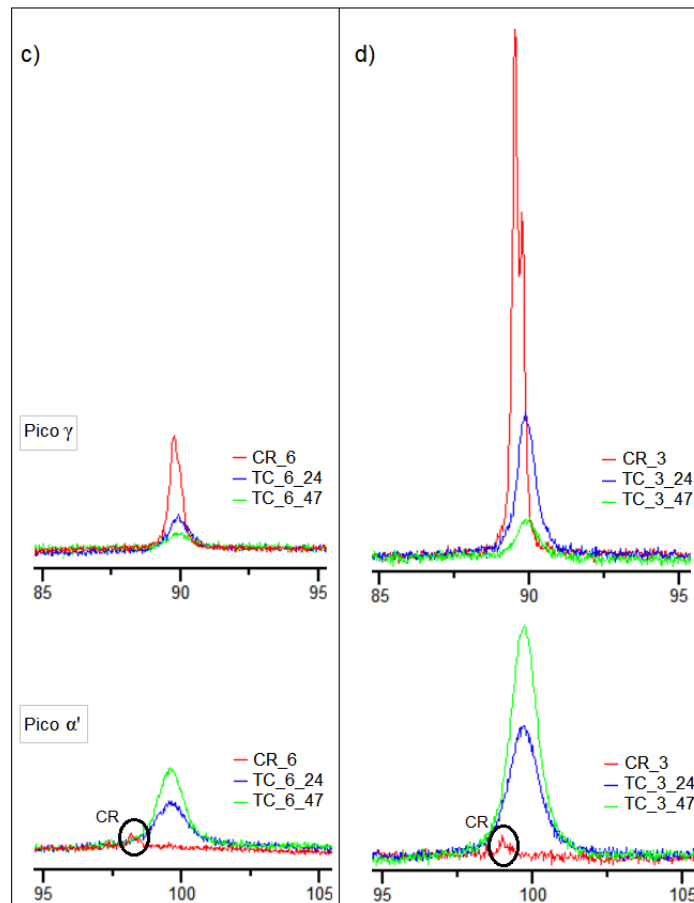


FIG 5.31: Avaliação do comportamento de pico das fases γ e α' , deslocamento e/ou alargamento, em amostras tracionadas com deformação de 24%.

As medidas de tensão residual por ultrassom foram realizadas em amostras submetidas à transformação martensítica por laminação e nas amostras submetidas à transformação de fases por tração realizou-se medidas de velocidade da onda longitudinal.

Os resultados das medidas de velocidade da onda ultrassônica longitudinal nas amostras tracionadas à temperatura ambiente e criogênica, com deformações de 24 e 47% são apresentados nas FIGs (5.32 e 5.33). As análises foram realizadas no plano, a $\frac{1}{4}$ e a $\frac{1}{2}$ espessura das amostras, com exceção das amostras em condição laminada a frio/recozida após tração em temperatura criogênica FIG 5.33 (b) onde as análises foram realizadas apenas no plano a $\frac{1}{4}$ de espessura.

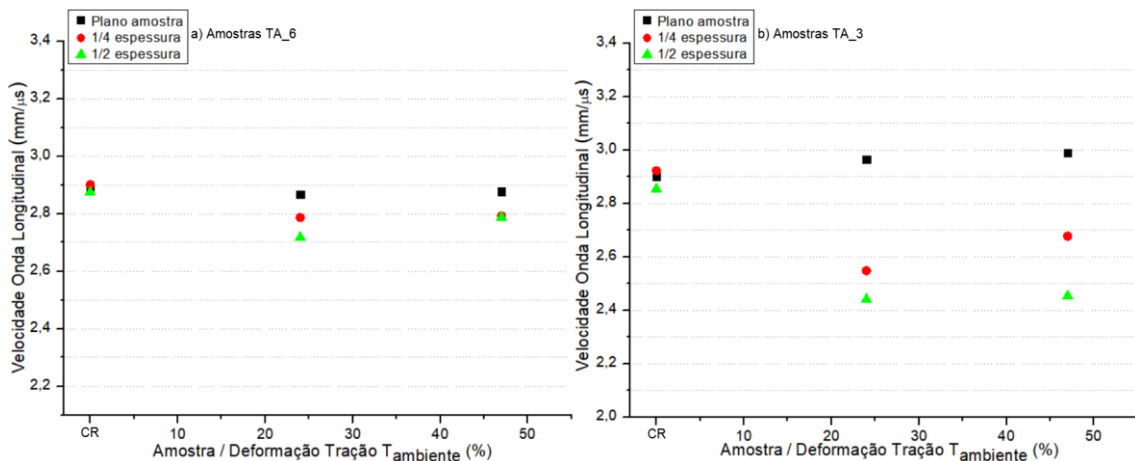


FIG 5.32: Velocidade da onda longitudinal em amostras nas condições laminada a quente (a) e laminada a frio/recozida (b) após tração à temperatura ambiente.

A partir das medidas de velocidade da onda longitudinal em amostras na condição laminada a quente após transformação martensítica por tração em temperatura ambiente FIG 5.32(a) observou-se que: a amostra com 47% de deformação apresentou velocidades iguais nas medidas realizadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura e estas foram iguais a velocidade na amostra com 24% de deformação em análise a $\frac{1}{4}$ de espessura; a amostra com 24% de deformação apresentou em análise no plano velocidade igual à amostra como recebida com análise à meia espessura. A velocidade da onda longitudinal foi diferente em todas as seções das amostras tracionadas em condição LF/R com de 24 e 47% FIG 5.32(b).

Com os resultados da análise da onda longitudinal nas amostras com distintas condições de processamento termomecânico (LQ e LF/R) tracionadas em temperatura criogênica (FIG 5.33) observou-se: velocidade igual em análises no plano das amostras

em condição laminada a quente com deformações de 24 e 47% FIG 5.33(a) e igual em análise a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura da amostra com 24% de deformação; velocidades iguais a $\frac{1}{4}$ de espessura da amostra com 47% de deformação e plano da amostra como recebida. A velocidade da onda longitudinal em amostras na condição laminada a frio/recozida FIG 5.33(b) foi distinta em análise no plano e a meia espessura. Em função dos resultados, valores próximos foram observados entre as seções das amostras em condição recebida laminada a quente e maiores diferenças destes foram observadas nas distintas seções da amostra em condição de laminada a frio/recozida. Como observa-se, as condições microestruturais da amostra em condição laminada a frio/recozida, após transformação de fases por tração tanto em temperatura ambiente FIG 5.32(b) quanto criogênica FIG 5.33(b) provocaram maiores alterações na velocidade da onda longitudinal.

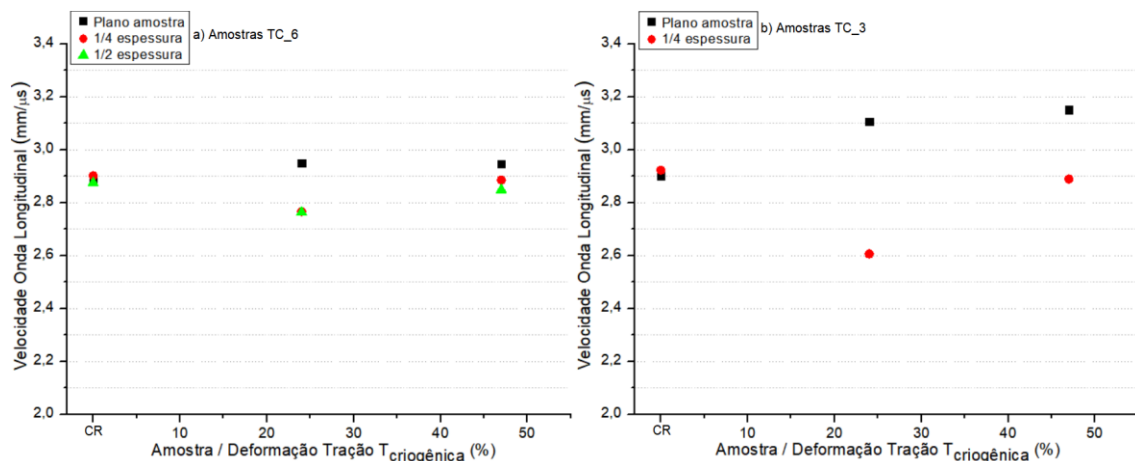


FIG 5.33: Velocidade da onda longitudinal em amostras nas condições laminada a quente (a) e laminada a frio/recozida (b) após tração à temperatura criogênica.

Os resultados de velocidade da onda ultrassônica longitudinal em amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica com reduções de 20, 40 e 60% são apresentados na FIG 5.34. A partir da FIG 5.34(a) verificou-se que: a velocidade da onda longitudinal em análise a $\frac{1}{4}$ de espessura da amostra com 20% foi igual àquela da amostra com recebida em análise no plano; também verificou-se velocidades iguais entre as medidas no plano da amostra com 20% de redução e medida a meia espessura da amostra como recebida; a amostra com 40% de redução apresentou valores distintos em todas as seções; com a amostra de 60% de redução observou-se velocidades da onda iguais em análises no plano e a $\frac{1}{4}$ de espessura e estas também foram iguais à velocidade a $\frac{1}{4}$ de espessura da amostra como recebida. Quanto às amostras laminadas em temperatura criogênica FIG 5.34(b) a velocidade da onda longitudinal foi igual em

análise no plano das amostras com 20 e 40% de redução e as demais medidas apresentaram valores distintos. Grande deslocamento foi observado na medida realizada no plano da amostra com 60% de redução em relação àquelas a 1/4 e 1/2 espessura.

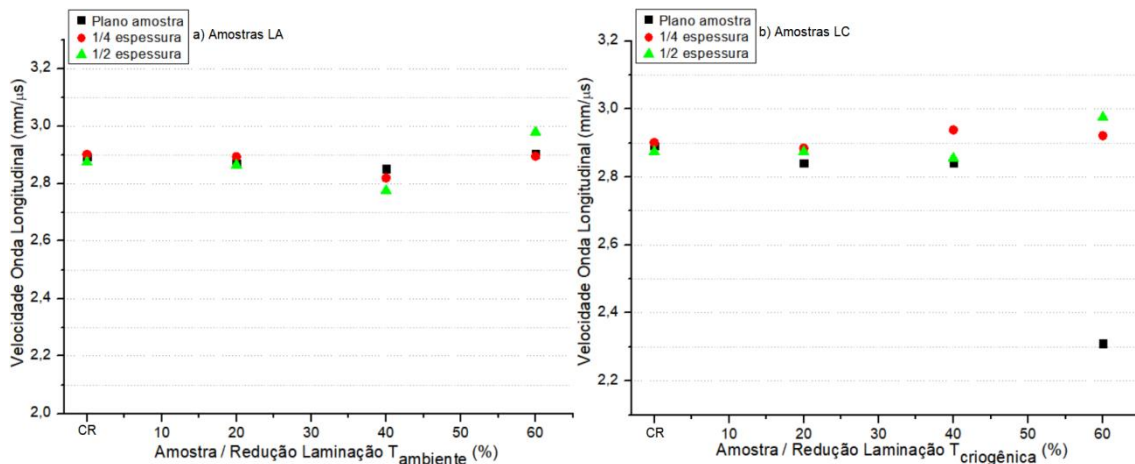


FIG 5.34: Velocidade da onda longitudinal em amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica.

Comparando-se a velocidade da onda longitudinal em amostras submetidas à transformação martensítica por laminação e tração à temperatura ambiente e criogênica observou-se que houve variações, porém de pequena magnitude em função do incremento da deformação plástica e das mudanças microestruturais provocadas pela transformação de fases. Foi possível perceber variação de velocidade da onda em análises realizadas no plano, a 1/4 e a 1/2 espessura das amostras. Maiores variações foram observadas nas amostras em condição laminada a frio/recozida.

As medidas de velocidade da onda cisalhante em amostras laminadas em temperatura ambiente e criogênica são apresentadas nas FIGs (5.35 e 5.36). Foram encontrados distintos valores de velocidade da onda com polarização nas direções longitudinal e transversal em todas as amostras analisadas. Não houve tendência definida entre as medidas realizadas nas diferentes seções das amostras.

Em função destes resultados, observa-se que ocorreu variação acentuada da velocidade da onda em função do grau de laminação, tanto de velocidade com polarização longitudinal quanto transversal. E essas variações ocorreram em sentidos opostos, a velocidade com polarização longitudinal aumentou enquanto a transversal diminuiu, indicando grande variação da anisotropia do material decorrente, possivelmente, da variação de textura e tensão no material.

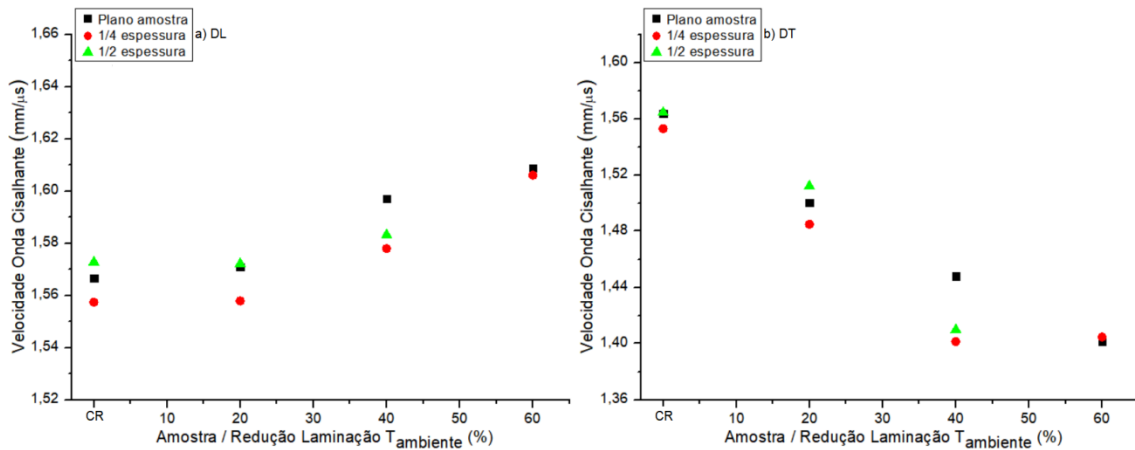


FIG 5.35: Velocidade da onda cisalhante nas direções longitudinal (a) e transversal (b) em amostras laminadas à temperatura ambiente.

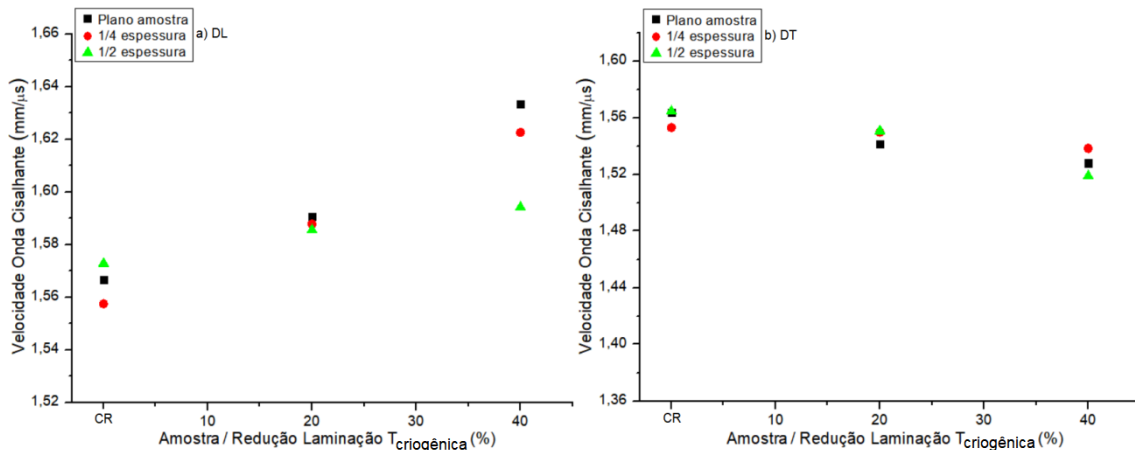


FIG 5.36: Velocidade da onda cisalhante nas direções longitudinal (a) e transversal (b) em amostras laminadas à temperatura criogênica.

Para as amostras laminadas em temperatura ambiente e criogênica calculou-se a birrefringência acústica para proceder à quantificação de tensões residuais (FIG 5.37). Os resultados obtidos a partir de medidas no plano, a 1/4 e a 1/2 espessura das amostras apresentaram valores distintos. A magnitude da birrefringência negativa aumentou para maiores níveis de deformação plástica e percentuais de martensita.

O desvio padrão das medidas de ultrassom como velocidade das ondas longitudinal e cisalhante, birrefringência e tensão residual ficou entre 10^{-8} e 10^{-12} .

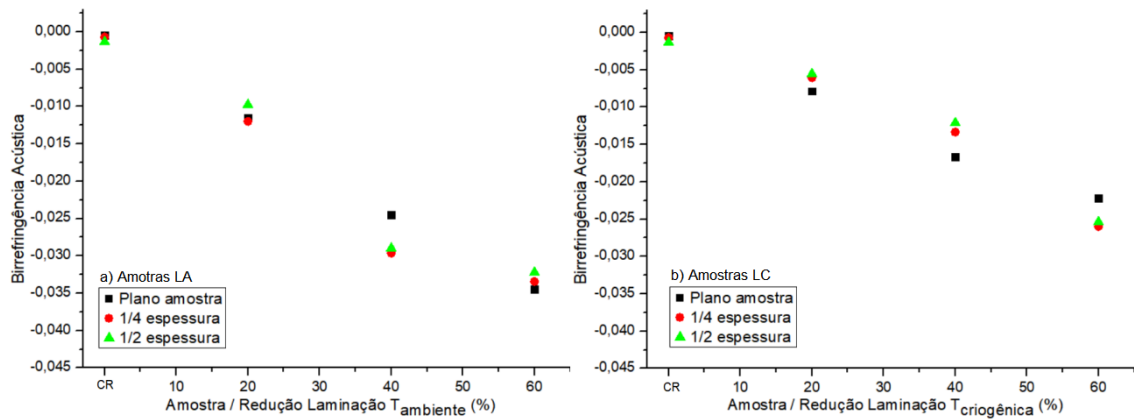


FIG 5.37: Birrefringência acústica das amostras laminadas à temperatura ambiente e criogênica.

Os resultados quantitativos de tensão residual por ultrassom do aço inoxidável 304L submetido à transformação de fases por laminação em temperatura ambiente e criogênica com reduções de 20, 40 e 60% são apresentados nas FIGs (5.38 e 5.39).

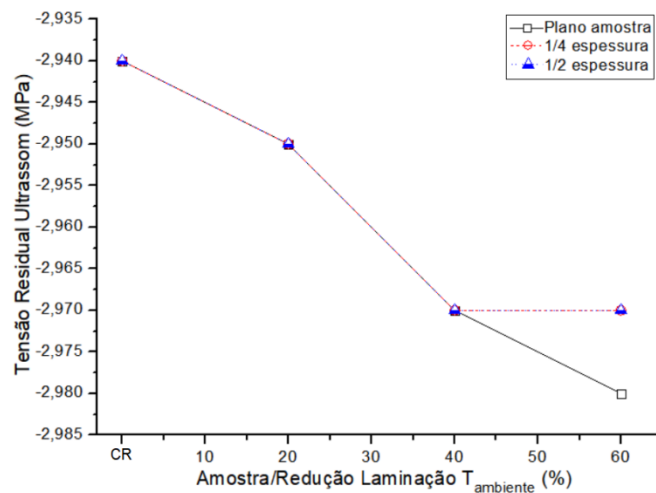


FIG 5.38: Tensão residual por ultrassom após indução da transformação martensítica por laminação em temperatura ambiente.

De acordo com as FIGs (5.38 e 5.39) após transformação martensítica induzida por laminação em temperatura ambiente e criogênica as amostras apresentaram estado de tensão residual compressiva.

A partir dos resultados das amostras laminadas em temperatura ambiente (FIG 5.38) observou-se que a magnitude da tensão residual compressiva foi modificada em função do incremento das reduções em laminação e evolução da transformação martensítica. As análises realizadas no plano, a 1/4 e a 1/2 espessura das amostras com 20 e 40% de redução apresentaram valores iguais de tensão. Os resultados das análises a 1/4 e meia espessura da amostra com 60% foram iguais entre si (-2,97 MPa) e distintos

daquele encontrado no plano da amostra (-2,98 MPa), pode ter ocorrido influência das pequenas espessuras das amostras. Os resultados obtidos com as análises no plano das amostras apresentaram tendência satisfatória.

Os resultados de tensão residual das amostras submetidas à transformação martensítica por laminação criogênica apresentaram espalhamento nas medidas realizadas nas distintas seções analisadas (FIG 5.39). A partir das análises no plano das chapas observou-se que a amostra com 20% de redução apresentou a mesma magnitude de tensão da amostra como recebida e que a magnitude da tensão aumentou na amostra com 40% redução, mas esta foi igual àquela da amostra com 60% de redução. As análises realizadas a 1/4 e à meia espessura das amostras apresentaram o mesmo comportamento de tensão entre si e distinto daquele observado no plano das amostras: a magnitude da tensão compressiva na amostra com 20% de redução foi maior do que na amostra como recebida, após 40% de redução a tensão continuou a mesma e com a redução de 60% a magnitude da tensão aumentou.

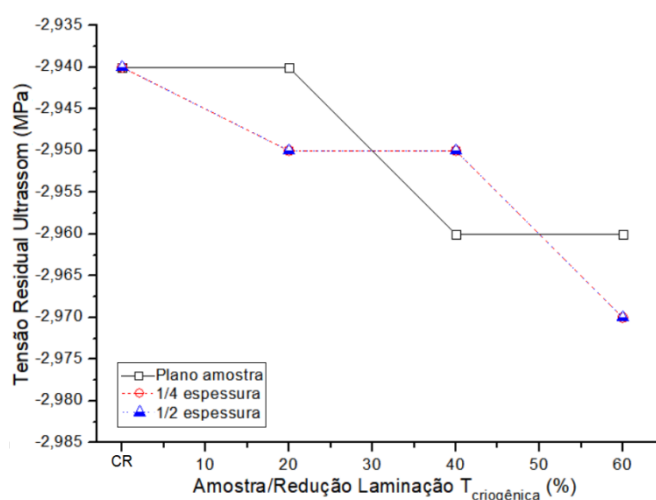


FIG 5.39: Tensão residual por ultrassom após indução da transformação martensítica por laminação em temperatura criogênica.

Com base nos resultados, a diferença quantitativa entre as tensões principais σ_1 e σ_2 não foi de grande significância, mas observou-se certa variação em função do nível de deformação plástica e da transformação martensítica. O comportamento das medidas foi distinto nos grupos de amostras analisados e estas possuíam microestruturas distintas em função do percentual de fase transformada.

A análise de tensão residual por ultrassom é volumétrica e desta forma obteve-se o estado de tensão presente no material em função da mistura de fases resultante da

transformação austenita-martensita e das tensões inseridas devido às deformações/reduções em laminação. Por ultrassom obtém-se ($\sigma_1 - \sigma_2$), desta forma, a magnitude das tensões nas análises realizadas resultou desta relação entre as tensões principais. Como observou-se, o método de birrefringência acústica apresentou sensibilidade à variação de tensões residuais em amostras bifásicas do aço 304L após transformação de fases por laminação com diferentes percentuais de redução. Por difração de raios-X as medidas resultam em valores individuais de σ_1 e σ_2 , realizando-se operação matemática de subtração das tensões principais para as análises realizadas nas respectivas amostras, os valores diferem daqueles obtidos por ultrassom. No entanto, as técnicas utilizadas possuem princípios e metodologias distintos. As análises de tensão residual por difração de raios-X são superficiais, onde uma pequena camada da amostra, na ordem de micron é analisada e as tensões para cada fase são analisadas a partir do pico de maior 2 theta com intensidade moderada. Erros experimentais estão relacionados a fatores como rugosidade da amostra, presença de textura cristalográfica e forte gradiente de tensões residuais. A análise de ultrassom é volumétrica e desta forma, realiza medida de tensão residual do material de forma abrangente. As medidas são influenciadas por presença de textura cristalográfica, heterogeneidade de deformação, presença de precipitados, densidade de discordâncias e textura cristalográfica (SOARES, M.C.B.V.; 1998).

As respostas qualitativas do estado de tensão residual após transformação de fases induzida por deformação foram satisfatórias através das técnicas de difração de raios-X e ultrassom onde observou-se tensão compressiva.

6 CONCLUSÃO

- ✓ As distintas preparações metalográficas via polimento mecânico, químico e eletrolítico provocaram maiores diferenças quantitativas na magnitude das tensões residuais do que nos percentuais de fases;
- ✓ O polimento eletrolítico se mostrou promissor em análises de fases e tensão residual a partir da transformação martensítica;
- ✓ Ocorreu transformação martensítica total a partir com reduções de 60 e 80% em laminação criogênica com temperatura estimada a partir da composição química do material;
- ✓ Ocorreu maior transformação de fases induzida por laminação do que por tração com deformações equivalentes, tanto em temperatura ambiente quanto criogênica;
- ✓ Observou-se variação do percentual volumétrico de martensita do plano à meia espessura de amostras laminadas e tracionadas;
- ✓ Houve transformação martensítica mais intensa do material na condição como recebido laminado a frio/recozido em relação ao material na condição laminado a quente;
- ✓ Verificou-se maior presença de martensita- ϵ no material na condição laminado a quente em relação aquele laminado a frio/recozido após transformação de fases por tração e com menor nível de deformação;
- ✓ Elevados níveis de deformação na rede cristalina causados pela deformação do material, assim como pela presença de martensita, dificultam a obtenção de padrão em EBSD;

- ✓ Através das análises de tensão residual por DRX observou-se estado de tensão residual compressiva nas fases austenita e martensita;
- ✓ Observou-se gradiente de tensão residual por DRX a partir de análises realizadas em diferentes seções das amostras;
- ✓ As respostas qualitativas das análises de tensão residual por DRX e Ultrassom foram satisfatórias, observou-se estado de tensão residual compressiva após transformação martensítica.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Preparação metalográfica via polimento iônico para realização de análises quantitativas de fases e tensão residual;
- ✓ Análise por Microscopia Eletrônica de Transmissão com o objetivo de se verificar falhas de empilhamento, bandas de cisalhamento e as fases martensita ϵ e α' ;
- ✓ Análise de discordâncias por Difração de Raios-X após transformação de fases com diferentes níveis de deformação plástica;
- ✓ Realização de medida do parâmetro de rede e de tensão residual por Difração de Nêutron;
- ✓ Estudo comparativo da transformação martensítica entre os aços TRIP 201LN e 304L.

8 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

- ALVES, J.M.; **Análise da Transformação Martensítica e Tensão Residual em um Aço Inoxidável 304L**, Dissertação, IME, Rio de Janeiro - RJ, pp.113, 2014.
- AMAR, K.D; MURDOCK, D.C.; MATAYA, M.C.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K.; **Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction**, Scripta Materialia 50 (2004), pp.1445-1449.
- ANGEL, T.; **Formation of Martensite in Austenitic Steels**, J. Iron Steel Inst., 5(1954), pp.165-174.
- ANTUNES, A.E.B.; ANTUNES, L.M.D.; SAMPAIO, M.; **Comportamento plástico no escoamento de aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis**, Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v.30 n.1-2(2011), pp.18-23.
- BACKOFEN, W.A.; **Deformation Processing**, 1972, pp.326.
- BYUN, T.S.; HASHIMOTO, N.; FARRELL, K.; **Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviors in austenitic stainless steels**, Acta Materialia 52(2004), pp.3889-3899.
- CAKMAK, E.; VOGEL, S.C.; CHOO, H.; **Effect of martensitic phase transformation on the hardening behavior and texture evolution in a 304L stainless steel under compression at liquid nitrogen temperature**, Materials Science & Engineering A 589(2014), pp.235-241.
- CARMO, D.C.; BITTENCOURT, M.S.Q.; FILHO, O.J.A.G.; LAMY, C.A.; FILHO, J.C.P.; **Identificação por ultra-som das regiões de tensões trativas e compressivas numa barra fletida**, Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, 4(2007), pp.13-17.
- CETLIN, P.R.; HORACIO, H.; **Fundamentos da conformação mecânica dos metais**, Ed. 1ª, Editora Guanabara Dois, São Paulo (2005), pp. 260.
- CINA, B.; J. **Iron Steel Inst.** (1954), pp.791.
- CULLITY, B.D.; **Elements of X-Ray Diffraction**, 2ª ed., Addison-Wesley Publishing Company, 1978.
- DIETER, G.E.; **Metalurgia Mecânica**, Ed. 2ª, Editora Guanabara Dois, Rio de Janeiro, (1981), pp.660.
- DEVOS, D.; DUQUENNOY, M.; ROMÉRO, E.; JENOT, F.; LOCHEGNIES, D.; OUAFTOUH, M.; OURAK, M.; **Ultrasonic evaluation of residual stresses in flat glass tempering by an original double interferometric detection**, Ultrasonics 4(2006), pp.923–927.

- EGNER, H.; SKOCZEN, B.; RYS, M.; **Constitutive and numerical modeling of coupled dissipative phenomena in 316L stainless steel at cryogenic temperatures**, International Journal of Plasticity 64(2015), pp.113-133.
- ENGLER, O. & RANDLE, V. 2010, O.; RANDLE, V.; **Introduction to texture analysis macrotexture, microtexture and orientation mapping**, 2 ed.; CRC Press, USA, 2010, pp.490.
- FEREZIN, J.W.; **Estudo por difratometria de raios-x da transformação martensítica induzida por deformação de dois aços inoxidáveis austeníticos**, Trabalho de Conclusão de curso, Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo/SP (2016), pp.96.
- FISHER, J.C.; TURNBULL, D.; **Influence of stress on martensite nucleation**, Acta Metallurgica, Vol. 1, 5(1953), pp.310-314.
- GARCIA, A.; SPIN, J.A.; SANTOS, C.A.; **Ensaio dos materiais**, Ed. 2ª, Editora LTC, Rio de Janeiro (2013), pp.365.
- GOBBO, L.A.; **Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de cimento portland**, Tese de Doutorado, USP, São Paulo - SP, pp.273, 2009.
- GUIMARÃES, L.R.; **Estudo de parâmetros experimentais envolvidos na determinação de macrotensões residuais em tubos de aço inoxidável pelo método DRX**, Dissertação; Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia Associada à USP, SP, pp.92, 1990.
- 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), pp.1017-1022.
- HUANG, J.X.; YE, X.N.; XU, Z.; **Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of AISI 301LN metastable austenitic stainless steels**, Journal Of Iron And Steel Research International, 2012, 19(10), pp.59-63.
- KAOUMI, D.; LIUB, J.; **Deformation induced martensitic transformation in 304 austenitic stainless steel: In-situ vs. ex-situ transmission electron microscopy characterization**, Materials Science & Engineering A 715(2018), pp.73-82.
- KAUFMAN, L.; COHEN, M.; **Thermodynamics and kinetics of martensitic transformations**, Progress in Metal Physics 7(1958), pp.165-246.
- KIM, J.H.; LEE, J.M.; **Effect of pre-straining on low temperature mechanical behavior of AISI 304L**, Materials Science and Engineering A 543(2012), pp.50-57.
- MALLICK, P.; TEWARY, N.K.; GHOSH, S.K.; CHATTOPADHYAY, P.P.; **Effect of cryogenic deformation on microstructure and mechanical properties of 304 austenitic stainless steel**, Materials Characterization 133(2017), pp. 77-86.

- MARQUEZE, C.M.; **Análise por Ultra-Som da Textura dos Materiais e Tensões Residuais em Juntas Soldadas**, Dissertação, UFSC, Florianópolis - SC, pp.124, 2002.
- MCCUSKER, L.B.; DREELE, R.B.V; COX, D.E.; LOUER, D.; SCARD, P.; **Rietveld refinement guidelines**, Journal of Applied Crystallography 32(1999), pp.36-50.
- MSOLLI, S.; MARTINY, M.; CARDOSO, M.C.; MOREIRA, L.P.; MERCIER, S.; MOLINARI, A.; **Numerical modeling of the deformation of AISI 304L using a tangent additive Mori-Tanaka homogenization scheme: Application to sheet metal forming**, Journal of Materials Processing Technology 235(2016), pp.187-205.
- NAGY, E.; MERTINGER, V.; TRANTA, F.; SÓLYOM, J.; **Deformation induced martensitic transformation in stainless steels**, Materials Science and Engineering A 378(2004), pp.308-313.
- ODEGARD, B.C.; **Some Observations on the formation of surface martensite in 304L stainless steel**, Metallography 7(1974), pp. 129-135.
- OKAYASU, M.; TOMIDA, S.; **Phase transformation system of austenitic stainless steels obtained by permanent compressive strain**, Materials Science & Engineering A 684(2017), pp. 712-725.
- OLSON, G.B; COHEN, M.; **A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations**, Journal of Less Common Metal 28(1972), pp.107-118.
- PENG, F.; DONG, X.; LIU, K.; XIE, H.; **Effects of Strain Rate and Plastic Work on Martensitic Transformation Kinetics of Austenitic Stainless Steel 304**, Journal of Iron and Steel Research, International, 22/10(2015), pp. 931-936.
- OPERATORS MANUAL FERITSCOPE® FMP30; **Determination the ferrite content of austenitic and DUPLEX stainless steel and determination of the ratio of martensite in austenitic stainless steels**, Institut für Elektronik und Messtechnik, Sindelfingen Germany, 2008, pp.240.
- PAPULA, S.; TALONEN, J.; HANNINEN, H.; **Effect of Residual Stress and Strain-Induced α' -Martensite on Delayed Cracking of Metastable Austenitic Stainless Steels**, Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 45A (2014), pp. 1238-1246.
- PRUGER, S.; SEUPEL, A.; KUNA, M.; **A thermomechanically coupled material model for TRIP-steel**, International Journal of Plasticity 55(2014), pp.182-197.
- RIETVELD, H.M.; **Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement**, Acta Cryst. 22(1967), pp.151-152.
- RIETVELD, H.M.; **A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures**, J. Appl. Cryst. 2(1969), pp.65-71.

- SHEN, Y.S.; LI, X.X.; SUN, X.; WANG, Y.W. ZUO, L.; **Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel**, Materials Science and Engineering A 552(2012), pp. 514-522.
- SHIN, C.H.; HA, T.K.; CHANG, Y.W.; **Kinetics of deformation induced martensitic transformation in a stainless steel 304L**, Scripta Materialia 45(2001), pp.823-829.
- TALONEN, J.; HANNINEN, H.; **Formation of shear bands and strain - induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels**, Acta Materialia 55(2007), pp.6108-6118.
- TARAN, Y.V.; DAYMOND, M.R.; SCHREIBER. J.; **Residual stress analysis of fatigued austenitic stainless steel**, Journal of Neutron Research, Vol. 11(4) 2003, pp.255-261.
- TARAN, Y.V.; DAYMOND, M.R.; SCHREIBER. J.; **Interplay of stresses induced by phase transformation and plastic deformation during cyclic load of austenitic stainless steel**, Physica B 350 (2004), pp.98–101.
- TARAN, Y.V.; BALAGUROV, A.M.; SHEVEREV, S.G.; SCHREIBER, BOMAS, H.; KORSUNSKY, A.M.; **Investigation of in-plane biaxial low cycle fatigued austenitic stainless steel aisi 321. II. neutron diffraction stress analysis at the ibr-2 pulsed nuclear reactor**, Joint Institute for Nuclear Research, Dubna (2007), pp.20.
- WITHERS, P.J.; BHADSHIA, H.K.D.H.; **Overview: residual stress part 1- measurement techniques**, Materials Science and Technology, 17(2001), pp. 355-365.
- YANG, J.B.; YANG, Z.G.; NAGAI, Y.; HASEGAWA, M.; **A crystallographic model of fcc/bcc martensitic nucleation and growth**, Acta Materialia 58(2010), pp.1599-1606.
- YOO, S.W.; LEE, C.S.; PARK, W.S.; KIM, M.H.; LEE, J.M.; **Temperature and strain rate dependent constitutive model of TRIP steels for low-temperature applications**, Computational Materials Science 50(2011), pp.2014-2027.
- ZHENG, C.; YU, W.; **Effect of low-temperature on mechanical behavior for an AISI 304 austenitic stainless steel**, Materials Science & Engineering A 710(2018), pp. 359-365.
- ZINBI, A; BOUCHOU, A.; **Hydrogen-induced delayed cracking in the AISI 301 unstable austenitic steel sheet**, Materials and Design 31(2010), pp.3989-3995.
- <http://www.aperam.com/uploads/stainlesseurope/South%20America/catalogo%20Aco%20Inox%20Aperam.pdf> (05/01/2018).