



Influência da temperatura de deformação no comportamento mecânico e microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 304

Influence of strain temperature on the mechanical and microstructural behavior of austenitic stainless steel AISI 304

Henry Otavio Fontana¹, Denilson José Marcolino de Aguiar²

RESUMO

A microestrutura metaestável predominantemente austenítica dos aços inoxidáveis austeníticos pode ser transformada em martensita induzida por deformação plástica. Nesse contexto, este estudo visa investigar o comportamento mecânico e microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 304 quando submetido a testes de tração em temperaturas ambiente (298K) e criogênica (93K). Inicialmente, sete amostras foram submetidas a diferentes níveis de deformação mecânica (0,125 a 0,875 mm/mm) em ambas as temperaturas. Seus resultados foram comparados com uma amostra não deformada recebida. Posteriormente, foram realizados testes mecânicos com difração de raios-X *in situ* até a falha da amostra em cada temperatura. Os resultados indicaram que a quantidade de martensita α' induzida por deformação (SIM- α') aumentou com o nível de deformação, especialmente na amostra deformada em temperatura criogênica. Em uma deformação mecânica de 0,875 mm/mm, a quantidade de SIM- α' atingiu 96% a 93 K, enquanto atingiu apenas 60% em temperatura ambiente nas mesmas condições. Esses efeitos provavelmente devem-se ao ativamento de outros mecanismos de deformação quando a deformação ocorre em ambiente criogênico, supressão parcial da recuperação dinâmica e transformação de fase da austenita para martensita induzida por deformação.

PALAVRAS-CHAVE: Austenita; Difração de raios-X; Martensita induzida por deformação.

ABSTRACT

The predominantly metastable austenitic microstructure of austenitic stainless steels can be transformed into strain-induced martensite. In this context, this study aims to investigate the mechanical and microstructural behavior of AISI 304 austenitic stainless steel when subjected to tensile tests at ambient (298K) and cryogenic (93K) temperatures. Initially, seven samples underwent varying levels of mechanical deformation (0.125 to 0.875 mm/mm) at both temperatures. Their results were compared with an undeformed received sample. Subsequently, mechanical tests with *in situ* X-ray diffraction were conducted until sample failure at each temperature. The results indicated that the amount of strain-induced α' martensite (SIM- α') increased with the level of deformation, especially in the cryogenically deformed sample. At a mechanical deformation of 0.875 mm/mm, the amount of SIM- α' reached 96% at 93 K, while it reached only 60% at ambient temperature under the same conditions. These effects are likely attributed to the activation of other deformation mechanisms in a cryogenic environment, partial suppression of dynamic recovery, and phase transformation of austenite to strain-induced martensite.

KEYWORDS: Austenite; X-ray diffraction; Strain-induced martensite.

¹ Bolsista do CNPq. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brasil. E-mail: henryfontana@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 8945930589873958.



INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos são amplamente empregados por suas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. A fase primária nessa categoria de aços é a austenita, caracterizada por uma estrutura cristalina cúbica de face centrada (FCC), comportamento paramagnético (CELADA-CASERO et al., 2017) e possíveis frações residuais de δ -ferrita (MAXIMOV et al., 2023) ou SIM- α' resultantes de deformações durante o processo de fabricação, que podem persistir mesmo após tratamentos térmicos.

Tendo em vista à instabilidade da austenita, durante processos de fabricação envolvendo deformação plástica é possível a ocorrência da sua transformação para uma estrutura martensítica. Conseqüentemente, processos de fabricação envolvendo mecanismos de deformação plástica podem resultar no desenvolvimento de microestruturas SIM- α' em aços inoxidáveis (MARTELO; MATEO; CHAPETTI, 2015).

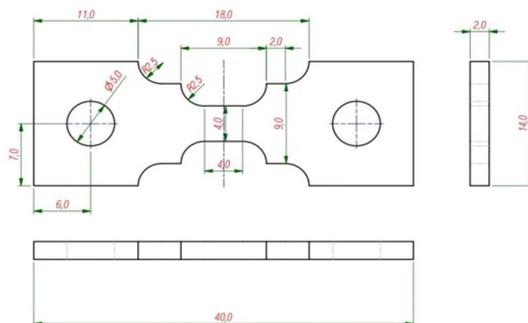
Os efeitos estudados neste trabalho têm uma relevância tecnológica significativa, pois o entendimento dos fenômenos físicos relacionados aos principais processos de fabricação mecânica desses materiais, bem como compreender as modificações microestruturais que ocorrem devido às transformações pode abrir caminho para novas abordagens na fabricação de componentes mecânicos que mantenham os mesmos níveis de resistência, mas em produtos estruturais mais finos, resultando na redução do peso das estruturas.

Neste trabalho foi realizado um estudo do comportamento mecânico e microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 304 quando deformado em diferentes temperaturas. Para isto, foram realizados ensaios de tração com difração de raios-X *in situ*, o que foi possível com a utilização da estação XTMS ("X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation") localizada na linha XRD1 da fonte de luz Síncrotron no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM). Este estudo busca contribuir para o entendimento da influência da temperatura de deformação no comportamento mecânico e microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 304, estabelecendo correlações entre temperatura, níveis de deformação e a quantidade de SIM- α' .

MATERIAIS E MÉTODOS

Chapas comerciais de aço inoxidável austenítico AISI 304 com espessura inicial de aproximadamente 2 mm foram utilizadas na preparação dos corpos de prova mostrados na Figura 1. O corpo de prova contém em suas extremidades furações, as quais servem para a fixação deste nas garras do simulador termomecânico Gleeble 3S50®, utilizado no LNLS, em Campinas, SP.

Figura 1 – Modelo dos corpos de prova utilizados para ensaios de tração com dimensões em milímetros.



Fonte: Autoria própria.

Inicialmente, sete amostras foram submetidas a deformações em diversos níveis de deformação mecânica, expressos em mm/mm (0,125 até 0,875), com uma taxa de deformação de



10^{-3} /s. As deformações de engenharia foram determinadas com base no alongamento do corpo de prova. O monitoramento da temperatura durante o processo de deformação foi realizado por meio de termopares, os quais foram soldados diretamente no corpo de prova. Para fins de comparação, a deformação foi realizada em temperaturas ambiente ($298\text{ K} \pm 1\text{ K}$) e criogênica ($93\text{ K} \pm 1\text{ K}$).

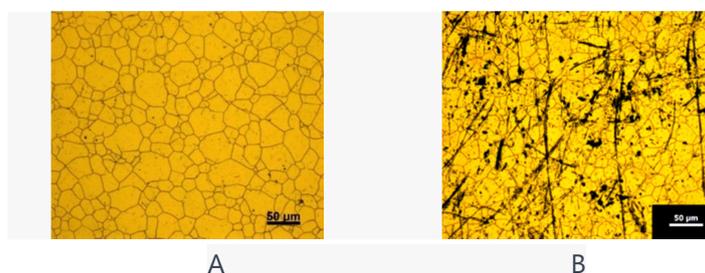
Para a revelação da microestrutura das amostras foi conduzido o ataque eletrolítico (1º ataque) para revelação da austenita composto de uma mistura eletrolítica de 60% HNO_3 anidro em água destilada, aplicando entre 1,1 V a 2 V (depende da amostra) por 180 segundos revelando os contornos de grão da austenita. E seguido de um ataque químico (2º ataque) para revelação da martensita (Beraha II) composto por 80 mL de água + 20 mL de HCl + 0,3 g de metabissulfito de potássio, por imersão por tempo a partir de 30 segundos (dependendo da amostra).

Para determinar a fração volumétrica das fases por meio do estudo dos perfis de difração, empregou-se o Método de Comparação Direta (DE et al., 2004; STARCK, 2021).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

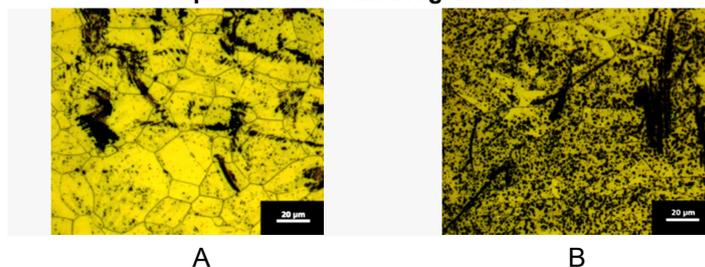
As micrografias resultantes para a amostra como recebida (não deformada) estão mostradas na Figura 2A e Figura 2B.

Figura 2 – Micrografias da amostra como recebida do aço inoxidável austenítico AISI 304. Em A, após ataque eletrolítico com 60% de HNO_3 anidro em água destilada, aplicando aproximadamente 2 V por 180 segundos, revelando os contornos de grão de austenita. Em B, ataque por imersão com reagente Beraha II por cerca de 30 segundos, atacando a δ -ferrita. A ampliação é indicada pela barra de escala.



Fonte: Autoria própria.

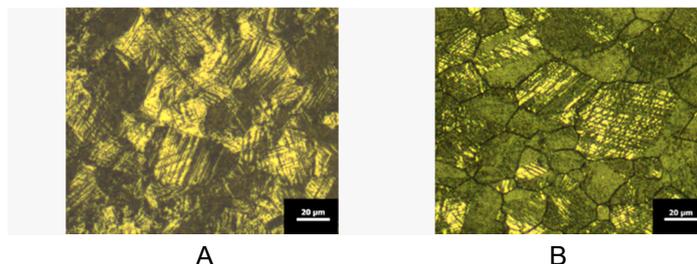
Figura 3 - Micrografias das amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304 deformadas em temperatura ambiente (298 K), usando duplo ataque metalográfico, com o ataque final de Beraha II por aproximadamente 30 segundos. Na A, a deformação é de 0,125 mm/mm, e na B, a deformação é de 0,875 mm/mm. A austenita aparece como uma região clara.



Fonte: Autoria própria



Figura 4 - Micrografias das amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304 deformadas em temperatura criogênica (93 K), usando duplo ataque metalográfico, com o ataque final de Beraha II por aproximadamente 30 segundos. Na A, a deformação é de 0,125 mm/mm, e na B, 0,875 mm/mm. A austenita aparece como uma região clara.

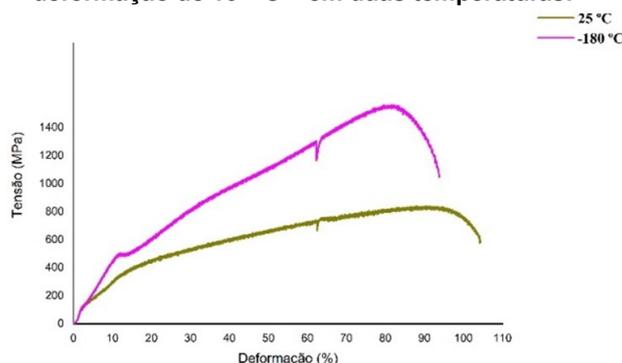


Fonte: Autoria própria

Durante o processo de ataque metalográfico com o reagente Beraha II, as diferentes fases do material reagem de maneira diferente com a solução ácida. Isso resulta em uma coloração distinta ou em contrastes visíveis entre as fases, facilitando a sua identificação e análise. A interação entre as fases e a solução ácida resulta em diferentes taxas de ataque, levando a contrastes de cores ou texturas na superfície da amostra.

Ao comparar a Figura 3A e a Figura 3B com a Figura 2B (amostra não deformada), é possível observar que a deformação resulta em um aumento nas regiões escuras. Isso significa que, qualitativamente, além do conteúdo de δ -ferrita inicial do material, a deformação introduz bandas de cisalhamento e SIM- α' . Da mesma forma, ao comparar as Figuras 4A e B com a Figura 2B (amostra não deformada), é possível observar que a deformação resulta em um aumento nas regiões escuras. Ao comparar as Figuras 3 (A e B) e 4 (A e B), nota-se que as amostras deformadas a 93 K apresentam uma quantidade mais significativa de zonas escuras para o mesmo nível de deformação, sugerindo uma maior quantidade de bandas de cisalhamento e SIM- α' (CELADA-CASERO et al., 2017; QUITZKE et al., 2021).

Figura 5. Curvas tensão-deformação da liga austenítica AISI 304 deformada com taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} em duas temperaturas.

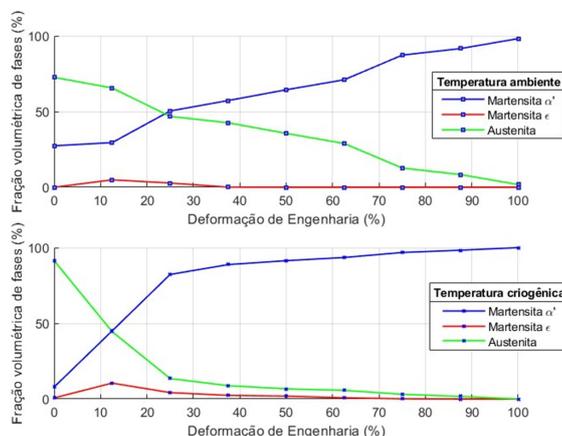


Fonte: Autoria própria.

De acordo com a análise da figura 5, a amostra deformada em temperatura criogênica apresenta maiores tensões tanto para limite de escoamento quanto limite de resistência à tração, quando comparado com a amostra deformada em temperatura ambiente. Esses fenômenos podem estar parcialmente associados à supressão parcial da recuperação dinâmica em baixas temperaturas e à maior quantidade de SIM- α' formada, relacionada ao efeito TRIP (CRIVOLI et al., 2020).



Figura 6 – Variação da fração volumétrica de fases em cada nível de deformação para amostras deformadas em temperatura ambiente e criogênica.



Fonte: Autoria própria.

A figura 6 mostra a variação da fração volumétrica das fases austenita, martensita ϵ e martensita α' no material em função da deformação. Durante a deformação em ambas as temperaturas ocorrem um contínuo aumento na fração de volume da martensita α' em função da deformação. Os resultados sugerem que em estágios iniciais de deformação ocorre a transformação de austenita para martensita α' por meio da rota $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$, onde a martensita ϵ é uma fase intermediária, precursora da martensita α' (CELADA-CASERO et. al., 2017).

CONCLUSÕES

Este estudo investigou a deformação do aço inoxidável austenítico AISI 304 em temperaturas ambiente (298 K) e criogênica (93 K). Com base nos resultados e discussão, as seguintes conclusões podem ser tiradas:

- A deformação uniaxial promove um aumento na resistência mecânica do aço inoxidável austenítico AISI 304, sendo que tais aumentos são mais acentuados nas amostras deformadas em temperatura criogênica, tendo em vista maiores limite de escoamento e limite de resistência à tração. Os valores mais altos dos parâmetros de resistência mecânica em condições criogênicas podem ser atribuídos à supressão parcial da recuperação dinâmica e ao maior teor de SIM- α' , que está associado ao efeito TRIP.
- Em temperatura ambiente verifica-se inicialmente picos de difração referentes às fases austenita e δ -ferrita residual e com o progresso da deformação do material ocorre a transformação de fase da austenita para martensita α' .
- Em temperatura criogênica o comportamento cinético de transformação martensítica é mais intenso, uma das principais diferenças verificadas é o maior teor de martensita ϵ induzida por deformação em estágios iniciais de deformação, a qual atinge um máximo de 10,5% de fração volumétrica de martensita ϵ , enquanto em temperatura ambiente obteve-se um máximo de 4,9%.



Agradecimentos

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar, pela sabedoria com que me guiou nesta trajetória, pela atenção e pela oportunidade que me forneceu de desenvolver este estudo.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) pela infraestrutura disponibilizada.

Agradeço também à Fundação Araucária e ao CNPq pelo auxílio financeiro, o qual foi muito importante para o desenvolvimento deste trabalho.

Conflito de interesse

“Não há conflito de interesse”.

REFERÊNCIAS

CELADA-CASERO, C. et al. In-Situ Investigation of Strain-Induced Martensitic Transformation Kinetics in an Austenitic Stainless Steel by Inductive Measurements. *Metals*, v. 7, p. 271–, 2017.

CRIVOI, M. R. et al. In situ analysis of cryogenic strain of AISI 316L stainless steel using synchrotron radiation. *Cryogenics*, v. 105, jan. 2020.

DE, A. K. et al. Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction. *Scripta Materialia*, v. 50, p. 1445–1449, jun. 2004.

MARTELO, D. F.; MATEO, A. M.; CHAPETTI, M. D. Fatigue crack growth of a metastable austenitic stainless steel. *International Journal of Fatigue*, v. 80, p. 406–416, 13 jul. 2015.

MAXIMOV, J. et al. Effects of Heat Treatment and Diamond Burnishing on Fatigue Behaviour and Corrosion Resistance of AISI 304 Austenitic Stainless Steel. *Applied Sciences (Switzerland)*, v. 13, n. 4, 1 fev. 2023.

QUITZKE, C. et al. Evaluation of strain-induced martensite formation and mechanical properties in N-alloyed austenitic stainless steels by in situ tensile tests. *Materials Science and Engineering A*, v. 808, 18 mar. 2021.

STARCK, L. F. Estudo in situ utilizando radiação síncrotron do aço inoxidável 316L produzido por manufatura aditiva. 2021. 147 p. Dissertação (Mestrado) — Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2021.