



## CARACTERIZAÇÃO POR CORRENTES PARASITAS DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS DEFORMADOS A FRIO

Vitor Manoel de Araújo Silva

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Rio de Janeiro

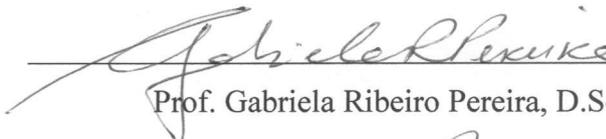
Março de 2016

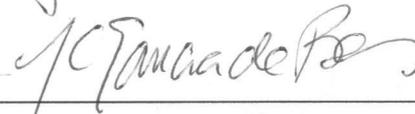
CARACTERIZAÇÃO POR CORRENTES PARASITAS DE AÇOS INOXIDÁVEIS  
AUSTENÍTICOS DEFORMADOS A FRIO

Vitor Manoel de Araújo Silva

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO  
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA  
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE  
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE  
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

  
Prof. Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc.

  
Prof. Juan Carlos Garcia de Blás, D.Sc.

  
Prof. Juan Manuel Pardo, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

MARÇO DE 2016

Silva, Vitor Manoel de Araújo

Caracterização por Correntes Parasitas de Aços Inoxidáveis Austeníticos Deformados a Frio / Vitor Manoel de Araújo Silva – Rio de Janeiro: UFRJ/ COPPE, 2016.

IX, 90 p.: il.;29,7cm

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2016.

Referências Bibliográficas: p. 82 - 87.

1. Correntes parasitas 2. Aços inoxidáveis 3. Transformação martensítica. I. Pereira, Gabriela Ribeiro II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

# Agradecimentos

Agradeço aos meus pais Christino e Dayse. Tantos foram os momentos de insegurança, porém sempre com muito amor e carinho vocês nunca deixaram este sentimento me dominar. Não há palavras para descrever minha felicidade.

Ao apoio incondicional dos meus irmãos Christino (Chininho) e Davi, por entenderem minha ausência em momentos importantes. Vocês são incríveis! Gostaria também de agradecer ao Claus e Luca pelos momentos em família bem como ao meu padrasto Eugênio, por ser um grande amigo.

À minha esposa Fabiana, que me dá forças todos os dias e me ajuda a caminhar. Sem você na minha vida uma conquista como esta dificilmente teria acontecido. Seu amor, sorriso e carinho são a minha motivação. Agradeço muito também aos seus pais Virgínia e Flávio além do seu irmão Junior, que sempre me incentivaram.

Aos meus avós Leacir e Cleir. Quanta falta eu sinto de estar mais presente! Vocês me inspiram todos os dias. Obrigado por tanta torcida em prol do meu sucesso.

Um agradecimento especial à minha orientadora Prof<sup>a</sup> Gabriela Pereira. Sou muito grato às oportunidades de trabalho nestes 4 anos de convívio. Daqui pra frente serão pelo menos mais quatro!

Agradeço ainda ao Prof<sup>o</sup> Juan Pardal por toda a disponibilidade em auxiliar. Foi um enorme ganho pessoal e profissional conhecê-lo. Obrigado também ao Prof<sup>o</sup> Juan Blás por todas as dicas e ajuda neste trabalho.

Ao Cesar Camerini, um amigo ganhei durante este trabalho no LNDC. Obrigado ainda ao João Vicente, Johanna, Mônica, Lucas, Alexandre, Tibério e Iane. Todos eles fundamentais na realização de experimentos e na discussão de resultados.

Finalmente, desejo registrar minha gratidão aos meus amigos da UFRJ, do Metalmat Underground e todos aqueles que fazem parte do meu convívio, trazendo muita alegria em todos os momentos.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

## CARACTERIZAÇÃO POR CORRENTES PARASITAS DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS DEFORMADOS A FRIO

Vitor Manoel de Araújo Silva

Março/ 2016

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Os aços inoxidáveis são materiais utilizados em ramos da indústria que demandam além de resistência à corrosão, elevada resistência mecânica. As ligas inoxidáveis austeníticas, por não serem endurecíveis via tratamento térmico, geralmente passam por uma etapa de trabalho a frio. Durante este processo, pode ocorrer a transformação da austenita em martensita para certas classes, cuja formação pode levar à queda da tenacidade. O objetivo deste trabalho é caracterizar a martensita por meio de uma técnica não destrutiva como a de correntes parasitas, ainda pouco aplicada a este problema. Corpos de prova foram deformados mediante laminação a frio e avaliados por microscopia ótica, difração de raios X, magnetômetro de amostra vibrante e correntes parasitas. Os resultados exibiram a fácil formação de martensita no aço AISI 321 e uma abordagem diferente para a microscopia ótica, que se mostrou eficaz. Além disso, a técnica de correntes parasitas foi útil na separação das diferentes condições de deformação, sendo possível estabelecer uma correlação entre a fração volumétrica de martensita e o ângulo de fase da impedância elétrica.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

## EDDY CURRENT CHARACTERIZATION OF COLD WORKED AUSTENITIC STAINLESS STEELS

Vitor Manoel de Araújo Silva

March/ 2016

Advisor: Gabriela Ribeiro Pereira

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Stainless steels are materials used in many industry branches requiring corrosion resistance and high mechanical strength. The austenitic stainless steels, as they are not hardened by heat treatment, usually undergo a cold working step. During this process, may occur transformation of austenite into martensite, whose formation can lead to loss of toughness. The purpose of this study is characterize the martensite through a nondestructive technique as eddy currents, rarely used in this problem. Specimens were cold rolled and evaluated by optical microscopy, x-ray diffraction, vibrating sample magnetometer and eddy currents. The results showed an effortless martensite formation in AISI 321 steel and a different approach to the optical microscopy that has been proved effective. Moreover, the eddy current technique was useful in separating the different deformation conditions and it was possible to establish a correlation between the martensite volume fraction and phase angle of electrical impedance.

# Sumário

1. Introdução .....	1
2. Revisão bibliográfica .....	3
2.1. Aços inoxidáveis .....	3
2.2. Aços inoxidáveis austeníticos.....	5
2.3. Efeitos da deformação a frio em aços inoxidáveis austeníticos .....	7
2.3.1. Formação de martensita .....	7
2.3.2. Resistividade elétrica .....	10
2.4. Caracterização de materiais .....	11
2.4.1. Difração de Raios X.....	11
2.4.2. Magnetômetro de amostra vibrante ( <i>VSM</i> ) .....	14
2.4.3. Microscopia ótica/ Ferrofluido .....	15
2.4.4. Correntes parasitas .....	17
2.4.4.1. Princípio de funcionamento .....	17
2.4.4.2. Plano de impedância .....	18
2.4.4.3. Profundidade de penetração .....	21
2.5. Estudo de Casos.....	24
2.5.1. Caracterização por técnicas diversas .....	24
2.5.2. Caracterização utilizando a técnica de correntes parasitas .....	32
3. Materiais e métodos.....	39
3.1. Aço AISI 321 .....	39
3.2. Confeção dos corpos de prova .....	39
3.2.1. Simulação computacional .....	39
3.3. Deformação a frio .....	42
3.4. Microscopia ótica.....	44
3.5. Magnetômetro de amostra vibrante ( <i>VSM</i> ).....	46
3.6. Condutividade elétrica .....	49

3.7. Difração de raios X .....	49
3.9. Correntes parasitas .....	50
4. Resultados e discussão .....	52
4.1. Cálculos de EFE, $M_s$ , $M_d$ (30/50) e taxa de deformação .....	52
4.2. Simulação computacional .....	54
4.3. Condutividade elétrica .....	56
4.4. Permeabilidade magnética .....	56
4.5. Cálculo da profundidade de penetração padrão .....	57
4.6. Magnetização .....	58
4.7. Difração de Raios X.....	63
4.8. Microscopia ótica.....	65
4.9. Correntes parasitas .....	73
5. Conclusões.....	79
6. Sugestões para trabalhos futuros .....	81
7. Referências bibliográficas .....	82
8. Apêndice.....	88
8.1. Cálculo da taxa de deformação .....	88

# Lista de Símbolos e Abreviaturas

AIA	Aços inoxidáveis austeníticos
ASM	<i>American Society for Metals</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
B	campo magnético induzido
dv	deformação verdadeira
EFE	energia de falha de empilhamento
H	Henry
M	magnetização
m <sub>s</sub>	magnetização de saturação
m <sub>si</sub>	magnetização de saturação intrínseca
X <sub>l</sub>	reatância indutiva
R	resistência
S	Siemens
M <sub>d</sub>	temperatura de início da transformação martensítica por deformação
M <sub>s</sub>	temperatura de início da transformação martensítica por resfriamento
φ	ângulo de fase
γ	austenita
σ	condutividade elétrica
ε	deformação
ε <sub>v</sub>	deformação verdadeira
δ	ferrita delta
α'	martensita induzida por deformação
μ	permeabilidade magnética
μ <sub>r</sub>	permeabilidade magnética relativa
ρ	resistividade elétrica

# 1. Introdução

As ligas de aços inoxidáveis posicionam-se como importantes materiais para aplicações nos setores nuclear, petroquímico, aeroespacial e energético devido às características que apresentam como: elevada resistência à oxidação, à corrosão e boa tenacidade em temperaturas baixas. Além destas qualidades, alguns tipos específicos de aços inoxidáveis revelam outras qualidades como excelente capacidade de conformação, resistência à fluência e boa soldabilidade, levando à variedade de aços inoxidáveis que existe atualmente (KRAUSS, 2005, COSTA e SILVA *et al.*, 2006). Uma dessas variedades corresponde aos aços inoxidáveis austeníticos que possuem diversos dos atributos citados anteriormente. No entanto, uma de suas limitações é o limite de escoamento baixo. Para solução deste problema, existem alguns mecanismos disponíveis, dos quais podem ser destacados o refino de grão, a manipulação da composição química e a deformação a frio, sendo desprezado o tratamento térmico já que estas ligas não são endurecíveis por precipitação (DIETER, 1961).

Quanto ao trabalho a frio, pode-se afirmar que seu papel no endurecimento dos aços austeníticos está baseado tanto na geração e interação das discordâncias como na transformação da fase austenítica em martensita (TOTTEN, 2007). No papel de fase endurecedora, a martensita promove o aumento da resistência mecânica como desejado, porém, dependendo da quantidade presente, o material pode experimentar uma queda significativa na tenacidade, sendo em alguns casos um problema. Este tipo de inconveniente pode estar associado também a casos que utilizam a deformação a frio não com o objetivo de aumento da dureza, mas como etapa de curvamento de tubos (JHA *et al.*, 2008). Neste caso, a queda da tenacidade pode facilitar a propagação de trincas na região curvada e levar à fratura do componente durante a operação. Outro problema relacionado à formação da martensita reside no fato desta microestrutura ser mais susceptível à fissuração pelo hidrogênio (KOU, 2003). Por estes motivos, é importante determinar a localização e a fração volumétrica de martensita, permitindo prever o comportamento mecânico da liga metálica.

Atualmente, existem diversos pesquisadores envolvidos na caracterização de aços inoxidáveis austeníticos deformados a frio, utilizando para isto diversas técnicas como a microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a

difração de raios X (DRX) (ABREU, 2007, HEDAYATI *et al.*, 2010, KISKO *et al.*, 2013). Alguns deles constataram a presença de duas formas cristalográficas, com características distintas. A primeira delas é a martensita  $\epsilon$ , que tem estrutura cristalina hexagonal compacta (HC) e apresenta comportamento paramagnético. A segunda é a martensita  $\alpha'$  que conta com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) além de ser ferromagnética. Dada a diferença em relação ao comportamento magnético das duas formas da martensita, bem como o fato dos AIA se comportarem de maneira paramagnética, torna-se viável a aplicação de técnicas que explorem as propriedades magnéticas das fases. Por conta disso, diversos são os trabalhos que tratam da caracterização por meios de técnicas eletromagnéticas como o magnetômetro de amostra vibrante (VSM), a emissão magnética *Barkhausen* (MBE) e o ferritoscópio (PARDAL *et al.*, 2012, SAGAR *et al.*, 2005, TALONEM *et al.*, 2004).

Apesar da quantidade existente de técnicas de caracterização, sejam elas magnéticas ou não, a maioria apresenta uma limitação em comum que é a incapacidade de serem levadas a campo, como soluções práticas e imediatas. Outro aspecto é a necessidade da retirada de amostras do material, tornando-as destrutivas.

Com o objetivo de mitigar os transtornos de portabilidade, praticidade e destruição do material, este trabalho propõe a inserção da técnica de correntes parasitas como mais uma aliada no estudo da martensita induzida por deformação. O estudo surge em um cenário no qual as pesquisas que utilizam as correntes parasitas para caracterização de AIA estão em um momento inicial, sendo poucos os trabalhos neste ramo. Além disso, as técnicas de caracterização mais populares são revisitadas não só como uma conduta para avaliar os resultados de correntes parasitas, mas propor novas abordagens para técnicas consagradas, como será observado no caso da microscopia ótica.

Este estudo se divide da seguinte maneira: o Capítulo 1 reúne um panorama dos principais aspectos que motivaram esta Dissertação. Em seguida, no Capítulo 2, há uma revisão bibliográfica a respeito do material estudado e das principais técnicas de caracterização. O Capítulo 3 envolve os materiais e métodos utilizados, seguido pelo Capítulo 4, no qual estão presentes os resultados dos experimentos e a discussão. Finalmente, no Capítulo 5 são exibidas as conclusões resultantes deste trabalho.

## 2. Revisão bibliográfica

### 2.1. Aços inoxidáveis

Os aços são denominados inoxidáveis quando possuem teores de cromo superiores a 12%, uma vez que esse elemento eleva a resistência à oxidação e à corrosão. Esta resistência não é a mesma para qualquer meio ao qual o material é exposto, sendo necessária a correta seleção de cada aço para determinado ambiente. Isto porque a resistência à corrosão está associada à passivação, que é a formação de óxidos de ferro, cromo e de outros elementos na superfície do material. A formação ou não da camada, a aderência ao metal, sua impermeabilidade aos elementos dissolvidos no meio e sua taxa de degradação determinarão a resistência às diversas formas de corrosão (uniforme, por pites, crêvice, entre outras) (COSTA e SILVA *et al.*, 2006).

Não só apenas pelo ponto de vista da resistência à corrosão citada anteriormente, mas também a respeito das propriedades mecânicas, os aços inoxidáveis são divididos em cinco principais categorias:

1. Martensíticos (AISI 4XX): São aços com baixos teores de carbono, em torno de 0,1% ou menos, denominados “supermartensíticos”. Estes últimos apresentam ainda níveis consideráveis de Mo e Ni. As composições desta família de aço permitem a passagem pelo campo austenítico sendo, pois, endurecíveis através da têmpera. Um ponto importante a ser observado é o comportamento ferromagnético destas ligas.

2. Ferríticos (AISI 4XX): Têm teor de cromo superior ao dos aços martensíticos e solidificam com uma estrutura essencialmente ferrítica, permanecendo assim até a temperatura ambiente. Porém, alguns graus como AISI 430 pode apresentar aproximadamente 50% de austenita quando aquecido à 800°C.

3. Austeníticos (AISI 2XX, 3XX): Esta classe apresenta elevados níveis de cromo, manganês (série 2XX) e níquel (série 3XX), sendo o Mn e o Ni elementos gamagêneos. Estes aços se destacam pela elevada tenacidade e ductilidade, tornando-se úteis na criogenia. Têm comportamento paramagnético e uma das séries mais comuns é a AISI 304.

4. Duplex (austenita-ferrita): São aços que apresentam uma microestrutura de austenita e ferrita em proporções aproximadamente iguais (50%  $\gamma$  e 50%  $\delta$ ). Por conta disso, reúnem as vantagens de cada uma das fases. No entanto, há de se ter cuidado com serviços à alta temperatura para evitar a formação de fases fragilizantes a exemplo da fase sigma ( $\sigma$ ).

5. Endurecidos por precipitação (AISI PH): Apresentam adições de níquel e molibidênio que permitem o endurecimento da martensita de baixo carbono pela precipitação de compostos intermetálicos (alumínio, cobre, titânio e nióbio).

Por conta da elevada quantidade de cromo nos aços inoxidáveis, é importante analisar o gráfico a seguir para entender como as fases se relacionam com a quantidade desse elemento. A partir da Figura 2.1, nota-se que à medida que o teor de cromo aumenta, o campo da ferrita  $\alpha$  se expande, sendo cada vez mais estável. A partir de aproximadamente 12% de cromo,  $\alpha$  é estável desde a fase líquida até a temperatura ambiente. Enquanto o campo  $\alpha$  se expande, há contração do campo  $\gamma$  (austenita) formando o que se denomina de *gamma loop*. A combinação dos teores de cromo, além do procedimento termomecânico dará origem aos aços definidos anteriormente como austeníticos, martensíticos e ferríticos.

Além do cromo, o Ni tem um papel fundamental na formação das diferentes microestruturas, sendo o responsável pela expansão do campo referente à austenita. Um exemplo do aço que tem estrutura austenítica é o 18%Cr 8%Ni, sendo um dos mais utilizados entre os aços inoxidáveis austeníticos (KRAUSS, 2005).

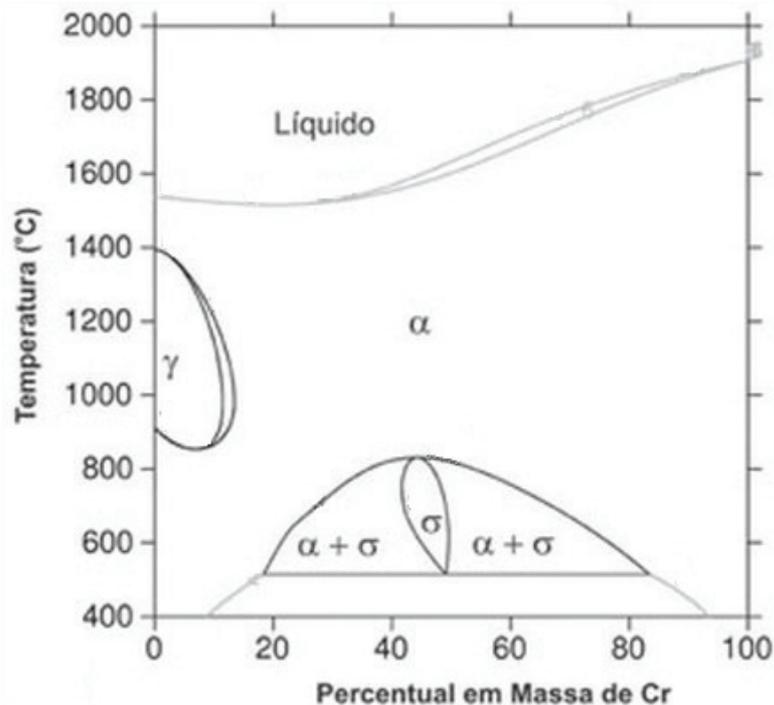


Figura 2.1. Diagrama Fe-Cr (GUIMARÃES *et al.*, 1998) adaptado.

## 2.2. Aços inoxidáveis austeníticos

Os aços desta família são materiais que têm na sua composição química cromo, níquel, manganês e nitrogênio. Exceto o cromo, os outros elementos expandem o campo da austenita no diagrama de fases, de modo que à temperatura ambiente estes aços apresentam microestrutura austenítica. Uma composição química típica para estes aços consiste em 18%Cr e 8%Ni, ou seja, 18-8. A grande parcela de níquel presente melhora a propriedade de resistência à corrosão e à oxidação em altas temperaturas, favorecendo o uso deste material em aplicações onde há temperaturas elevadas. Além disso, a austenita tem como característica marcante sua estrutura cristalina CFC, que apresenta boa resistência à fluência. Por conta desta estrutura não apresentar transição dúctil-frágil, os aços austeníticos ganham bastante espaço no campo da criogenia (CHIAVERINI, 2012).

Apesar de notórias vantagens apresentadas pelos aços inoxidáveis, existem aspectos a serem tratados com atenção. Um deles é a corrosão intergranular (CHIAVERINI, 2012). Ela ocorre após a precipitação de carbonetos de cromo, que

acontece principalmente quando o aço se mantém por extensos intervalos de tempo (a partir de algumas horas) a temperaturas entre 500°C e 800°C. Nos aços com teor de carbono superior a 0,05%, ocorre rápida difusão do carbono para o contorno de grão, que são locais de alta desorganização cristalográfica. Nesta região, a combinação do carbono com o cromo da matriz provoca a precipitação de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  no contorno, que são ricos em Cr podendo também apresentar certa quantidade de ferro. A precipitação dos carbonetos retira o cromo de solução sólida da região próxima ao contorno, tornando-a anódica em relação ao restante do grão. Esta região, portanto, será preferencialmente atacada quando exposta a um meio corrosivo (KOU, 2003).

Outra peculiaridade dos AIA é a modesta resistência mecânica. Em alguns casos, para as classes mais comuns, o limite de escoamento pode ser de apenas 200 MPa na condição solubilizada (TOTTEN, 2007). Como não são passíveis de endurecimento por tratamento térmico, é necessária a utilização de elementos de liga e trabalhos termomecânicos a fim de elevar a resistência mecânica (KRAUSS, 2005). Neste aspecto, adições de nitrogênio são eficazes, pois promovem um endurecimento por solução sólida intersticial e dobram o limite de escoamento original, sendo classificados como superausteníticos. Tais aços podem ter até 0,9% N e 8% Mo atingindo ótimos níveis de resistência mecânica e à corrosão. Um exemplo deste aço é o UNS S32654, também conhecido como 654 SMO®.

Outra forma de endurecimento dos aços austeníticos é por trabalho a frio. Através dele, ocorre aumento na densidade de discordâncias bem como a formação de martensita induzida por deformação, levando o limite de escoamento para valores ao redor de 1200 MPa no aço AISI 304 (TOTTEN, 2007). No entanto, ao passar por ciclos de aquecimento, como no processo de soldagem, ocorre reversão da martensita ou mesmo recristalização, deteriorando o ganho de resistência mecânica obtido anteriormente. A formação da martensita é influenciada por diversos fatores como composição química, tamanho do grão austenítico, temperatura e taxa de deformação. Devido à sua importância, a transformação martensítica será discutida a seguir.

## 2.3. Efeitos da deformação a frio em aços inoxidáveis austeníticos

### 2.3.1. Formação de martensita

Nos aços inoxidáveis austeníticos a martensita  $\alpha'$  pode ser formada mediante a redução da temperatura ou devido à deformação plástica. A fim de obter uma estimativa da temperatura necessária para início da transformação martensítica, foi desenvolvida por Eichelman e Hull a Equação 2.1 baseada na composição química da liga (PADILHA *et al.*, 2002).

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 1302 - 42(\% \text{Cr}) - 61(\% \text{Ni}) - 33(\% \text{Mn}) - 28(\% \text{Si}) - 1667(\% [\text{C} + \text{N}]) \quad (2.1)$$

Como a deformação plástica é capaz de suprir a demanda de energia para a formação de martensita, Angel *et al.* (1954) estabeleceram uma relação semelhante à anterior, definindo a temperatura na qual 50% de martensita é formada quando há uma deformação de 30%. Tal relação por ser vista na Equação 2.2.

$$M_d(30/50)(^{\circ}\text{C}) = 413 - 13,7(\% \text{Cr}) - 9,5(\% \text{Ni}) - 8,1(\% \text{Mn}) - 18,5(\% \text{Mo}) - 9,2(\% \text{Si}) - 462(\% [\text{C} + \text{N}]) \quad (2.2)$$

Posteriormente, Nohara *et al.* (1977) propuseram uma equação modificada em relação à anterior, que passou a contemplar além de outros elementos de liga, o efeito do tamanho de grão austenítico, tal qual a Equação 2.3.

$$M_d(30/50)(^{\circ}\text{C}) = 551 - 13,7(\% \text{Cr}) - 29(\% [\text{Ni} + \text{Cu}]) - 8,1(\% \text{Mn}) - 18,5(\% \text{Mo}) - 9,2(\% \text{Si}) - 68(\% \text{Nb}) - 462(\% [\text{C} + \text{N}]) - 1,42(\text{GS} - 8) \quad (2.3)$$

Onde GS é o tamanho de grão conforme ASTM.

A título de ilustração, considerando apenas a redução da temperatura (Equação 2.1), no caso dos aços AISI 301LN e AISI 316L, a temperatura necessária para o início da formação da martensita seria de  $-162^{\circ}\text{C}$  e  $-180^{\circ}\text{C}$ , respectivamente, estando próxima à temperatura do nitrogênio líquido que é de cerca de  $-196^{\circ}\text{C}$  (Li *et al.*, 2015). Por outro lado, quando se considera a deformação plástica (Equação 2.2), a temperatura para início da transformação martensítica se eleva, podendo chegar a  $-67^{\circ}\text{C}$  para o AISI 316L e  $19^{\circ}\text{C}$  para o AISI 301LN, ou seja, mais próxima da temperatura ambiente (ABREU *et al.*, 2007).

Vale observar também a partir das equações anteriores que todos os elementos de liga são estabilizadores da austenita uma vez que abaixam a temperatura de início da transformação. Aliás, o carbono e o nitrogênio têm ainda um poder muito maior em comparação aos outros elementos. Nas Equações 2.1 a 2.3 isto fica claro uma vez que estes elementos estão acompanhados pelos coeficientes de maior valor. Isto indica que o aumento de C ou N em pequenas quantidades, diminuirá fortemente a temperatura onde ocorre a transformação da austenita para martensita. Por outro lado, quando estes mesmos elementos estão em pequenas quantidades, a temperatura de transformação martensítica é mais alta. Isto quer dizer que a austenita é mais instável à temperatura ambiente. Em suma, são muito mais susceptíveis à transformação martensítica aços que possuem teores de carbono e nitrogênio baixos (KRAUSS, 2005, ABREU *et al.*, 2007).

Para os aços que são susceptíveis à formação da martensita, além da temperatura, a energia de falha de empilhamento (EFE) desempenha um papel fundamental. Nos aços que possuem baixa EFE, em torno de  $20 \text{ mJ/m}^2$ , a martensita nucleia-se facilmente. Todavia, a reação não ocorre diretamente de  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Na realidade, o  $\alpha'$  nucleia-se nas interseções das ripas de martensita  $\varepsilon$  (HC, paramagnética) além das interseções de bandas de cisalhamento e contornos de maclas. Vale ressaltar que as bandas de cisalhamento consistem em defeitos planares que se formam por conta da sobreposição de falhas de empilhamento nos planos  $\{111\}$  da austenita (TALONEN, 2007). A Figura 2.2 mostra a formação de  $\alpha'$  nas interseções das bandas de cisalhamento. Com repetidas nucleações e coalescência dos embriões de  $\alpha'$ , a martensita  $\varepsilon$  desaparece dando lugar apenas à  $\alpha'$ , o que acontece em torno de 10% de deformação quando realizada à temperatura ambiente. A reação resultante é, portanto:  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  (LICHTENFELD, 2006).

Para entender como a martensita  $\epsilon$  se forma, é válido lembrar que em uma estrutura CFC, como a do aço inoxidável austenítico, os planos da família  $\{111\}$  são representados como uma sequência de planos atômicos que geram um empilhamento do tipo “ABCABCABC”. Entretanto, devido à deformação plástica, uma discordância integral pode dissociar-se em duas discordâncias parciais de Shockley, gerando uma falha de empilhamento naquela região. Neste caso, o empilhamento torna-se uma sucessão de planos da forma “ABABAB”, equivalente aos planos  $\{0001\}$  da estrutura HC, a mesma da martensita  $\epsilon$  (TALONEN, 2007, DIETER, 1961). Logo, quanto menor a EFE, ou seja, a energia necessária para formar falhas de empilhamento, mais fácil é a transformação martensítica, uma vez que as falhas de empilhamento e martensita  $\epsilon$  são geradas de maneira mais simples.

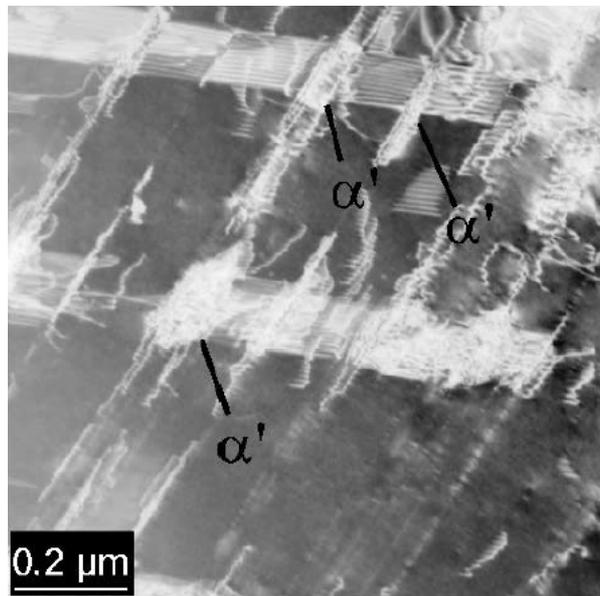


Figura 2.2. Martensita  $\alpha'$  formada nas interseções das bandas de cisalhamento. (TALONEN *et al.*, 2005)

Assim como  $M_s$  e  $M_d(30/50)$ , é possível definir a energia de falha de empilhamento (EFE) através da composição química, conforme definiu Schramm *et al.* (1975) na Equação 2.4:

$$\begin{aligned} \text{EFE (mJ.m}^{-2}\text{)} = & -53 + 6,2(\%Ni) + 0,7(\%Cr) + \\ & + 3,2(\%Mn) + 9,3(\%Mo) \end{aligned} \quad (2.4)$$

Existem ainda outras equações capazes de estimar a EFE. Duas delas estão presentes a seguir nas Equações 2.5 e 2.6 sendo propostas, respectivamente, por Rhodes e Brofman (TALONEN, 2007):

$$\text{EFE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 1,2 + 1,4 (\%Ni) + 0,6 (\%Cr) + 17,7 (\%Mn) - 44,7 (\%Si) \quad (2.5)$$

$$\text{EFE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 16,7 + 2,1 (\%Ni) - 0,9(\%Cr) + 26 (\%C) \quad (2.6)$$

Há ainda a Equação 2.7, definida por Vitos *et al.* (2006), que tem o mesmo propósito das três equações anteriores. Porém, esta é mais completa já que leva em consideração as influências do carbono e do nitrogênio, que são bastante significativas para a transformação martensítica, como discutido anteriormente.

$$\text{EFE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \quad (2.7)$$

## 2.3.2. Resistividade elétrica

A deformação plástica a frio em aços inoxidáveis austeníticos tem efeito não só na transformação de fase, mas também na mudança de propriedades elétricas, como é o caso a resistividade.

A condução elétrica dos metais é oriunda da movimentação dos elétrons de condução. Contudo, o movimento destes elétrons pode ser prejudicado por uma série de fatores, que causam o espalhamento dos mesmos e o aumento da resistividade elétrica. Dentre estes fatores podem ser destacados o grau de agitação dos átomos, ou seja, a temperatura, a concentração de impurezas no metal e a quantidade de defeitos que são: contornos de grão, falhas de empilhamento e discordâncias. Cada um destes efeitos tem contribuições independentes podendo ser relacionados na Equação 2.8, conhecida como Regra de Matthiessen (CALLISTER, 2008, PADILHA, 1985). Nesta equação a resistividade de um metal ( $\rho$ ) é um soma das contribuições oriundas da temperatura (T),

das impurezas (C), da presença de lacunas (L), das discordâncias (d) e de defeitos bidimensionais (b), como contornos de grão e falhas de empilhamento.

$$\rho = \rho(T) + \rho(C) + \rho(L) + \rho(d) + \rho(b) \quad (2.8)$$

A deformação plástica ocorre, de maneira geral para os metais, mediante a geração e movimentação de discordâncias. Além disso, há um aumento na quantidade de lacunas e falhas de empilhamento. Portanto, de acordo com a Equação 2.8, o trabalho a frio implicará em um aumento na resistividade elétrica. Em outras palavras, haverá queda na condutividade elétrica ( $\sigma$ ), dado que  $\sigma = 1/\rho$  (PADILHA, 1985).

## **2.4. Caracterização de materiais**

### **2.4.1. Difração de Raios X**

Os raios X foram utilizados primeiramente para investigação da estrutura interna dos materiais, através da radiografia, já que se conhecia a capacidade desta radiação em propagar-se em linha reta, sensibilizar emulsões fotográficas e produzir fluorescência e fosforescência em certas substâncias. Algum tempo depois, Von Laue observou que os raios X também poderiam ser difratados, e, em seguida, os Bragg determinaram o reticulado cristalino do NaCl, KCl e KBr através desta técnica que é atualmente uma das principais para caracterização microestrutural de materiais cristalinos (CULLITY, 1978, PADILHA, 1985).

Devido aos estudos de Von Laue e Bragg, foi possível determinar que um feixe com determinada frequência, ao incidir sobre um reticulado cristalino regularmente espaçado, pode originar interferências construtivas e destrutivas, deste que a radiação incidente possua o comprimento de onda ( $\lambda$ ) da ordem do espaçamento cristalino. A condição principal para que haja interferência construtiva é de que a diferença de caminho percorrida por cada feixe seja um múltiplo inteiro de  $\lambda$ . Expressando esta condição na forma matemática, pode se chegar à Equação 2.9, conhecida como Lei de Bragg, onde “ $2 d \sin\theta$ ” corresponde à diferença de caminho e  $n\lambda$  aos múltiplos inteiros do comprimento de onda (PADILHA, 1985).

$$2 d \operatorname{sen} \theta = n \lambda \quad (2.9)$$

Sendo:

$d$  = distância entre planos cristalinos

$\theta$  = ângulo de incidência do feixe de raios X

$n$  = número inteiro

$\lambda$  = comprimento de onda do feixe incidente

Os resultados da análise por difração de raios X são obtidos na forma de um espectro de difração, onde os picos são referentes aos planos onde ocorreu interferência construtiva, de acordo com a Equação 2.9. Na Figura 2.3 observa-se um destes espectros, conhecido também como difratograma.

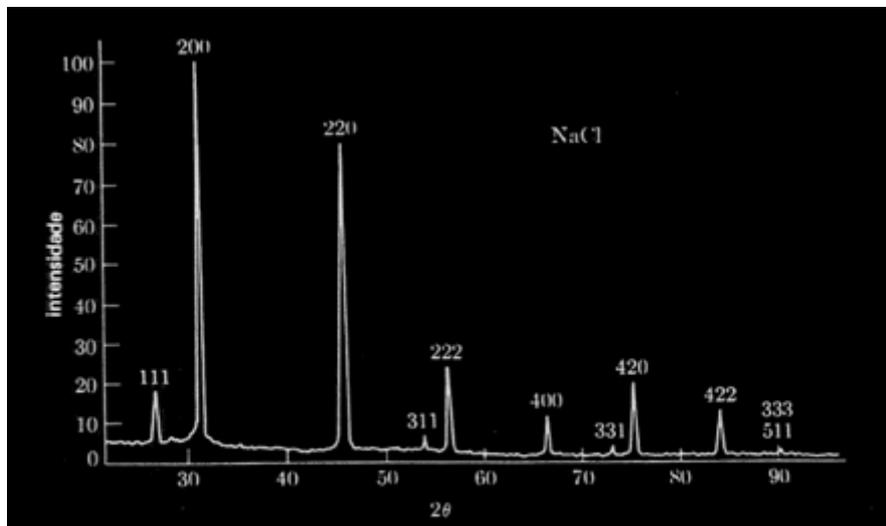


Figura 2.3. Espectro de raios X para o NaCl. (PADILHA, 1985)

Para quantificação de fases a partir de um difratograma, existem alguns métodos que podem ser empregados, sendo um deles o Método de Rietveld. Este método foi introduzido na década de 1960 com o objetivo inicial de servir como ferramenta para o refino de dados experimentais na difração de nêutrons. Anos mais tarde foi estendido para aplicação na difração de raios X. O foco deste método é realizar um ajuste entre um pico de difração observado e um pico calculado, utilizando para isto o método dos mínimos quadrados (SURKIALIABAD, 2009). Diversos pesquisadores atualmente utilizam-no para quantificação de fases em aços inoxidáveis austeníticos (BEESE *et al.*, 2011). Na Figura 2.4 é possível observar um ajuste realizado através do método supracitado.

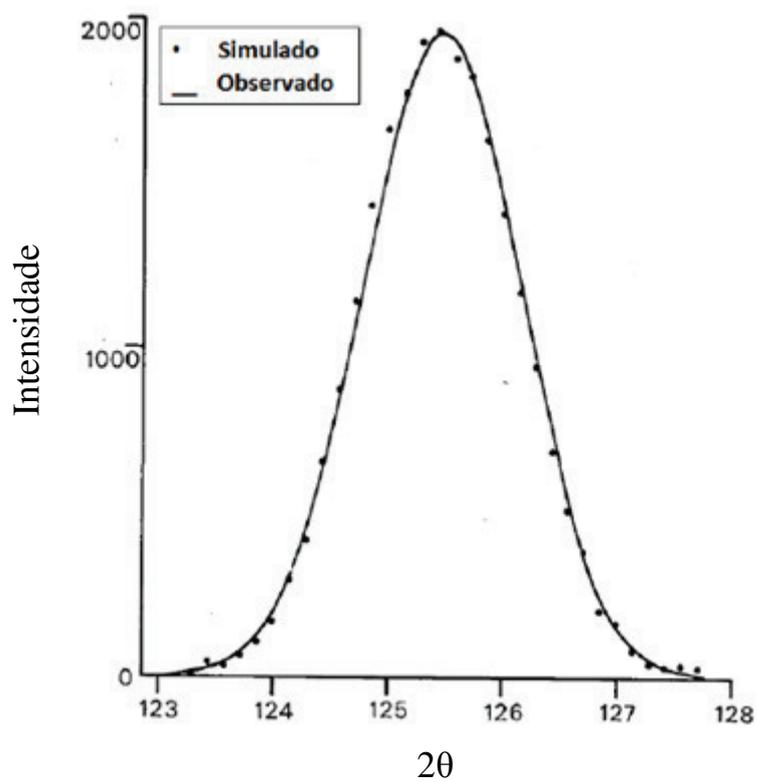


Figura 2.4. Comparação entre um pico observado e um simulado pelo Método de Rietveld (RIETVELD, 1969) adaptado.

## 2.4.2. Magnetômetro de amostra vibrante (VSM)

O magnetômetro de amostra vibrante (VSM) é um equipamento utilizado para avaliar as propriedades magnéticas de diversos materiais, incluindo aços inoxidáveis. A partir do ensaio neste aparelho é possível obter informações importantes como magnetização e permeabilidade magnética (JILES, 1998).

Na Figura 2.5 pode-se observar o equipamento e uma ilustração ao lado detalhando os pontos principais. Primeiramente, para realização do teste, a amostra é fixada em uma haste que está presa a uma cabeça vibratória e faz a amostra vibrar a uma frequência fixa. Em seguida, um campo magnético é aplicado pelas bobinas de Helmholtz, sendo perpendicular à direção da haste. Na amostra que permanece vibrando, são geradas correntes induzidas bem como um campo magnético induzido que é detectado pelas bobinas coletoras, o que induz uma voltagem. A partir da medida da voltagem nas bobinas coletoras as informações sobre as propriedades magnéticas podem ser adquiridas (FONER, 1959).

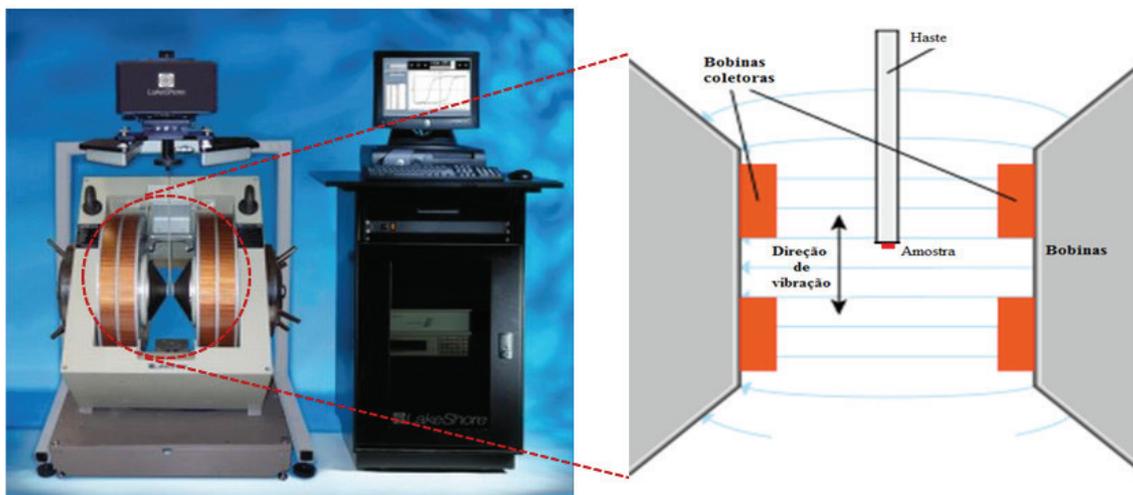


Figura 2.5. Detalhe do VSM LakeShore® (CORREA, 2013) adaptado.

### 2.4.3. Microscopia ótica/ Ferrofluido

Diversas são as formas de microscopia para análises da microestrutura dos materiais. Como exemplos podem ser destacadas a microscopia de campo iônico (MCI), a microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e finalmente a microscopia ótica (MO). Algumas técnicas se destacam por sua elevada profundidade de foco permitindo visualização de superfícies irregulares como as de fratura, já outras apresentam a vantagem de ser simples, rápida e econômica. Nestes últimos casos se encaixa a microscopia ótica (PADILHA, 1985).

Através da microscopia ótica é possível visualizar diversos tipos de defeitos cristalinos como contornos de grão, de sub-grão, contornos de macla e constituintes microestruturais maiores que 0,5  $\mu\text{m}$ . Geralmente, para se conseguir visualizar a microestrutura três etapas são fundamentais. A primeira delas é a preparação da superfície que servirá como parte representativa do material, o que pode ser feito através das etapas de corte, lixamento e polimento. Em seguida, está a fase de revelação das principais características, como defeitos e constituintes, o que é alcançado com o ataque da amostra. Por fim, o último passo consiste em visualizar no microscópio (PADILHA, 1985).

Existem diversas maneiras de realizar o ataque nas amostras. Vale lembrar que este estágio é fundamental para que a luz seja refletida de maneira diferenciada entre os constituintes, permitindo a aquisição de imagens com alto nível de contraste. As superfícies apenas polidas refletem a luz de maneira igual e a maioria dos constituintes não são observados, salvo algumas exceções em que as diferenças de refletividade são elevadas (ASM VOLUME 9, 1998). Alguns exemplos de ataque são:

- Ataque químico por imersão: é um dos ataques mais antigos e também mais populares. A substância para o ataque é escolhida baseada nas características eletroquímicas dos constituintes e não é necessária qualquer fonte externa de corrente para efetuar o ataque.

- Ataque eletrolítico: através de um circuito elétrico externo, um potencial elétrico é aplicado entre a amostra (ânodo) e um contra-eletródo (cátodo) imersos na substância que exercerá o ataque (eletrólito).

- Ataque magnético: vale-se das propriedades magnéticas para revelar as características dos materiais que são parcialmente ou totalmente magnéticos. Os primeiros usos deste tipo de ataque se referem ao ano de 1931 quando foi utilizado para identificar os “padrões de Bitter”, através do uso de pós magnéticos. Anos mais tarde a técnica se aprimorou com o uso de partículas magnéticas em uma solução coloidal (ASM VOLUME 9, 1998). Atualmente uma destas soluções coloidais utilizadas como o ataque magnético é o ferrofluido, que vem sendo utilizado em aços inoxidáveis da série 300, como mostra a Figura 2.6.

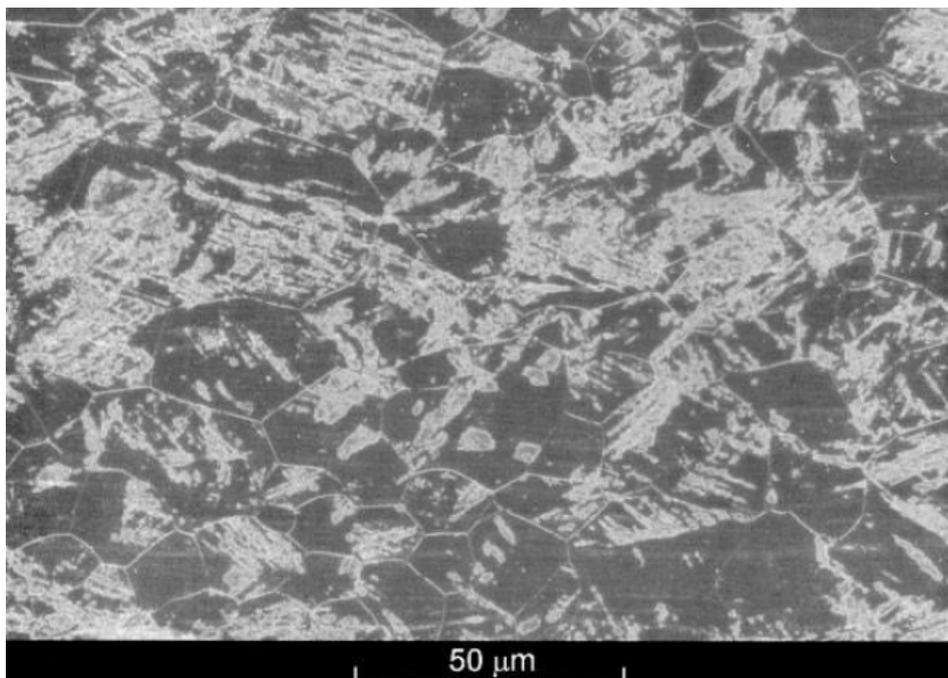


Figura 2.6. Imagem do aço AISI 301 LN com 15% de deformação. Ataque com HNO<sub>3</sub> 60 % e ferrofluido. As regiões escuras são de martensita  $\alpha'$  (TALONEN, 2004).

O ferrofluido consiste em uma solução contendo partículas de magnetita, que é magnética. Porém, na dimensão que estão presentes na solução, em torno de 10 nm de diâmetro, as partículas assumem o volume de um único domínio magnético. Desta maneira, cada átomo da partícula faz parte de uma estrutura ordenada magneticamente em uma única direção, levando a partícula a assumir uma propriedade denominada

superparamagnetismo. Tal propriedade permite que as partículas reajam a um estímulo magnético sem interferí-lo (SILVA, 2015).

## **2.4.4. Correntes parasitas**

### **2.4.4.1. Princípio de funcionamento**

O ensaio por correntes parasitas consiste em uma técnica não destrutiva que utiliza os princípios da indução eletromagnética para inspecionar materiais que sejam condutores elétricos (ASM VOLUME 17, 2004). Devido à importância da indução, este fenômeno será detalhado a seguir.

Todo condutor percorrido por uma corrente elétrica alternada gera um campo magnético no entorno, cuja direção e sentido dependem da corrente. Tal campo magnético (campo primário) cresce e decresce além de mudar de sentido sempre que a corrente elétrica assim o faz. Se existe outro condutor próximo ao primeiro, haverá indução de correntes elétricas devido à interação do campo magnético. De acordo com a Lei de Lenz, a corrente elétrica no segundo condutor terá direção e sentido de forma que o campo magnético gerado por ela se oponha às variações do campo primário (HENRIQUES *et al.*, 1990, NDT RESOURCE CENTER, 2015).

O conceito físico da indução eletromagnética descrito acima pode ser generalizado para o ensaio de correntes parasitas, demonstrado na Figura 2.7. Na ilustração, que mostra uma bobina e uma chapa metálica, destacam-se os passos principais divididos em “a”, “b” e “c”. Na etapa “a”, a bobina é percorrida por uma corrente alternada, que gera um campo magnético também alternado, denominado campo primário e representado pelas linhas na forma de elipses. A seguir, na etapa “b”, ao se aproximar a bobina de um material condutor elétrico, o campo primário induz correntes elétricas em formatos circulares na superfície da peça. O sentido das correntes parasitas será de forma que o campo magnético gerado por elas (campo secundário) se oponha ao campo magnético primário. O campo secundário está representado na parte “c” como as linhas amarelas. Finalmente, a interação entre o campo magnético primário e o secundário, seja na presença de defeitos ou devido mudanças nas propriedades físicas do material, provocará alterações na impedância elétrica da bobina, sendo

apresentadas na forma de um plano de impedância (NDT RESOURCE CENTER, 2015).

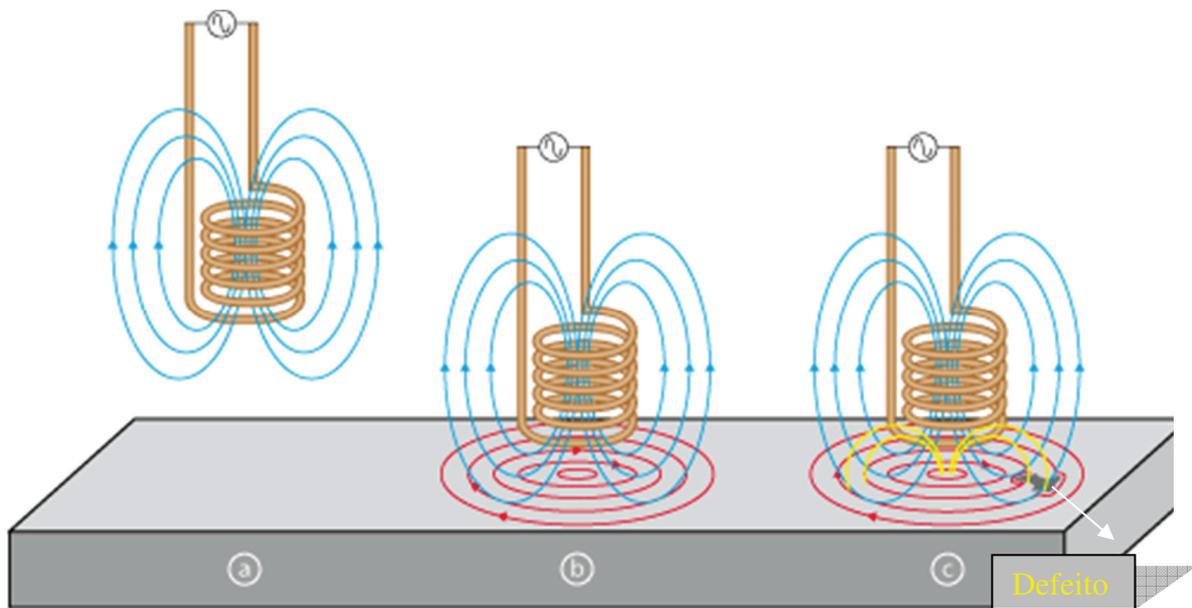


Figura 2.7. Etapas do ensaio por correntes parasitas (OLYMPUS, 2015) adaptado.

## 2.4.4.2. Plano de impedância

A impedância elétrica ( $Z$ ), no ensaio de correntes parasitas, consiste na combinação de duas componentes que atuam no fluxo de corrente elétrica do circuito. Vale lembrar que apesar de existir uma terceira componente, que é a reatância capacitiva, seu efeito é desprezado (HENRIQUES *et al.*, 1990). As componentes relevantes são, portanto, a reatância indutiva ( $X_L$ ) e a resistência ( $R$ ) que podem ser representadas em um diagrama vetorial no qual  $X_L$  está no eixo das ordenadas e  $R$  no eixo das abscissas (HENRIQUES *et al.*, 1990). O diagrama é designado como plano de impedância e pode ser visualizado na Figura 2.8.

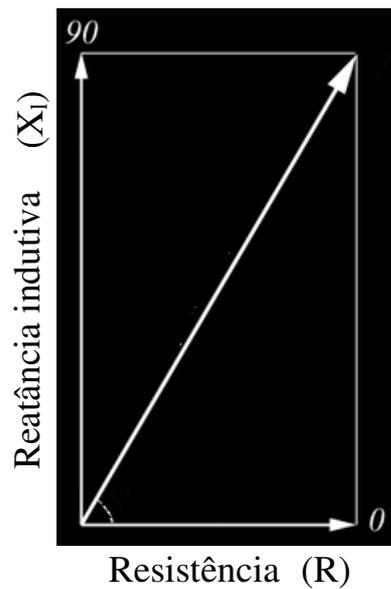


Figura 2.8. Representação do plano de impedância (CAMERINI, 2012) adaptado.

O vetor que retrata a impedância elétrica, resultante da contribuição de cada componente, é indicado com a letra Z e seu módulo pode ser calculado de acordo com as Equações 2.10 e 2.11.

$$Z = \sqrt{R^2 + X_l^2} \quad (2.10)$$

$$X_l = 2\pi fL \quad (2.11)$$

Onde:

$f$  = Frequência [Hz]

$L$  = Indutância [Henrys]

Já o ângulo de fase, indicado com a letra  $\varphi$  na Figura 2.8, pode ser obtido matematicamente através da Equação 2.12.

$$\varphi = \arctan(X_l/R) \quad (2.12)$$

Para interpretação do ensaio, é necessário conhecer como se comporta a impedância elétrica. Para esta análise, pode ser observada a Figura 2.9 que relaciona alguns pontos importantes do plano de impedância. Nesta ilustração, verifica-se que ao aproximar a sonda do alumínio (ponto 0 ao 1), que é não-magnético, ocorre aumento na resistência da bobina. Isto acontece porque correntes elétricas são geradas no metal, o que retira energia da bobina e faz sua resistência aumentar. A reatância indutiva por sua vez diminui, já que as correntes parasitas produzem um campo secundário que se opõe ao primário, resultando em um campo magnético menor para gerar indutância. Na presença de trincas, (1 para 2) haverá queda na resistência e aumento na reatância já que a intensidade de correntes parasitas é menor (NDT RESOURCE CENTER, 2015).

Ao aproximar a sonda de uma amostra magnética como um aço ferrítico (de 0 a 3), a resistência aumenta pois as correntes geradas retiram energia da bobina. A reatância indutiva ( $X_L$ ), ao contrário do caso anterior, irá se elevar. A razão está na alta permeabilidade magnética do aço, que concentra o campo magnético primário. Assim, o fluxo magnético na bobina se torna maior e o campo secundário é suprimido, fatores que elevam a reatância. Finalmente, a presença de trincas seguirá um padrão semelhante ao que ocorre no alumínio, com queda na resistência e aumento da reatância (entre pontos 3 e 4) (NDT RESOURCE CENTER, 2015).

Na Figura 2.9 é possível notar ainda que o caminho entre os pontos 0 e 1 além de 0 e 3 é denominado de *lift-off*. Este termo é utilizado para descrever o espaço existente entre a sonda e a peça.

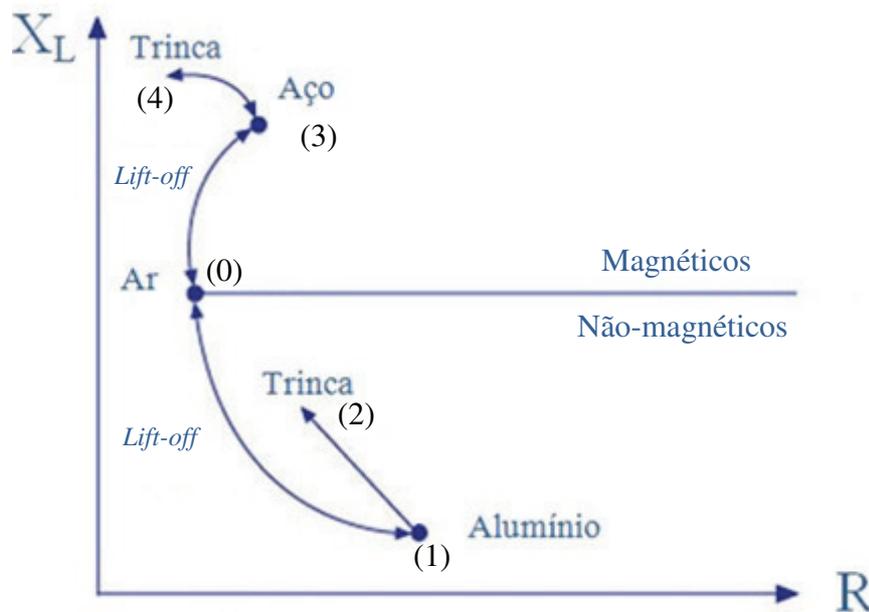


Figura 2.9. Plano de impedância (NDT RESOURCE CENTER, 2015) adaptado.

### 2.4.4.3. Profundidade de penetração

A profundidade de penetração é um aspecto importante da técnica de correntes parasitas. Isto porque as correntes elétricas têm densidade máxima na superfície que diminui à medida que penetram no material. O efeito pelicular é o responsável por esta queda e atua da seguinte maneira: na superfície, são geradas correntes parasitas as quais criam um campo secundário que se opõe ao primário, reduzindo-o. Dessa forma, a camada logo abaixo da superfície é influenciada por um campo primário menor, reduzindo as correntes induzidas (HENRIQUES *et al.*, 1990). O decréscimo na densidade de correntes pode ser visualizado na Figura 2.10. Verifica-se uma relação exponencial entre a profundidade e a densidade de correntes. Além disso, nesta mesma figura há uma profundidade destacada pela letra  $\delta$ . Esta é denominada profundidade de penetração padrão e é determinada quando a densidade de corrente equivale a  $1/e$ , ou 37%, do seu valor na superfície.

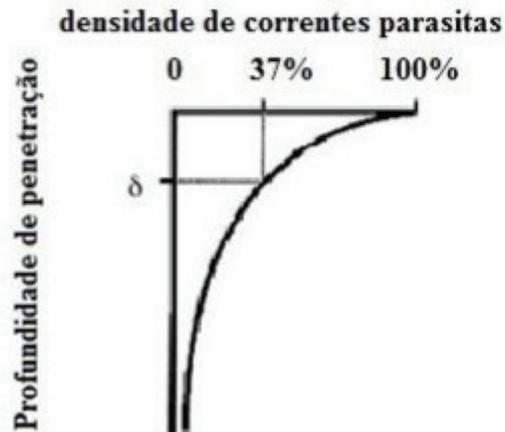


Figura 2.10. Gráfico mostrando a relação entre a densidade de correntes parasitas e a profundidade de penetração (HANSEN, 2004).

A Figura 2.11 mostra a distribuição da densidade de correntes parasitas em duas situações distintas, destacando como se comporta a profundidade de penetração quando há mudanças na frequência do ensaio bem como na condutividade elétrica e permeabilidade magnética do material. É notável que no primeiro caso, caso (a), as correntes parasitas estão mais concentradas e mais próximas à superfície do que no caso (b).

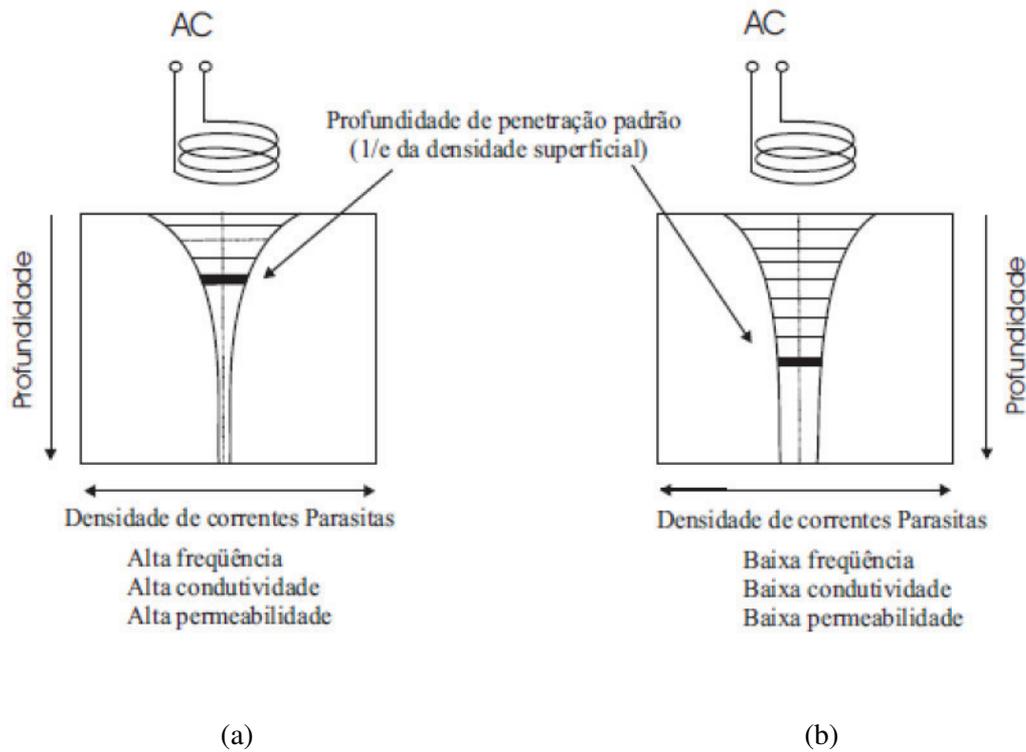


Figura 2.11. Ilustração da profundidade de penetração padrão. As partes a e b mostram situações distintas (CAMERINI, 2012).

É importante destacar que a profundidade de penetração padrão pode ser estimada de acordo com a Equação 2.13 (NDT RESOURCE CENTER, 2015):

$$\delta \approx \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} \quad (2.13)$$

Onde:

$\delta$  = profundidade de penetração padrão [m]

$\sigma$  = condutividade elétrica [S/m]

$f$  = frequência de inspeção [Hz]

$\mu$  = permeabilidade magnética [H/m]

## 2.5. Estudo de Casos

### 2.5.1. Caracterização por técnicas diversas

A formação da martensita nos aços inoxidáveis austeníticos é tema de estudo por diversas técnicas de caracterização sejam baseadas nas propriedades magnéticas ou não. Para citar algumas que não utilizam o fenômeno do magnetismo pode-se destacar a difração de raios X, a microscopia ótica e ensaios mecânicos como microdureza Vickers, ensaios de tração e de impacto Charpy. Entre aquelas que dependem das propriedades magnéticas ressaltam-se o magnetômetro de amostra vibrante (*VSM – Vibrating Sample Magnetometer*), a emissão magnética *Barkhausen* (*MBE – Magnetic Barkhausen Emission*), o ferritoscópio e as correntes parasitas.

Um exemplo das pesquisas que utilizam as técnicas acima é a realizada por ABREU *et al.* (2007) onde destacam-se a difração de raios X e o *VSM* para caracterização da martensita. Aliás, foi avaliada também a influência da martensita na resistência à corrosão. Para o estudo, selecionaram-se duas classes de aços tais quais AISI 301LN e AISI 316L. Cada um desses aços foi submetido a deformações iguais de 5%, 26% e 47% em redução da espessura, através da laminação e à temperatura ambiente. Os primeiros resultados da difração mostraram a presença apenas das fases  $\gamma$  (austenita) e martensita  $\alpha'$ , ou seja, sem a presença de martensita  $\epsilon$ . Outros autores como KUMAR *et al.* (2006) pesquisaram a respeito do AISI 304 sob condições semelhantes e também não detectaram a presença de  $\epsilon$ . Já HUMBERT *et al.* (2007) detectou a fase  $\epsilon$  apenas quando deformou o material sob tração e a temperaturas abaixo de zero grau Celsius. Ainda a respeito da difração de raios X, a quantificação levou aos resultados da Tabela 2.1. Nestes dados, observa-se que o aço AISI 301LN além de apresentar maior quantidade de martensita quando comparado ao aço AISI 316L, tem uma cinética de transformação superior.

Tabela 2.1. Quantidade de martensita em função da deformação para cada aço.

Aço	Redução de espessura	Quantidade de martensita
AISI 301LN	5%	14%
	26%	46%
	47%	60%
AISI 316L	5%	6,5%
	26%	7%
	47%	8%

Os resultados da Tabela 2.1 são confirmados pelos valores de magnetização de saturação obtidos pela técnica de *VSM*, mostrados na Figura 2.12. Vale lembrar que a magnetização é elevada quanto maior for a fração volumétrica de fase ferromagnética presente. Observa-se que, mesmo o AISI 301LN com a menor deformação estudada (5%), apresenta uma magnetização de saturação superior à amostra deformada a 47% do AISI 316L, corroborando a maior facilidade na formação de martensita do AISI 301LN.

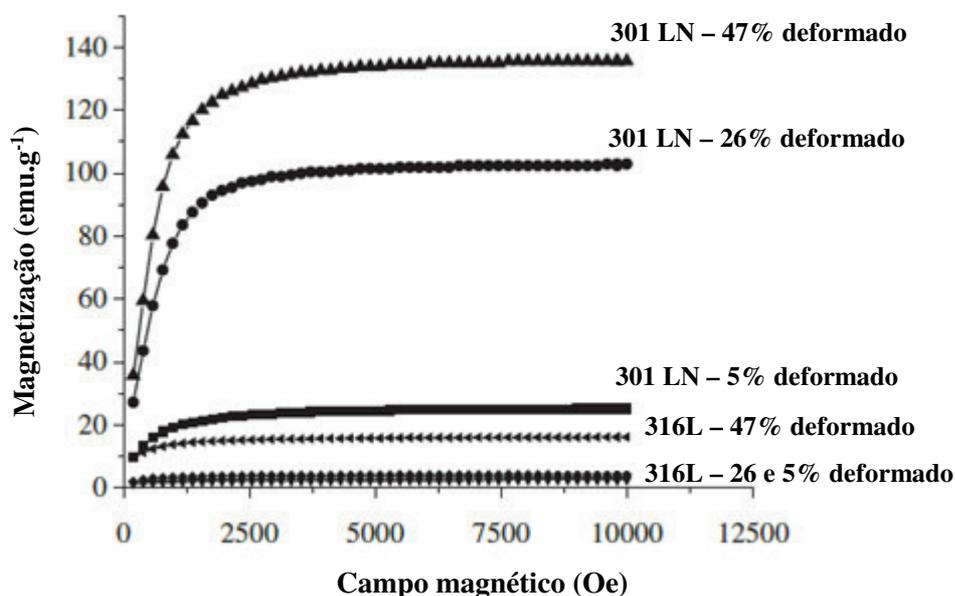


Figura 2.12. Resultados do *VSM* revelando a magnetização de saturação de cada amostra (ABREU *et al.*, 2007) adaptado.

A respeito do estudo da influência da deformação na resistência à corrosão, concluiu-se que o trabalho a frio tem um efeito deletério nas propriedades de resistência à corrosão generalizada e por pites.

Outro trabalho relevante refere-se ao publicado por PARDAL *et al.* (2012). Os pesquisadores utilizaram 10 amostras com espessura inicial de 3,2 mm do aço AISI 321, que foram solubilizadas e em seguida deformadas por laminação. As deformações verdadeiras ( $\varepsilon_v$ ) variaram desde  $\varepsilon_v = 0$  até  $\varepsilon_v = -2,29$ . Para a caracterização, foi utilizado o VSM com duas abordagens distintas a fim de se obter a magnetização de saturação ( $m_s$ ), o método convencional e o método 1/H. Com propósito de encontrar a magnetização intrínseca da martensita, foram também propostos diferentes métodos. Outra ferramenta utilizada no trabalho foi a microscopia ótica.

Utilizando os resultados de fração volumétrica de martensita de outros trabalhos que utilizaram aços inoxidáveis (TAVARES *et al.*, 2006, TAVARES *et al.*, 2008, TAVARES *et al.*, 2011), foi possível estabelecer um comparativo com formação de martensita no aço AISI 321 através da Equação 2.14. Esta equação relaciona  $m_s$  à magnetização intrínseca da martensita encontrada, sendo de 150,21 emu/g.

$$C_{\alpha'} = \frac{m_s}{150,21} \quad (2.14)$$

Onde:

$C_{\alpha'}$  = fração volumétrica de martensita;

$m_s$  = magnetização de saturação da amostra obtida pelo método convencional (emu/g).

A comparação foi reunida no gráfico da Figura 2.13, que mostra a cinética de transformação de vários aços de acordo com o grau de deformação. Para o cálculo de  $m_s$  foi escolhido o método convencional ainda que o método de 1/H tenha resultado em valores de  $m_s$  superiores e matematicamente mais precisos. Esta escolha ocorreu em virtude de ter sido o método convencional aquele utilizado por outros autores. O método 1/H foi apresentado com o objetivo de ser uma alternativa mais acurada uma vez que, neste caso, o valor de  $m_s$  é obtido quando a amostra está totalmente saturada devido ao campo indutor externo tender ao infinito.

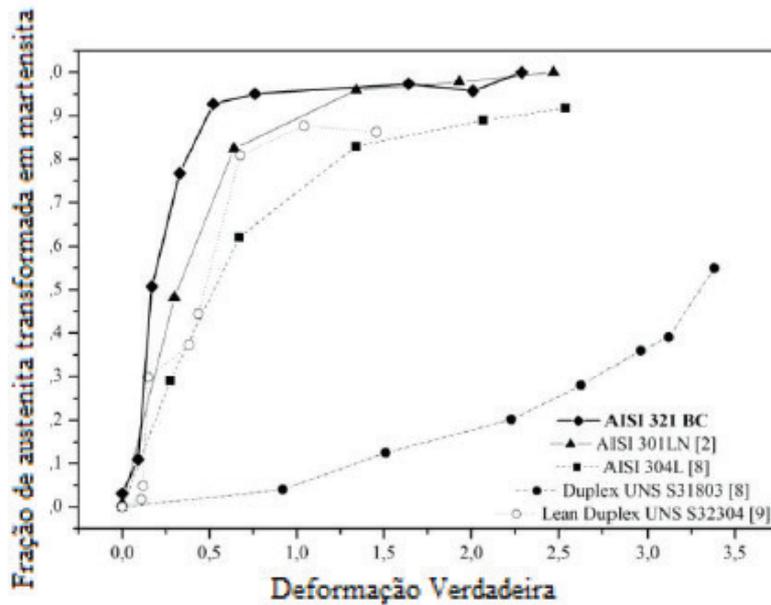


Figura 2.13. Fração transformada em função da deformação para alguns aços. Dados estimados a partir da magnetização de saturação ( $m_s$ ) (PARDAL *et al.*, 2012).

Nota-se, a partir da figura acima, que os aços inoxidáveis austeníticos são mais susceptíveis à formação de martensita que outras designações de aços inoxidáveis como *Duplex* e *Lean Duplex*. Além disso, o aço AISI 321 é bastante susceptível à transformação martensítica. Dos resultados obtidos na microscopia ótica, mostrados nas Figuras 2.14 (a) e 2.14 (b) observa-se a presença da martensita indicada pelas setas. Somando-se a isso, em razão da maior deformação, a Figura 2.15 (b) apresenta maior quantidade de martensita que a parte (a) da mesma figura.

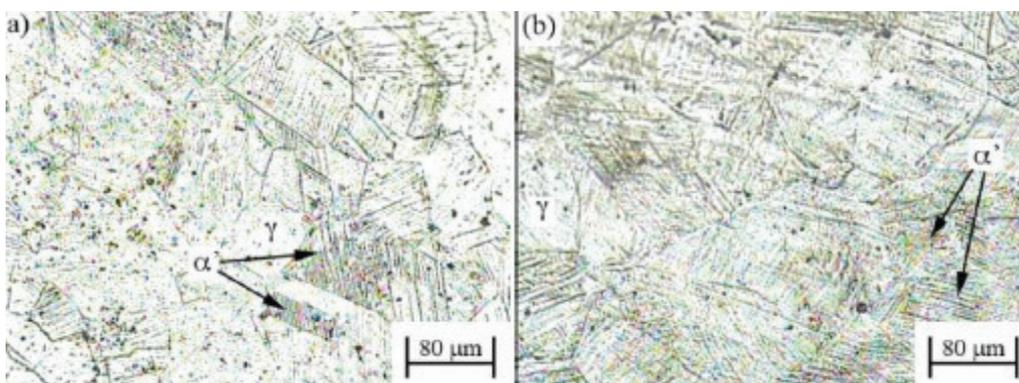


Figura 2.14. Parte (a) revela a micrografia da amostra deformada à  $\epsilon_v = -0,17$  e parte (b) deformada à  $\epsilon_v = -0,33$  (PARDAL *et al.*, 2012).

Um estudo conduzido por HEDAYATI *et al.*(2010) dedicou-se a caracterizar as microestruturas e propriedades do aço AISI 304L. Foram utilizadas chapas com 10 mm de espessura que passaram pelo processo de laminação e tiveram suas espessuras reduzidas entre 10% e 90%, a uma taxa de deformação de  $2,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à temperatura de  $0^\circ\text{C}$ . A caracterização microestrutural foi conduzida por meio da difração de raios X, da microscopia ótica e do ferritoscópio, mostrado na Figura 2.15. Para avaliar as propriedades mecânicas, foram utilizados a dureza Vickers e o ensaio de tração.



Figura 2.15. Ferritoscópio em operação. Na tela do aparelho é possível ler a fração de fase ferromagnética.

A partir dos resultados da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  em função da redução a frio, concluiu-se que a formação desta fase tem um comportamento sigmoidal. Isto significa que a taxa de transformação martensítica é modesta no início da deformação, estágio onde predomina a criação de locais para nucleação da martensita. Esses sítios podem ser bandas de cisalhamento na forma de martensita  $\epsilon$ , maclas e pacotes densos de falhas de empilhamento. Segundo os pesquisadores, como as interfaces das bandas de cisalhamento são locais preferenciais para a nucleação de martensita  $\alpha'$ , a fração volumétrica desta fase cresce de maneira intensa com a deformação até atingir aproximadamente 70% de redução. A partir deste ponto a porcentagem de  $\alpha'$  torna-se constante e as deformações posteriores apenas refinam a martensita que já foi formada. Na Figura 2.16 é possível observar o comportamento descrito.

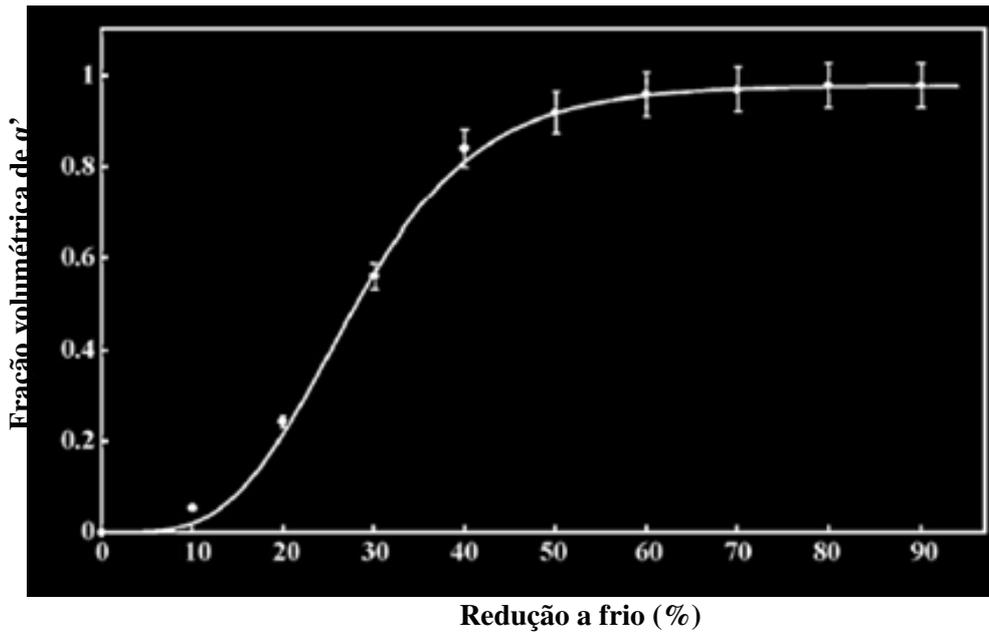


Figura 2.16. Comportamento da fração volumétrica de martensita  $\alpha'$  em função da deformação (HEDAYATI *et al.*, 2010) adaptado.

A respeito dos resultados de difração de raios X, apesar de difícil detecção, foram encontrados picos de martensita  $\epsilon$  na deformação de aproximadamente 10%, os quais desaparecem nas deformações subsequentes restando somente a formação da martensita  $\alpha'$ .

Na microscopia ótica, Figura 2.17, são observados núcleos delgados de martensita  $\alpha'$ , localizados nas interseções das bandas de cisalhamento. Resultados de outros pesquisadores como MURR *et al.* (1982) e LICHTENFELD *et al.* (2006) sugerem que a propagação da martensita  $\alpha'$  se dá pela matriz austenítica através do avanço das interfaces das bandas de cisalhamento, que assumem um formato arredondado. Esse crescimento ocorre preferencialmente de um dos lados da banda.

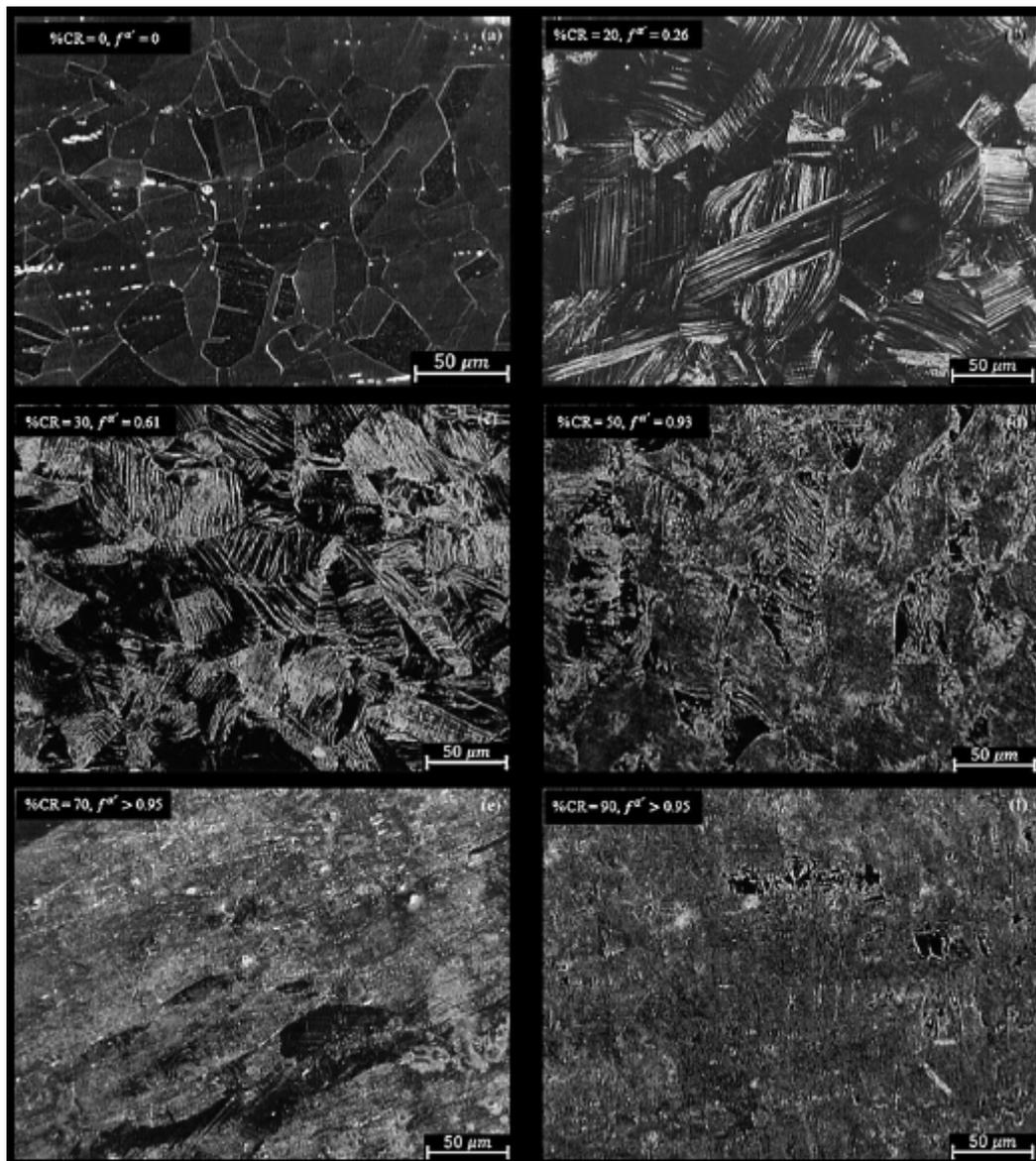


Figura 2.17. Distribuição da martensita no aço 304L. Na parte superior à esquerda de cada micrografia encontra-se a deformação imposta e a fração volumétrica medida com o ferritoscópio (HEDAYATI *et al.*, 2010).

A caracterização das propriedades mecânicas trouxe como resultado a ocorrência de um aumento de três vezes na dureza do material comparando o estado de máxima deformação (90% de redução) com aquele de deformação nula. Este resultado ocorre por conta de dois fatores principais que são a formação de martensita e o aumento na densidade de discordâncias.

Ao considerar trabalhos que discutem a influência da martensita no processo de fabricação, pode ser destacado o trabalho realizado por JHA *et al.*(2008). Nesta pesquisa, um trecho curvo de aço inoxidável AISI 321 que faz parte de uma linha condutora de LH<sub>2</sub> apresentou trincas durante um dos testes de qualificação. A seguir, na Figura 2.18, visualiza-se o tubo curvado e a região onde ocorreu a trinca. Tais tubos podem ser curvados de algumas maneiras e uma delas utiliza água no interior seguido de um resfriamento por nitrogênio líquido.

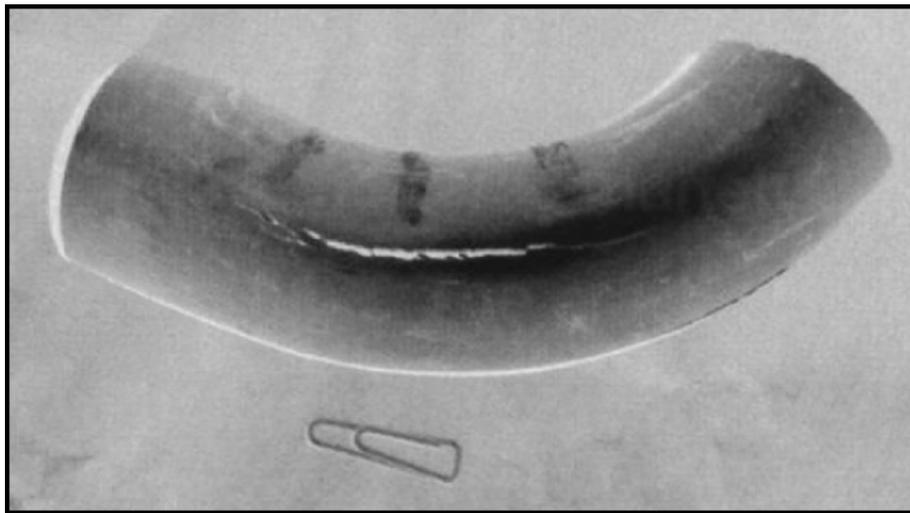


Figura 2.18. Região da tubulação que sofreu curvamento e rompeu durante a etapa de qualificação (JHA *et al*, 2008).

Para estudar as razões pelas quais houve falha no tubo, optou-se por utilizar ferramentas como o ferritoscópio, a estereoscopia além da microscopia ótica.

Antes do uso do ferritoscópio, foi traçada na superfície da junta uma grade, permitindo a localização exata de cada ponto em relação à trinca. Percebeu-se que na região próxima à fenda, a fração volumétrica de martensita variou entre a mínima de 35% e a máxima de 55%. Já nas extremidades do tubo a fração foi muito inferior, em torno de 0,2%.

A estereoscopia, por sua vez, revelou trincas descontínuas com um padrão em zigue-zag e pontas arredondadas. Além disso, foram encontradas finas trincas paralelas à trinca principal na região mais interna do tubo, sendo a hipótese mais clara de que

uma trinca é iniciada e se une às outras, formando o zigue-zag citado anteriormente. É interessante observar que as trincas finas foram encontradas mesmo em regiões distantes da seção submetida ao curvamento.

Os resultados da microscopia ótica mostraram ainda a inclusão de óxidos na matriz austenítica além da formação de martensita.

Baseado nas evidências encontradas foi possível concluir que a soma de fatores contribuiu para a falha do tubo. Dentre eles destacam-se: o processo de fabricação do tubo, a formação da martensita por conta da deformação e a inclusão de óxidos. O processo de fabricação, extrusão, foi responsável pela formação de trincas finas ao longo de todo o tubo. Sobre a martensita, uma quantidade transformada de 50% aliada à temperatura baixa (-170°C) fez com que a tenacidade à fratura caísse vertiginosamente, atingindo 15% do seu valor original. Finalmente, a inclusão de óxidos facilitou a propagação das trincas.

## **2.5.2. Caracterização utilizando a técnica de correntes parasitas**

São raros os trabalhos que utilizam a técnica de correntes parasitas para caracterizar a martensita induzida por deformação. Inclusive, o artigo produzido por KHAN *et al.*(2008), citado seguir, menciona que até a produção do seu trabalho não se tinha conhecimento de qualquer publicação neste assunto.

O trabalho de KHAN *et al.*(2008) é um dos poucos que relaciona as correntes parasitas à transformação martensítica. Na investigação, foram utilizados diferentes tipos de aços: AISI 304, AISI 321, AISI 316L e 12Ch21N5G2STL (Gost) na forma de corpos de prova reduzidos entre 10% e 80% de espessura, à temperatura ambiente. Para o ensaio de correntes parasitas, foi utilizada uma sonda absoluta, com frequência de operação de 4kHz. A fim de se estabelecer uma relação entre os resultados da técnica com a transformação de fase, foram utilizados métodos que permitissem a percepção da queda da fração de austenita, como testes de dureza Vickers, microscopia ótica e difração de raios X.

Em relação aos resultados de dureza, todos os aços apresentaram aumento com a deformação, sendo o mais modesto para o aço 12Ch21N5G2STL(Gost). Para os outros, a dureza cresceu rapidamente até 40% de deformação. Entre 40 % e 80%, o crescimento foi mais lento e deixou de acontecer a partir dos 80% de deformação.

Este estudo, diferentemente da maioria dos trabalhos, caracterizou o aço inoxidável austenítico através da quantificação de fase austenítica, sendo calculada a partir dos dados da difração de raios X. Seu resultado pode ser visto a seguir na Figura 2.19, mostrando a fração volumétrica de fase em função da deformação.

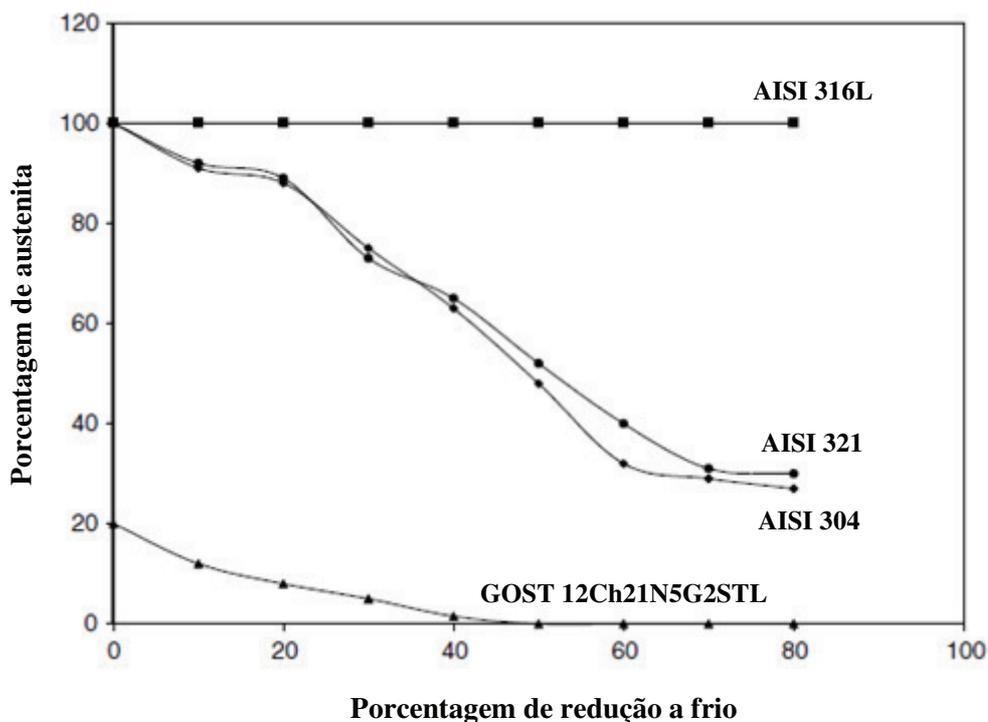


Figura 2.19. Fração de austenita em função da deformação a frio (KHAN *et al.*, 2008) adaptado.

Observa-se que há comportamentos diferentes em relação à transformação de fase nos aços austeníticos. Em dois deles, AISI 304 e AISI 321, há queda na quantidade de austenita até aproximadamente 70% de deformação. Este decréscimo na austenita também ocorre para a liga 12Ch21N5G2STL (Gost), que consumiu a austenita em 50% de redução. No entanto, a exceção fica por conta do AISI 316L onde não ocorre transformação de fase com a deformação. Isto é reforçado pelo resultado de correntes

parasitas, quanto ao ângulo de fase da impedância elétrica, que não mostra qualquer variação para o aço AISI 316L. Nos aços AISI 304 e AISI 321, as mudanças ocorrem neste e em outros parâmetros, principalmente entre as reduções de 20% e 60%, indicando que nesta faixa há mudanças na permeabilidade magnética e/ou condutividade elétrica. Para a liga 12Ch21N5G2STL (Gost), a mudança é bem sutil. Isto pode ser visto com mais clareza na Figura 2.20.

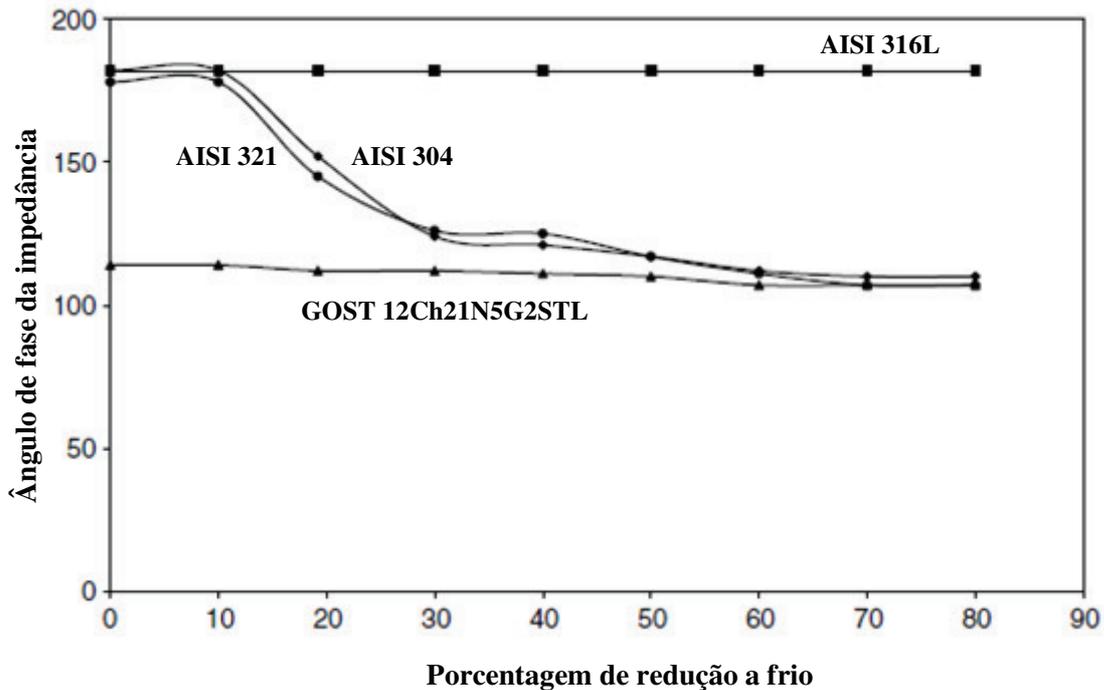


Figura 2.20. Variação no ângulo de fase da impedância para os aços pesquisados (KHAN *et al.*, 2008) adaptado.

Outro estudo foi o desenvolvido por SURKIALIABAD *et al.*(2013), que consistiu em inspecionar chapas laminadas de 10 mm de espessura inicial do aço AISI 304L, com graus de redução entre 0% e 80% à uma taxa de deformação de  $2,1 \times 10^{-3} s^{-1}$  e temperatura de 0°C. A inspeção foi realizada dentro de um espectro de frequências amplo (entre 50 Hz e 10 kHz) com uma sonda de reflexão. Esta sonda é constituída de duas bobinas, uma com a função de realizar a excitação e a outra detectar as mudanças no sinal. Tais sondas são conhecidas comercialmente como *driver/ pick-up coil*, ou seja, bobinas excitadora/ receptora. Neste formato de inspeção, o parâmetro analisado é a voltagem produzida na bobina receptora, que aparece após a interação do campo da bobina excitadora com o corpo de prova. A inspeção foi comparada ainda com outras

técnicas como a difração de raios X (DRX), microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Depois da voltagem na bobina receptora ser normalizada, a mesma foi inserida no gráfico da Figura 2.21, contemplando todas as frequências analisadas.

Como sugere o autor, há quatro regiões que podem ser separadas. Na primeira delas, região um, comparando com os resultados da difração de raios X, há pouca formação de martensita  $\alpha'$ , sendo preponderante o aparecimento de martensita  $\epsilon$ , o que ocorre até aproximadamente 10% de redução. Após esse valor, a martensita  $\epsilon$  desaparece dando lugar à martensita  $\alpha'$ . Já na região dois, há um rápido crescimento da permeabilidade magnética elevando a voltagem captada. A taxa de variação do sinal aumenta até atingir um máximo em torno de 20% de redução, como indica a linha pontilhada (derivada da linha sólida). Essa variação prossegue até aproximadamente 50%, na região três, porém a uma taxa menor até se tornar constante. A partir de 50% de redução, não existe crescimento expressivo do sinal captado, indicando que não há mais elevação da permeabilidade magnética do material, ou seja, ocorreu total formação de martensita. Outra informação importante obtida através do gráfico da voltagem normalizada é que em todo espectro de frequências analisado, os valores da voltagem estão próximos uns aos outros para uma mesma deformação. Considerando que a variação da frequência está relacionada à profundidade de inspeção, é possível concluir que a martensita tem uma distribuição uniforme ao longo da espessura do material, fato que é reforçado pelas imagens de microscopia ótica.

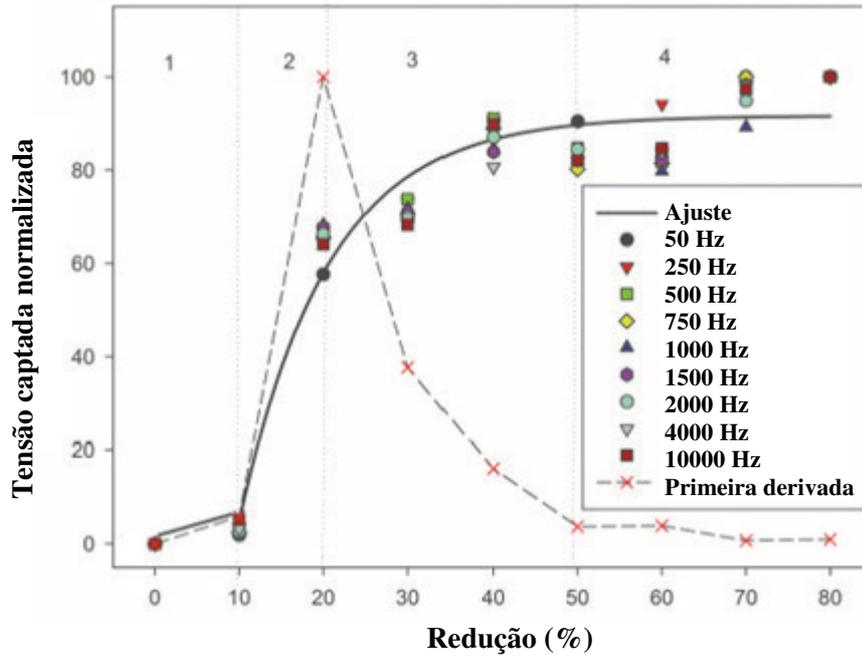


Figura 2.21. Variação da tensão normalizada em função da deformação para diversas frequências (SURKIALIABAD *et al.*, 2013).

O sinal proveniente das correntes parasitas quando comparado à fração de martensita obtida pelo DRX, revelada na Figura 2.22, vem confirmar que até 10% pouca quantidade de martensita é formada, atingindo a máxima taxa de transformação entre 20 e 30%, e acima de 50% de redução o aumento na quantidade de martensita é pequeno. A partir de 80% o material já está saturado de martensita e não há mais formação da mesma, apenas um refinamento daquela já existente. A microestrutura final consiste em agulhas finas de martensita com traços de austenita remanescente.

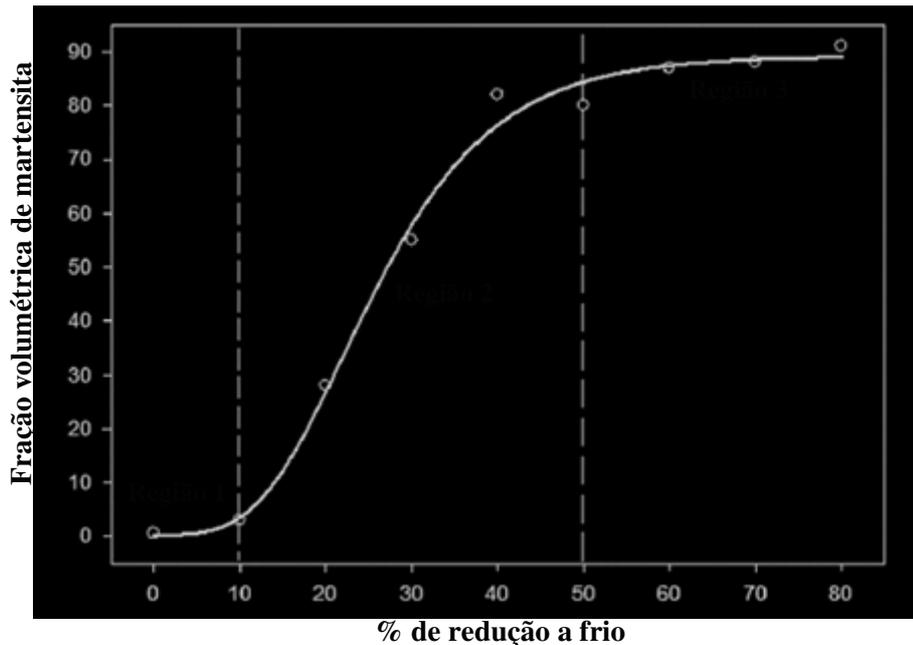


Figura 2.22. Quantidade de martensita em função da deformação calculada por DRX (SURKIALIABAD *et al.*, 2013).

Quanto à morfologia da martensita observada tanto no MO quanto no MEV, identifica-se um formato de agulhas finas lado a lado que são difíceis de serem resolvidas. Mesmo na deformação abaixo de 10% não é possível separar os dois tipos de martensita já que ambos apresentam um formato acicular. Por conta disso, não foi realizada a quantificação da martensita através da análise de imagens.

Finalmente, a quantidade de martensita formada (%M), obtida pelo DRX, foi relacionada com a voltagem do sinal de correntes parasitas (V), resultando na Equação 2.15.

$$%M = 2,5321 + 0,0187\exp(0,0021V) \quad (2.15)$$

Diante da equação anterior é possível observar uma dependência exponencial da fração de martensita em função da voltagem do sinal. Esta relação difere dos resultados encontrados por TALONEM *et al.* (2004) e BEESE *et al.*(2011) os quais definiram uma dependência linear. É importante frisar que a relação linear resultou de um estudo que pesquisou uma pequena faixa de deformações (entre 25 e 35% de redução) e nesta região tanto a relação linear quanto a exponencial gera resultados próximos. No entanto, o uso da reta para um espectro grande de deformações pode levar a resultados errôneos.

Na Figura 2.23 podem ser vistas as duas curvas, linear e exponencial, mostrando a região em que coincidem.

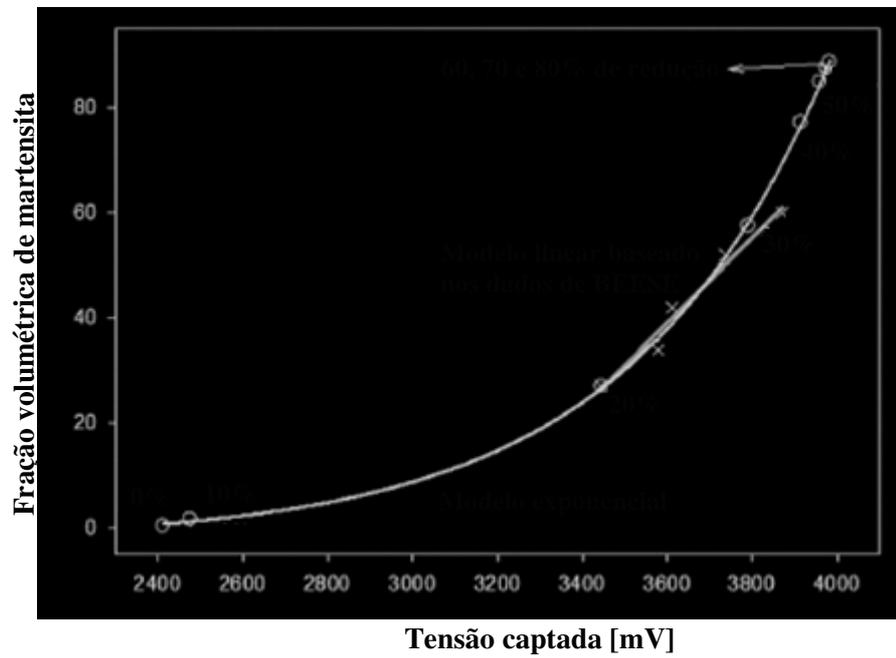


Figura 2.23. Modelos exponencial e linear relacionando a voltagem com %M (SURKIALIABAD *et al.*, 2013).

## 3. Materiais e métodos

### 3.1. Aço AISI 321

Utilizou-se uma chapa de aço inoxidável austenítico AISI 321 laminada e recozida, com dimensões iniciais de 500 mm x 145 mm x 9,5 mm. A composição química deste aço está presente na Tabela 3.1 e foi obtida a partir do certificado fornecido pelo fabricante.

Tabela 3.1. Composição química do aço. Valores de porcentagem em peso (%).

Aço	C	Mn	Si	P	S	Cr
AISI 321	0,009	0,820	0,480	0,036	0,002	17,050
	Ni	Mo	Al	Cu	N	Ti
	9,040	0,038	0,006	0,054	0,009	0,122

A partir da composição química, foram calculados os valores da energia de falha de empilhamento (EFE), bem como de  $M_d(30/50)$  e  $M_s$ . Estes valores foram obtidos a partir das equações citadas na Seção 2.3.1.

### 3.2. Confecção dos corpos de prova

#### 3.2.1. Simulação computacional

Para cortar corpos de prova com tamanhos que satisfizessem as condições do ensaio de correntes parasitas, ou seja, com mínima influência das bordas, foram realizados testes por simulação computacional, com diversos tamanhos de comprimento e largura. Estes testes foram feitos no *software* Opera<sup>®</sup> e os parâmetros de ensaio bem como as propriedades físicas do aço podem ser conferidos nas Tabelas 3.2 e 3.3 respectivamente. Na Tabela 3.4 observam-se ainda as propriedades da bobina que foi utilizada tanto no modelo virtual como nos ensaios de bancada. A bobina consiste basicamente em um núcleo de aço no qual foi enrolado o fio de cobre. Vale lembrar que a espessura da chapa de AISI 321 é fixa de 9,5 mm, não sendo, portanto, modificada na simulação.

Tabela 3.2. Parâmetros utilizados na simulação de correntes parasitas.

Frequência	8 kHz
<i>Probe drive</i> (tensão de alimentação)	4V
Ganho	36dB
Rotação	85°
Ganho vertical	2 dB

Tabela 3.3. Propriedades físicas do aço estudado (HENRIQUES *et al.*, 1990, ASM VOLUME 1, 1990).

Aço AISI 321	Condutividade ( $\sigma$ )		Resistividade ( $\rho$ )	Permeabilidade magnética ( $\mu$ )
	% IACS	S/m	Ohm.m	H/ m
	2,39	$1,386 \cdot 10^6$	$7,2 \cdot 10^{-7}$	$4\pi \cdot 10^{-7}$

Tabela 3.4. Características físicas e dimensões da bobina.

Largura do enrolamento (mm)	4,5
Altura do enrolamento (mm)	4,5
Diâmetro do núcleo (mm)	10
Diâmetro do fio (mm)	0,18
Número de voltas	1.000
$\mu_r$ do cobre	1,00
$\sigma$ do cobre (S/m)	$5,99 \times 10^7$
$\mu_r$ do núcleo	100
$\sigma$ do núcleo (S/m)	$1,12 \times 10^7$

Após a obtenção das dimensões ideais para cada corpo de prova (cp), os mesmos foram cortados. A ferramenta utilizada para o corte foi uma serra fita horizontal com líquido refrigerante. As dimensões podem ser conferidas na Tabela 3.5. Já a Figura 3.1 apresenta a fotografia de um dos cps.

Tabela 3.5. Dimensões dos corpos de prova utilizados.

	Corpo de prova (cp)	Comprimento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)
Aço AISI 321	K	80	70	9,5
	L	80	70	9,5
	M	80	70	9,5
	N	80	70	9,5
	O	80	70	9,5
	P	75	70	9,5
	Q	75	70	9,5
	R	75	70	9,5
	S	75	70	9,5

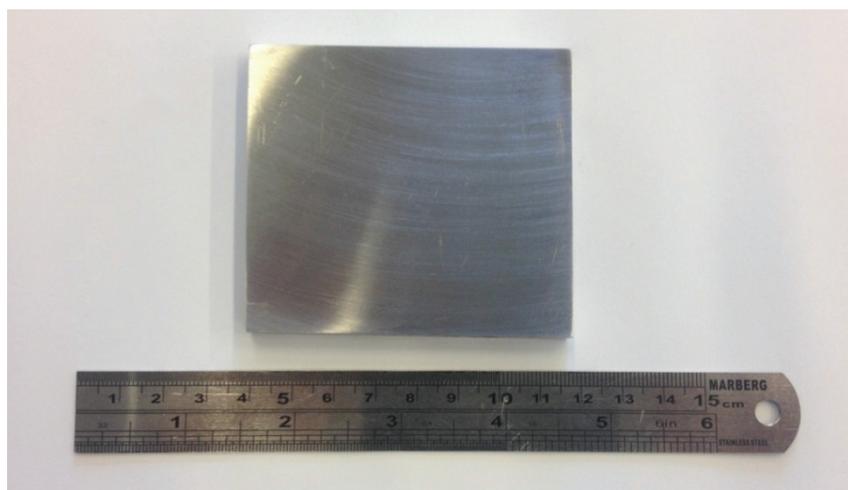


Figura 3.1. Exemplo de corpo de prova utilizado no trabalho.

Após o corte, os cps foram submetidos ao tratamento térmico de solubilização a 1100°C por 30 minutos. Em seguida, foram resfriados em água à temperatura ambiente. Após o resfriamento uma camada de óxido se formou na superfície de todo o corpo de prova. Como esta camada é magnética, foi removida através do lixamento para não influenciar nas medidas magnéticas posteriores. Este lixamento foi realizado em uma politriz com lixa de número 120. A Figura 3.1 corresponde ao corpo de prova após o lixamento.

### 3.3. Deformação a frio

Após o tratamento térmico e lixamento dos cps, os mesmos foram laminados na direção do comprimento. O processo de deformação foi conduzido à temperatura ambiente, de maneira que após cada passe efetuou-se um resfriamento em água nas amostras para que retornassem à temperatura inicial.

Selecionaram-se alguns valores de deformação verdadeira e de acordo com as Equações 3.1 e 3.2 foi possível calcular a espessura final que conduziria à deformação desejada.

$$dv = \ln(t_f/t_i) \quad (3.1)$$

$$t_f = e^{dv} \cdot t_i \quad (3.2)$$

Sendo:

$dv$  = deformação verdadeira na direção da espessura (adimensional);

$t_f$  = espessura final (mm);

$t_i$  = espessura inicial (mm).

Apesar do cálculo da Equação 3.1 resultar em valores de deformação verdadeira negativos, durante este trabalho serão utilizados os valores em módulo. Na Tabela 3.6 estão descritas a identificação de cada amostra laminada, a deformação verdadeira requerida, além da espessura final necessária. Vale ressaltar que, devido ao comprimento da amostra S ter aumentado bastante, foi possível cortá-la e dar origem a outras amostras com deformações mais intensas. Por este motivo, na tabela a seguir aparecem as amostras identificadas por S1, S2 e S3.

Tabela 3.6. Deformação verdadeira e espessura final necessária.

Aço AISI 321	Corpo de prova (cp)	dv	t <sub>f</sub> (mm)
	L	0,00	9,5
	M	0,05	9,0
	N	0,10	8,7
	O	0,15	8,2
	O'	0,20	7,8
	P	0,27	7,3
	Q	0,40	6,4
	R	0,55	5,4
	S	1,00	3,5
	S1	1,98	1,3
	S2	2,47	0,8
	S3	2,94	0,5

Para a realização da deformação a frio, foi utilizado um laminador FENN do tipo duo reversível com cilindros de 135 mm de diâmetro e velocidade de rotação de 30 RPM. Após cada passe, a espessura das amostras foi medida com um paquímetro digital em três pontos distintos e a média considerada como o valor útil. Cada passe de laminação resultou em uma redução de 0,02 mm, aproximadamente, sendo necessários diversos passes a fim de obter a espessura final desejada para cada deformação. A redução foi monitorada desta maneira para que a taxa de deformação pudesse ser estimada. Encontra-se o cálculo detalhado da taxa de deformação na Seção 8.1.

Após a deformação, as dimensões das amostras foram naturalmente modificadas e podem ser vistas na Figura 3.3. Na ocasião são expostas duas imagens do corpo de prova com deformação de 0,55 dv. É simples perceber a variação das dimensões do cp, particularmente o seu comprimento.



(a)

(b)

Figura 3.3. Corpo de prova antes, parte (a), e depois da laminação, (b). Após a deformação foi retirada uma amostra do cp para realização de ensaios de caracterização.

### 3.4. Microscopia ótica

A fim de realizar imagens da microestrutura do material, retiraram-se amostras de todos os corpos de prova através do corte com disco diamantado e baixa rotação, em torno de 200 RPM. Tais amostras foram obtidas de regiões distantes das bordas, ou seja, mais próximas do centro dos cps. Além disso, a face estudada foi referente à espessura, sendo observado o plano do comprimento das chapas, tendo sua a sua preparação sido realizada via lixamento e polimento mecânicos em bases de alumínio. Em seguida, o ataque para revelar a microestrutura foi realizado em duas etapas: em primeiro lugar o ataque eletrolítico e posteriormente o ataque magnético com ferrofluido. O objetivo do ataque eletrolítico é revelar os contornos de grão, já o ferrofluido é útil para mostrar fases ferromagnéticas, a exemplo da martensita  $\alpha'$ .

O ataque eletrolítico baseou-se na norma ASTM E407-99 e a Tabela 3.7 descreve o reagente utilizado bem como as características do procedimento. A Figura 3.4 traz ainda a célula utilizada no ataque, destacando os itens mais importantes.

Tabela 3.7. Ataque eletrolítico.

Reagente	Parâmetros	Objetivo
Ácido nítrico 60% (HNO <sub>3</sub> )	Tensão: 1,5 V Tempo: 30s	Revelar contornos de grão. Maclas não são mostradas.

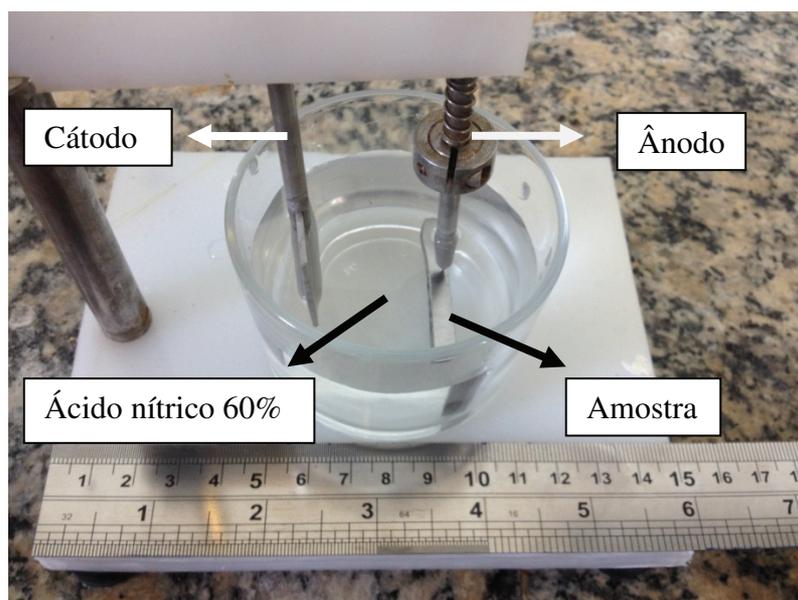


Figura 3.4. Célula eletrolítica utilizada no ataque das amostras.

Após o ataque eletrolítico, as amostras foram observadas a diferentes aumentos no microscópio ótico da marca ZEISS® modelo Imager.M1m pertencente ao Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem (COPPE/ UFRJ).

Posteriormente à obtenção das imagens somente com o ataque eletrolítico, as mesmas amostras foram submetidas à aplicação do ferrofluido. O produto utilizado foi o Ferrotec Corporation EMG 911, que é uma solução à base de óleo. A solução foi dissolvida em um solvente fornecido pelo fabricante na proporção de uma parte de ferrofluido para sessenta partes de solvente (1: 60). A preparação foi então inserida em uma seringa e aplicada sobre toda a superfície já atacada com ácido nítrico. A Figura 3.5 mostra o ferrofluido sendo aplicado em uma amostra. Depois de 20 minutos o produto foi retirado apenas vertendo-se o líquido. Após a secagem, em torno de duas horas, as amostras foram novamente observadas no microscópio ótico e obtidas imagens em diferentes aumentos. Os parâmetros ora citados como diluição e tempo de ataque foram obtidos através de estudo prévio com o mesmo tipo de produto em aços inoxidáveis de diversas classes (SILVA, 2015).



Figura 3.5. Exemplo da aplicação do ferrofluido.

### 3.5. Magnetômetro de amostra vibrante (*VSM*)

O principal objetivo ao se utilizar o *VSM* foi de obter as propriedades magnéticas do material como magnetização de saturação e permeabilidade magnética. A primeira propriedade servirá para quantificação da martensita e a segunda como parâmetro para estimar a profundidade de penetração das correntes parasitas.

O equipamento utilizado para realização das medidas foi o da empresa *LakeShore*<sup>®</sup> modelo EM4 – HVA. Com o mesmo, em função de um campo magnético aplicado ( $H$ ) variando entre 0 e 17000 Gauss, foram obtidos os valores do campo induzido ( $B$ ), além das medidas de magnetização ( $M$ ). Vale lembrar que as unidades selecionadas foram do sistema *cgs*, ou seja, G para o campo induzido e o campo aplicado além *emu* para o momento magnético. Com a medida das massas de cada amostra em uma balança de precisão, conseguiu-se os valores de magnetização em *emulg*. É importante ressaltar que a maior parte das amostras para este ensaio foram cortadas através do processo de eletroerosão a fio, no formato de cilindros com 3,0 mm de diâmetro por 2,6 mm de altura, aproximadamente.

Após o corte, as amostras foram presas à haste de vibração do equipamento de modo que o eixo dos cilindros estivesse sempre na mesma direção do campo magnético

aplicado. Na Figura 3.6 é possível conferir a amostra e seu posicionamento entre as bobinas.

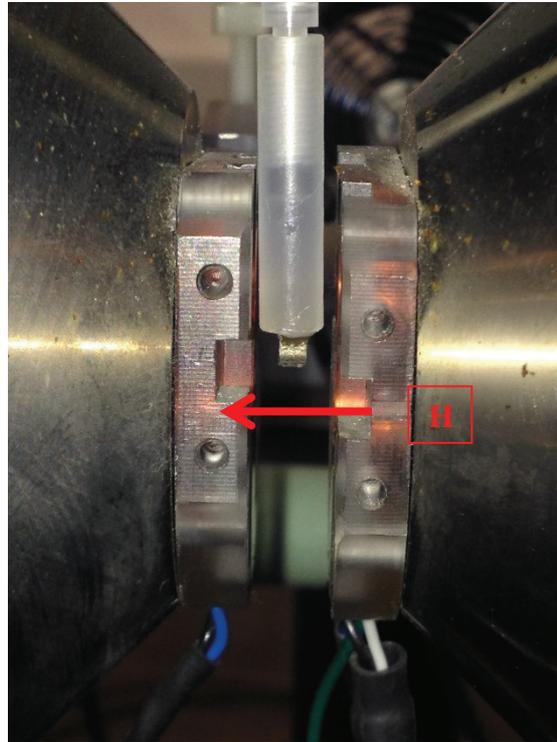


Figura 3.6. Posicionamento da amostra no VSM. O vetor  $\mathbf{H}$  mostra a direção do campo magnético aplicado.

Para obter a fração volumétrica de martensita em cada condição, foi utilizada uma metodologia proposta por outros pesquisadores (TAVARES *et al.*, 2008), que se baseia na razão entre a magnetização de saturação de cada amostra e a magnetização de saturação intrínseca da martensita, aquela quando o material é 100% martensítico. Tal relação pode ser traduzida na Equação 3.3, onde  $C_{\alpha'}$  corresponde à fração de martensita  $\alpha'$ ,  $m_s$  à magnetização de saturação de certa deformação e  $m_{si}$  à magnetização de saturação intrínseca.

$$C_{\alpha'} = \frac{m_s}{m_{si}} \quad (3.3)$$

O modo pelo qual foi obtida  $m_s$  seguiu a metodologia convencional utilizada em diversas pesquisas (TAVARES *et al.*, 2006, 2008, 2011, 2014). Este método consiste em realizar nas curvas de magnetização ( $M$ ) *versus* campo aplicado ( $H$ ), um ajuste

linear entre os pontos de 90 a 100% do campo aplicado. O coeficiente linear da reta oriunda do ajuste será, portanto, o valor de magnetização de saturação ( $m_s$ ). A descrição desta metodologia pode ser complementada ainda com a Figura 3.7 que mostra a determinação de  $m_s$  para uma amostra de aço AISI 321. Observa-se que o valor onde a reta intercepta o eixo das ordenadas, corresponde à magnetização de saturação.

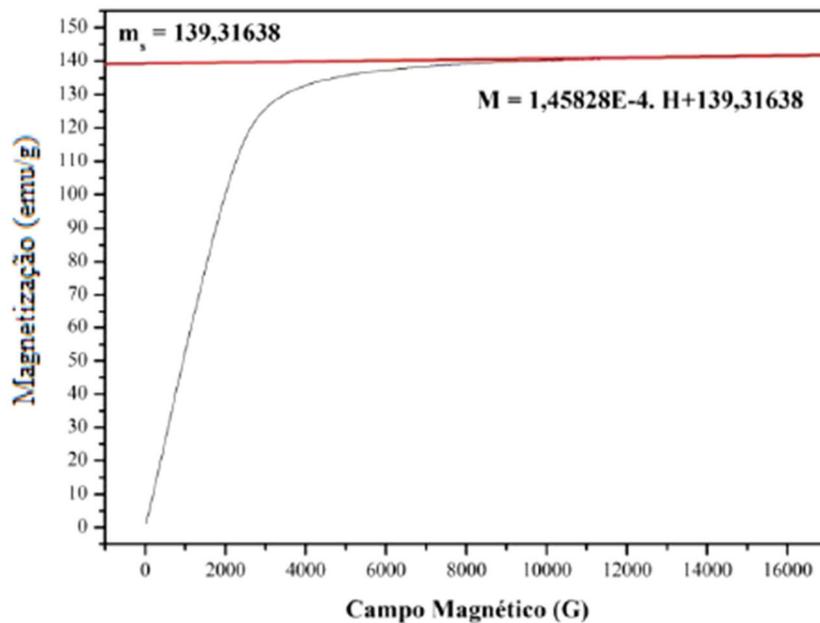


Figura 3.7. Metodologia convencional para determinação de  $m_s$  de um aço AISI 321 (PARDAL, 2012).

Para determinação da magnetização intrínseca da martensita,  $m_{si}$ , foi eleito o valor de magnetização para a maior deformação estudada, ou seja, 2,94 dv, assim como realizou TAVARES (2014).

Além da quantificação da martensita via *VSM*, foi estimada também a permeabilidade magnética máxima do material ( $\mu$ ). Esta propriedade foi obtida através da Equação 3.4 (PARDAL, 2009).

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (3.4)$$

Sendo:

B = indução magnética [T]

H = campo aplicado [A/ m]

Vale lembrar que os valores de B e H foram convertidos para o Sistema Internacional (SI) antes da realização do cálculo.

### 3.6. Condutividade elétrica

Medidas de condutividade elétrica foram realizadas em um aparelho Nortec<sup>®</sup> 2000 D da fabricante Olympus. Este é um equipamento que utiliza o princípio de correntes parasitas para avaliar a condutividade elétrica dos metais. Neste aparelho, foi utilizada uma sonda com frequência de 480 kHz que é adequada para obter valores de condutividade entre 0,9% e 20% IACS..

### 3.7. Difração de raios X

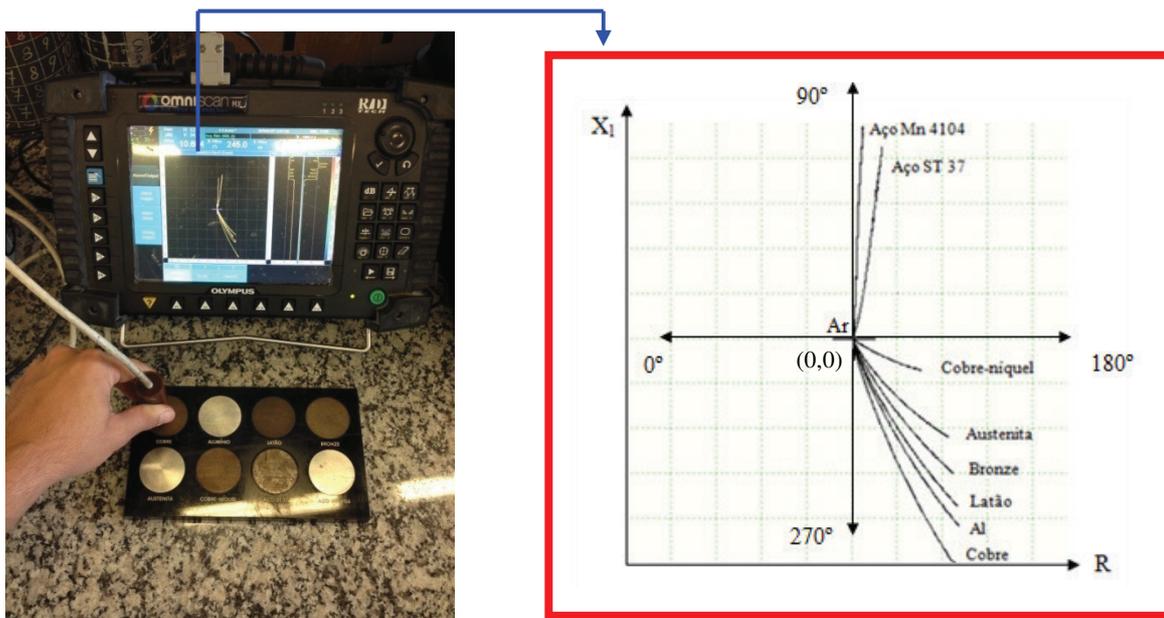
Os ensaios de Difração de Raios X foram conduzidos nas amostras solubilizadas que após o tratamento térmico foram lixadas e, em seguida, deformadas a frio. O difratômetro utilizado foi o BRUKER<sup>®</sup> modelo D8 Discover do LNDC. No equipamento, utilizou-se uma radiação de  $\text{CoK}\alpha$  com um comprimento de onda  $\lambda = 1,79$  ângstrons e um intervalo de varredura de  $45^\circ$  até  $105^\circ$ , utilizando um passo angular de  $0,01^\circ$ . A velocidade de escaneamento foi ainda de 0,2 s/passos além da tensão e corrente de 35 kV e 40 mA, respectivamente.

Para a análise dos difratogramas bem como a quantificação das fases pelo método de Rietveld, foi utilizado o *software* TOPAS<sup>®</sup>.

### 3.9. Correntes parasitas

O equipamento utilizado para a inspeção por correntes parasitas foi o OmniScan MX ECA do fabricante Olympus, que pode ser visto na Figura 3.10 (a). Na mesma figura está o bloco utilizado para realizar a calibração do equipamento. Vale destacar que a técnica de correntes parasitas é uma técnica comparativa, sendo necessária a calibração antes da inspeção. A sonda utilizada é do tipo absoluta que foi desenvolvida no LNDC e projetada para operar a uma frequência entre 1 kHz e 8 kHz.

Na calibração, considerou-se a origem do plano de impedância, ponto (0,0), como a impedância elétrica da bobina no ar atmosférico, ou seja, longe de qualquer metal, indicado como “Ar” na Figura 3.10 (b). Com os sinais de cada metal da calibração na tela do aparelho, alguns parâmetros como a rotação, ganho total e ganho vertical foram modificados a fim de que os sinais dos materiais não magnéticos estivessem à direita e abaixo da origem, além apresentarem a máxima amplitude possível. Por outro lado, os sinais dos materiais magnéticos foram ajustados para que mostrassem uma resposta quase que vertical, acima da origem, e novamente com máxima amplitude permitida pelo equipamento. Como resultado desta calibração, os materiais com respostas magnéticas apresentarão ângulo de fase entre 90° e 180°. Já os não magnéticos, entre 180° e 270°.



(a)

(b)

Figura 3.10. Em (a) o equipamento de correntes parasitas e a sonda de inspeção sendo aproximada do bloco de calibração. A parte (b) revela o plano de impedância para todos os materiais do bloco. Observam-se também os ângulos de fase que o aparelho utiliza.

Para as medidas no ensaio de correntes parasitas, foi determinado um local em cada corpo de prova com o tamanho exato da sonda, garantindo que todas as medidas fossem realizadas sempre no mesmo ponto do material. Selecionada a região, foram feitas cinco medidas de ângulo de fase e amplitude, sendo considerada a média aritmética como o resultado.

Todos os parâmetros ajustados na calibração e importantes para a inspeção podem ser visualizados na Tabela 3.8 a seguir.

Tabela 3.8. Parâmetros utilizados no ensaio de correntes parasitas

Frequência	8 kHz
<i>Probe drive</i> (tensão de alimentação)	4V
Ganho	36 dB
Rotação	85°
Ganho vertical	2 db

## 4. Resultados e discussão

### 4.1. Cálculos de EFE, $M_s$ , $M_d$ (30/50) e taxa de deformação

Vale destacar que para o aço inoxidável ser enquadrado na designação AISI 321, seja pela ASTM A240 ou ASTM A312, é necessário que a composição química se encaixe em determinada regra. O padrão estabelece que o teor de titânio esteja entre cinco vezes a soma do teor de carbono mais nitrogênio e 0,70. De outra maneira, esta exigência pode ser expressa como:  $5 (\%C + \%N) \leq \%Ti \leq 0,70$ . Retornando à Tabela 3.1, que estabelece a composição química do aço deste trabalho, observa-se que  $5 (\%C + \%N) = 0,090$  e  $\% Ti = 0,122$ . Portanto, de fato este aço pode ser classificado como AISI 321.

Como mencionado na Seção 3.1, os valores de  $M_s$ ,  $M_d$  (30/50) e de energia de falha de empilhamento (EFE) foram computados mediante as equações apresentadas na Seção 2.3.1. Na Tabela 4.1 são exibidos os resultados relativos às temperaturas de início da transformação martensítica  $M_s$  e  $M_d$  (30/50) com os respectivos pesquisadores que as propuseram. Ao verificar as grandezas, constata-se que a temperatura necessária para iniciar a transformação contando apenas com o resfriamento da liga está abaixo do zero grau Celsius. No entanto, ao considerar a deformação plástica, a temperatura de início é em torno de 73°C, indicando que à temperatura ambiente, ao redor de 25°C, a transformação induzida por deformação a frio é possível.

Tabela 4.1. Valores de  $M_d$ (30/50) e  $M_s$ .

Aço AISI 321	
$M_s$ (°C) (Eichelman <i>et al.</i> , 1953)	-36,5
$M_d$ (30/50)(°C) (Angel <i>et al.</i> , 1954)	72,8

Adicionalmente, na Tabela 4.2, estão expressos os valores de EFE, novamente com os respectivos autores das equações. Nota-se que a energia de falha de empilhamento gira em torno de 20  $\text{mJ.m}^{-2}$ , região onde predomina a transformação martensítica através da reação  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ , como discutido na Seção 2.3.1.

Tabela 4.2. Valores de EFE baseados na composição química.

Aço AISI 321	
EFE ( $\text{mJ.m}^{-2}$ ) (Vitos <i>et al.</i> , 2006)	24,2
EFE ( $\text{mJ.m}^{-2}$ ) ( Brofman <i>et al.</i> , 1978)	20,6
EFE ( $\text{mJ.m}^{-2}$ ) ( Rhodes <i>et al.</i> , 1977)	17,1
EFE ( $\text{mJ.m}^{-2}$ ) (Scharamm <i>et al.</i> , 1975)	18,0

Outro parâmetro estimado foi a taxa de deformação ( $\dot{\epsilon}$ ), calculada a partir das fórmulas relacionadas na Seção 8.1. Os valores foram calculados para três corpos de prova, levando ao gráfico da Figura 4.1. Verifica-se que para as deformações consideradas,  $\dot{\epsilon}$  mantém-se aproximadamente constante e ao redor de  $1,3 \text{ s}^{-1}$ .

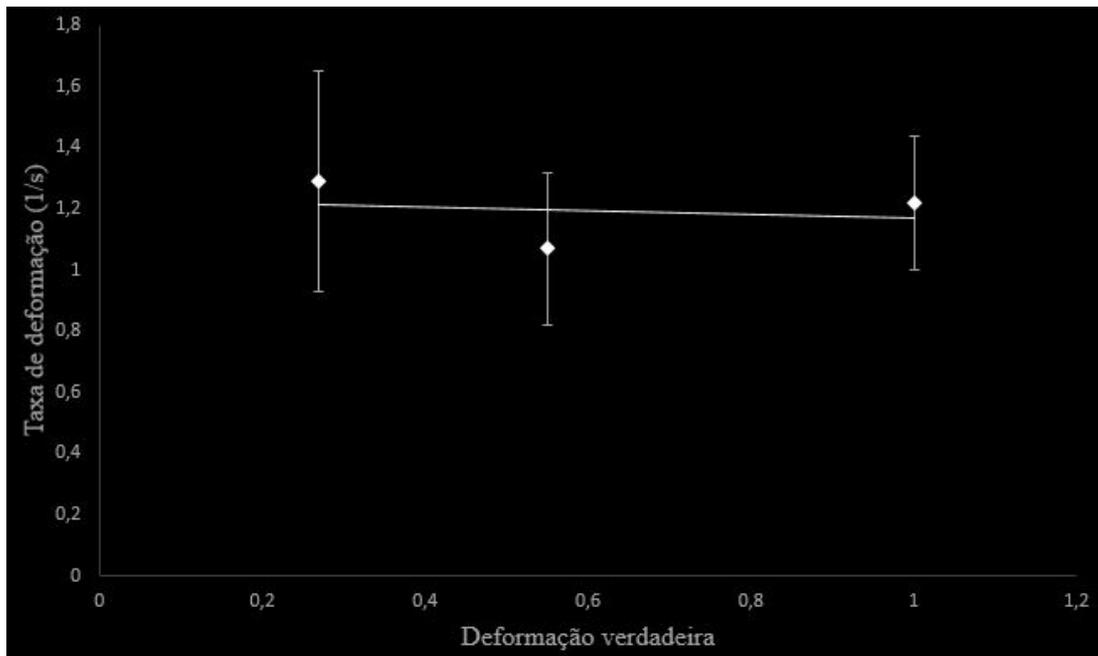


Figura. 4.1. Comportamento da taxa de deformação para diferentes graus de deformação

## 4.2. Simulação computacional

A simulação computacional trouxe como benefício fundamental as dimensões ideais para permitir a concentração das correntes parasitas no centro dos cps, evitando a influência das bordas nos sinais de correntes parasitas. As dimensões aqui citadas são particularmente o comprimento e a largura, uma vez que a espessura é fixa e dada pela chapa que deu origem aos corpos de prova, ou seja, 9,5 mm.

Em relação às dimensões para o corpo de prova, as figuras a seguir mostram dois cps com tamanhos diferentes. A Figura 4.2 revela um corpo de prova do aço AISI 321 com dimensões de 90 x 40 mm. As cores da figura indicam a densidade de corrente elétrica, sendo a cor azul escura a densidade próxima a zero e rosa a intensidade máxima, vide legenda lateral. Nota-se, portanto, que a densidade de corrente elétrica neste corpo de prova está distribuída não apenas na parte central do corpo de prova, mas também pelas laterais do mesmo, influenciando negativamente nos sinais de correntes parasitas. Tal resultado mostra que apesar do comprimento de 90 mm ser suficiente para que a corrente elétrica esteja centrada, a largura não é.

Na sequência, a Figura 4.3 exibe o resultado da simulação para um corpo de prova com dimensões de 80 x 70 mm, também do aço AISI 321. Com esta configuração, a corrente elétrica deixa de se espalhar para as laterais do corpo de prova e concentra-se apenas na face superior do cp. Neste caso, não haverá influência das bordas nos resultados de correntes parasitas.

Conforme a discussão acima, as dimensões de comprimento e largura dos corpos de prova escolhidas para este trabalho foram de 80 x 70 mm.

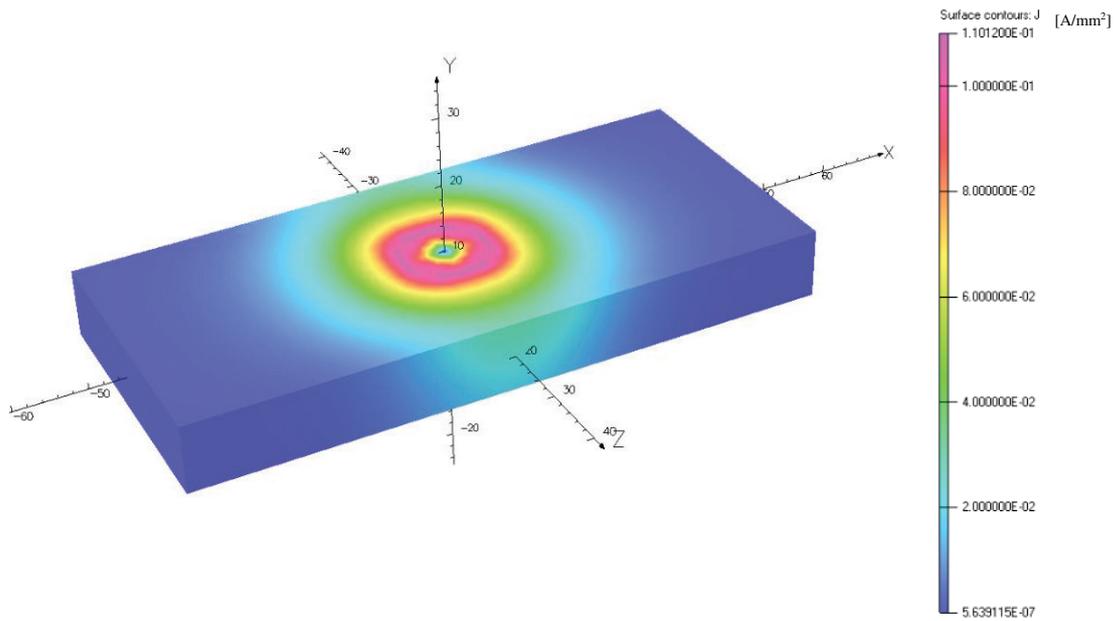


Figura 4.2. Aço AISI 321. Dimensões do corpo de prova: 90 x 40 x 9,5 mm. A corrente elétrica se espalha pelas laterais do cp.

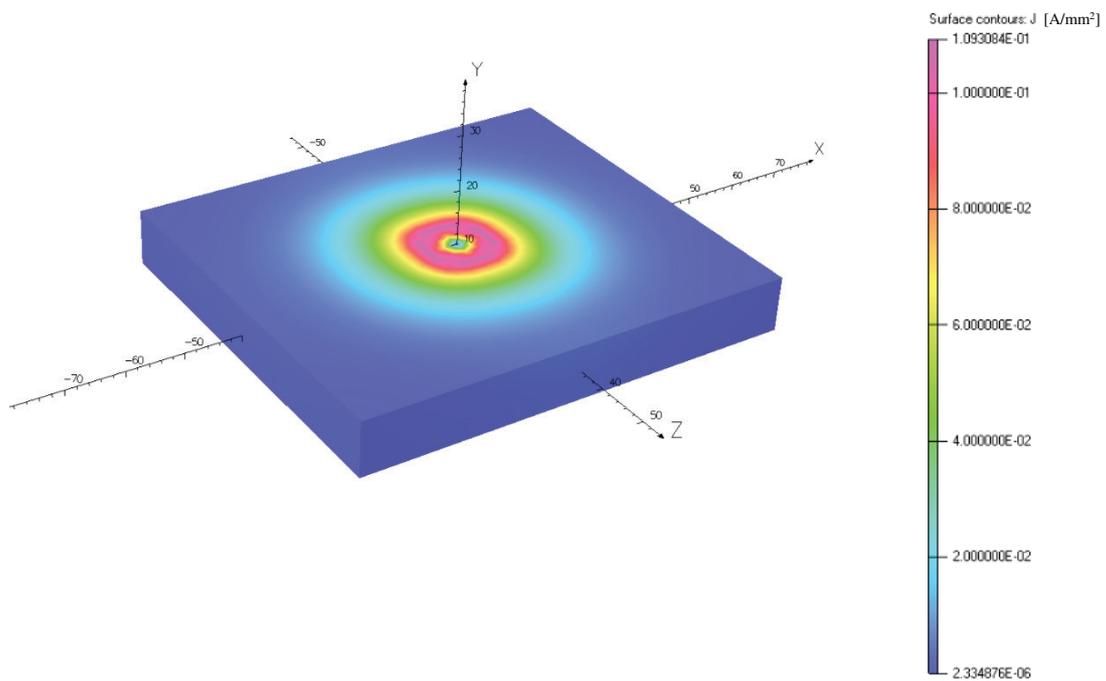


Figura 4.3. Configuração ideal com dimensões de 80 x 70 x 9,5 mm

### 4.3. Condutividade elétrica

A condutividade elétrica só foi possível de ser obtida nas amostras com comportamento paramagnético, sendo os valores mostrados na Tabela 4.3. A tabela mostra ainda o desvio padrão resultante das medidas. Nas outras deformações, a partir de 0,10 dv, o aparelho não reconheceu qualquer valor de condutividade. De acordo com NDT RESOURCE CENTER (2015), equipamentos que utilizam a técnica de correntes parasitas para medidas de condutividade estão limitados à inspeção em materiais não magnéticos. O porquê está na dificuldade em se distinguir os efeitos oriundos da permeabilidade magnética e da condutividade elétrica nos materiais magnéticos. De acordo com a discussão na Seção 2.4.5.2. Plano de impedância, a permeabilidade magnética concentra o campo proveniente da bobina, tornando as variações de condutividade imperceptíveis.

Tabela 4.3. Medidas de condutividade elétrica

Amostra	Deformação	%IACS	Desvio padrão
L	0,00	2,56	0,02
M	0,05	1,03	0,03

### 4.4. Permeabilidade magnética

A permeabilidade magnética das amostras, calculada a partir da razão entre B e H, pode ser conferida por meio da Tabela 4.4 que traz os valores tanto da permeabilidade magnética absoluta ( $\mu$ ) quanto relativa ( $\mu_r$ ). É possível observar pela tabela que há uma variação intensa na permeabilidade magnética relativa, podendo passar de 1,00 para 5,66, ou seja, um aumento maior que cinco vezes.

Tabela 4.4. Permeabilidade magnética em função da deformação.

Amostra	Deformação	Permeabilidade magnética (H/m)	Permeabilidade relativa
L	0,00	$1,26 \cdot 10^{-6}$	1,00
N	0,10	$2,94 \cdot 10^{-6}$	2,34
P	0,27	$5,26 \cdot 10^{-6}$	4,18
R	0,55	$5,40 \cdot 10^{-6}$	4,30
S	1,00	$7,11 \cdot 10^{-6}$	5,66

## 4.5. Cálculo da profundidade de penetração padrão

Utilizando a Equação 2.8 da Seção 2.4.5.3, foi possível estimar a profundidade de penetração padrão ( $\delta$ ) apenas para os corpos de prova paramagnéticos, ou seja, CP L e CP M. Isto porque a tentativa de encontrar os valores de condutividade elétrica para deformações maiores que 0,05 dv não foi bem sucedida. Os valores de  $\sigma$  e  $\mu$  encontrados nas seções anteriores assim como o valor de  $\delta$  para o cps citados pode ser conferidos na Tabela 4.5. Como a espessura do corpo de prova é de 9,5 mm, garante-se uma penetração equivalente a duas vezes a profundidade de penetração padrão ( $2\delta$ ) para o CP L e de pelo menos uma ( $1\delta$ ) para o CP M.

Os corpos de prova inspecionados por correntes parasitas podem chegar a uma espessura mínima de 3,4 mm, correspondente à deformação de 1,00 dv. Apesar de esta espessura ser, aparentemente, menor que a profundidade de penetração padrão vale lembrar que neste nível de deformação a permeabilidade magnética do material torna-se cinco vezes maior devido à martensita.

Tabela 4.5. Valores de profundidade de penetração padrão.

Amostra	Deformação	f [Hz]	$\mu$ [H/m]	$\sigma$ [S/m]	$\delta$ [mm]
L	0,00	8000	$1,26 \cdot 10^{-6}$	$1,48 \cdot 10^6$	4,62
M	0,05	8000	$1,26 \cdot 10^{-6}$	$5,97 \cdot 10^5$	7,28

## 4.6. Magnetização

Os resultados a seguir são referentes ao ensaio realizado no *VSM*, de maneira que a Figura 4.4 mostra um resumo com as curvas de magnetização *versus* o campo aplicado para algumas condições de deformação, entre 0,00 dv e 1,00 dv. Para uma melhor visualização das curvas, optou-se por não inserir as magnetizações das amostras com deformações superiores. Assim, nota-se que a amostra com 0,00 dv não apresenta magnetização significativa, o que está associado ao seu comportamento paramagnético. A partir de 0,10 dv há presença da saturação dado o patamar que se forma nas amostras deformadas.

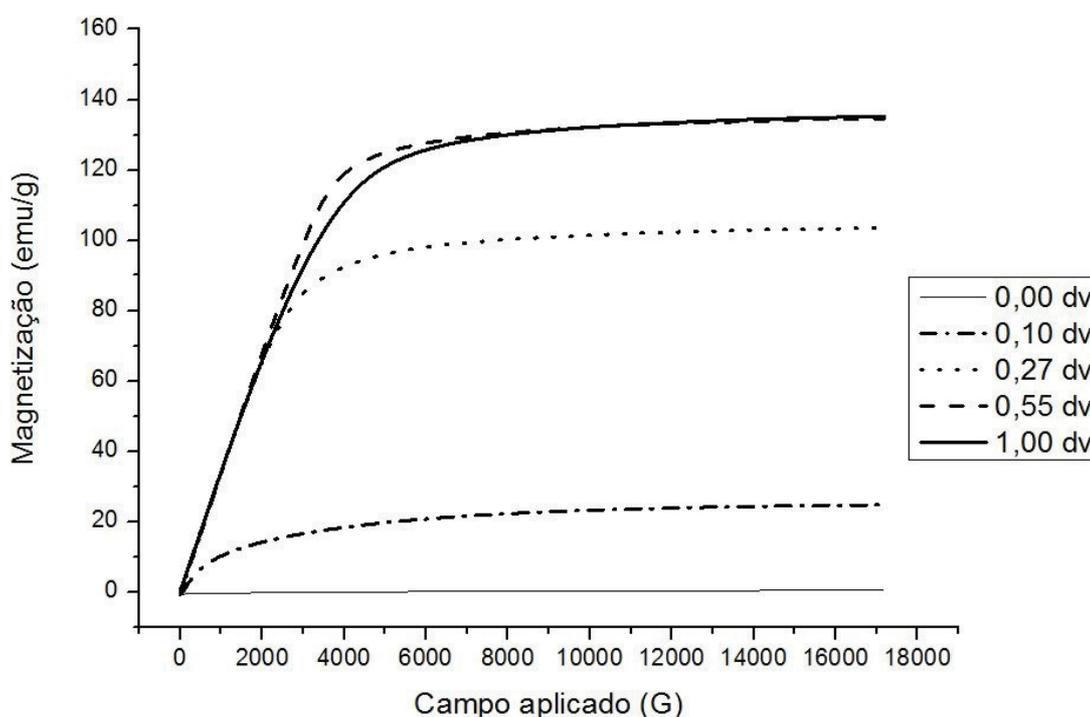


Figura 4.4. Magnetização em função do campo aplicado.

É importante esclarecer que as curvas da Figura 4.4 são relativas às amostras obtidas na mesma direção de laminação. Ou seja, o campo aplicado ( $H$ ) está paralelo à orientação preferencial dos grãos e a partir desta configuração que foi realizada a estimativa da fração de martensita.

Entretanto, duas questões importantes que podem influenciar na magnetização de saturação não foram encontradas em estudos anteriores. A primeira delas é em

relação à orientação preferencial dos grãos. Já a segunda diz respeito à localização de retirada das amostras. Portanto, com a finalidade de trazer à tona estas discussões, em dois estágios de deformação 0,27 dv e 0,55dv, foram retiradas amostras paralelas e ortogonais à direção de laminação bem como amostras no centro e na borda.

Com intuito de tratar a respeito do primeiro problema, de orientação, foi obtido o gráfico da Figura 4.5. Observando-o, é possível inferir que há influência da orientação para a deformação menor, de 0,27 dv. Já na redução de 0,55 dv os valores de magnetização foram os mesmos, dada a sobreposição das curvas. Uma hipótese provável, porém que requer maior detalhamento, é de que para deformações menos severas, como 0,27 dv, a densidade de discordâncias é menor, o que permite, para amostras ortogonais ao campo, que os domínios rotacionem de maneira mais simples. O que já não acontece para 0,55 dv. Neste grau de deformação, o encruamento é tão elevado que para as amostras ortogonais os domínios não conseguem ser alinhados facilmente, resultando em uma magnetização igual àquela para amostra paralela.

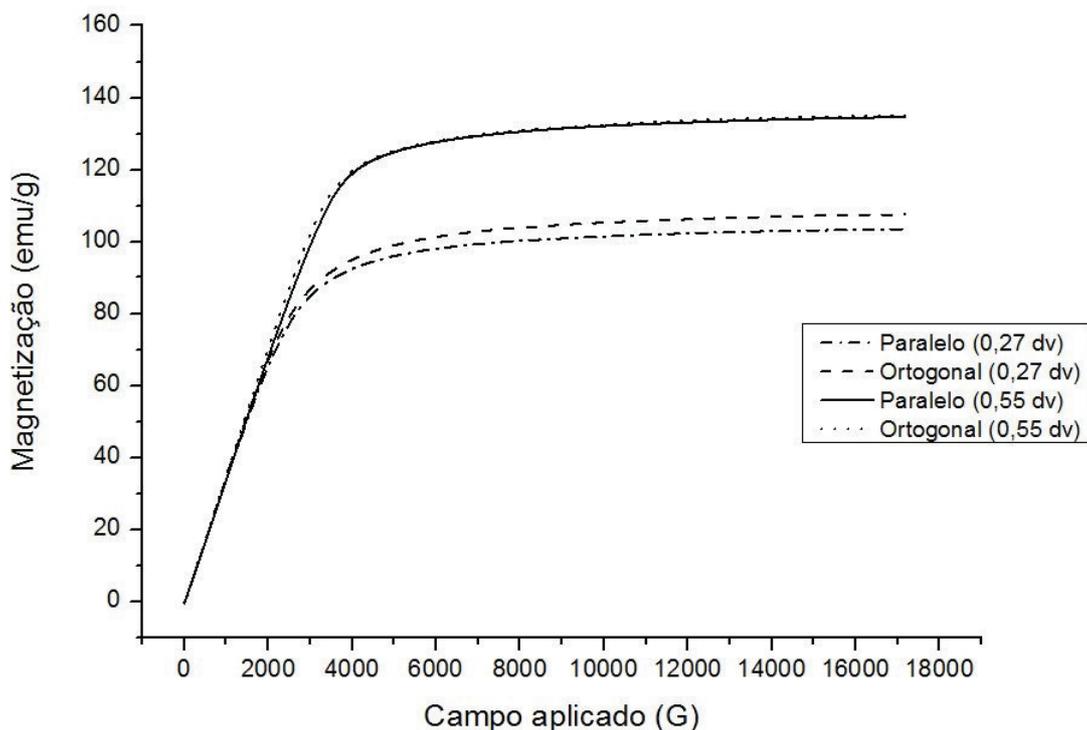


Figura 4.5. Magnetização das amostras com orientações diferentes em relação ao campo aplicado (H).

A seguir, tratando da segunda questão relatada acima, a Figura 4.6 exibe curvas de magnetização para amostras em posições distintas. Para cada deformação mostrada, foram colhidas amostra no centro e na borda de cada corpo de prova. Vale lembrar que nestes casos a orientação foi mantida constante. No gráfico, nota-se que para cada deformação há diferenças de magnetização para amostras que estão no centro ou na bordas. Este efeito pode ser explicado pelo fato de que na laminação as bordas sofrem deformação que nem sempre são as mesmas do centro, podendo resultar em distribuições distintas de martensita. Apesar disto, a diferença de magnetização é mais intensa na deformação menor, de 0,27 dv do que na de 0,55 dv. Como será visto posteriormente, ao patamar de 0,55 dv o material está próximo da saturação de martensita, ou seja, quase que sua totalidade já se transformou. Portanto, ainda que a borda sofra uma deformação distinta, esta diferença já não é tão expressiva, pois o material como um todo está próximo aos 100% de fase martensítica.

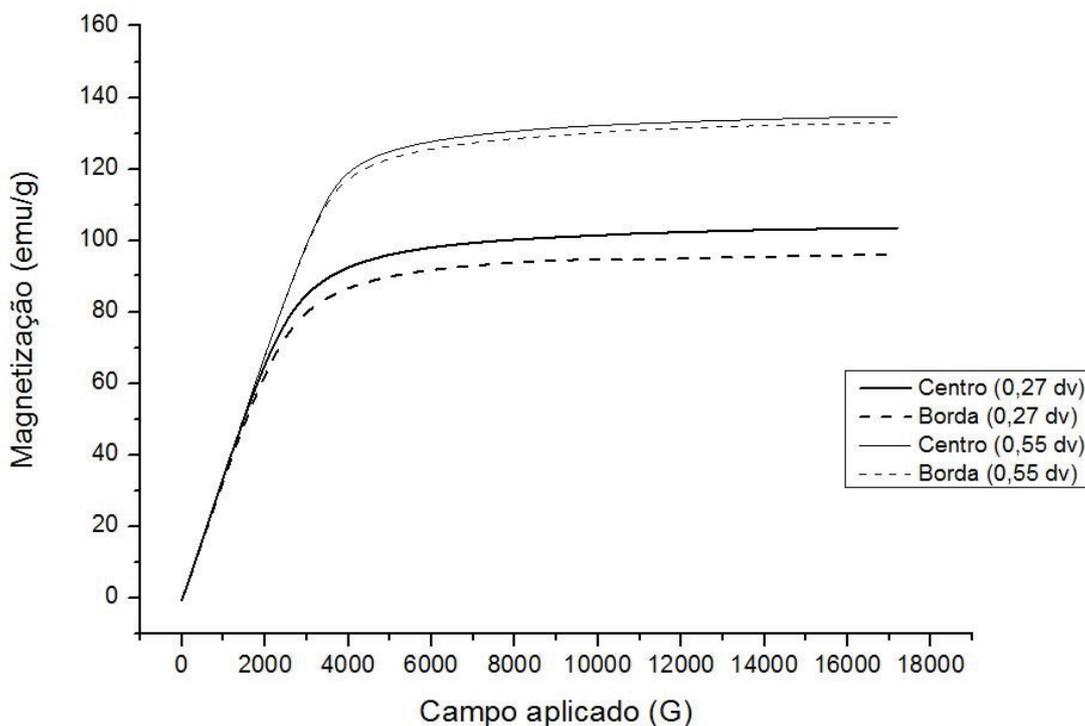


Figura 4.6. Magnetização para amostras em posições diferentes.

Com os resultados das curvas de magnetização da Figura 4.4, foram obtidos os valores de magnetização de saturação para todas as condições de deformação pelo método convencional, detalhado na Seção 3.5.

Observando a Figura 4.7, nota-se um aumento acentuado da magnetização desde 0,00 dv até aproximadamente a deformação de 0,30 dv, atingindo um valor em torno de 110 emu/g. Entre as deformações de 0,30 dv e 0,55 dv, o aumento na magnetização tende a ser menor e assume valores aproximadamente iguais a partir de 1dv, ao redor de 130 emu/g.

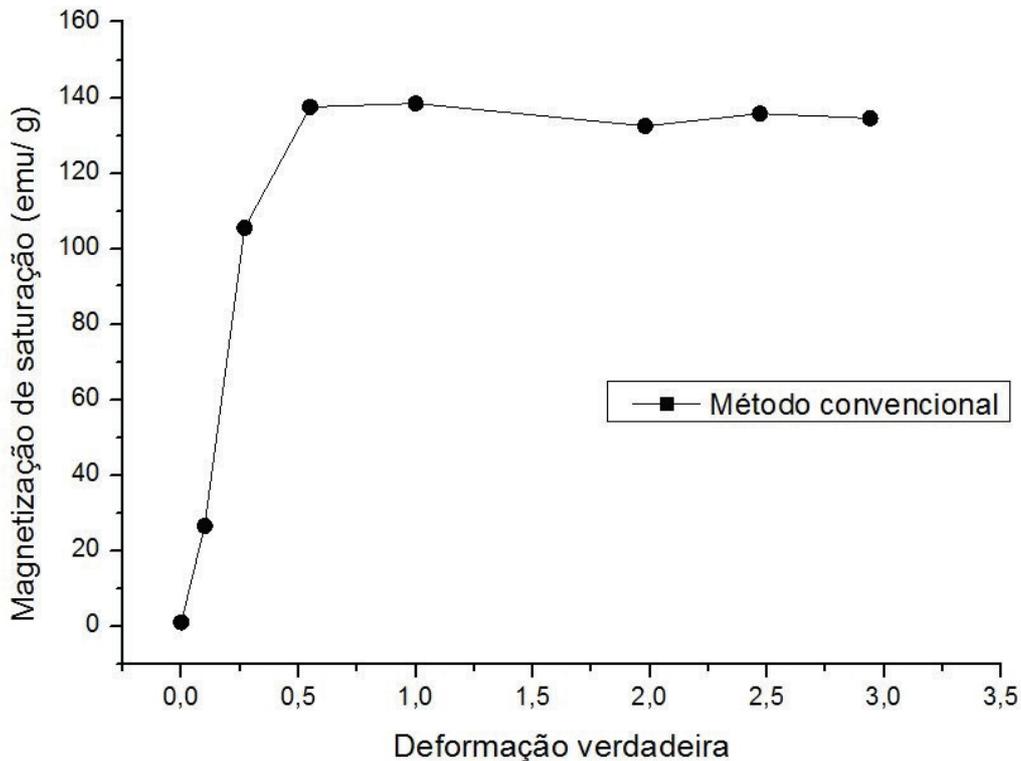


Figura 4.7. Magnetização de saturação em função da deformação.

Dado o patamar de  $m_s$  que se formou na deformação a partir de 1 dv, depreende-se que não há mais formação significativa de martensita ferromagnética para deformações subsequentes, ou seja, a formação de martensita atinge valores próximos a 100%. Os resultados de difração de raios X, mais adiante, confirmarão a presença de 100% de martensita na deformação de 1,00 dv. Outrossim, de acordo com PARDAL (2012) e TAVARES (2014), que estudaram um aço AISI 321 com energia de falha de empilhamento parecida com a deste estudo, a partir de 1,00 dv a fração de martensita é maior que 96%.

O valor de magnetização intrínseca para a martensita foi escolhido como sendo aquele referente à máxima deformação investigada, resultando em 132,71 emu/g também obtida via método convencional.

Com os valores de magnetização de saturação para cada amostra bem como o de magnetização de saturação intrínseca da martensita, foram executados os cálculos de fração volumétrica de martensita em função da deformação. Os resultados podem ser conferidos na Figura 4.8.

É possível observar através do gráfico a seguir que a maior parte da transformação martensítica concentra-se nas deformações entre 0,0 dv e 0,3 dv, quando a fração de martensita atinge em torno de 70 %. O comportamento que se pode observar é o de uma curva sigmoidal, que descreve alta taxa de transformação nos primeiros estágios de deformação, passa por um máximo e segue com uma variação ínfima. Este resultado é semelhante ao encontrado em outros estudos (HEYDAYATI, 2010, SURKILIABAD, 2011, TAVARES, 2014).

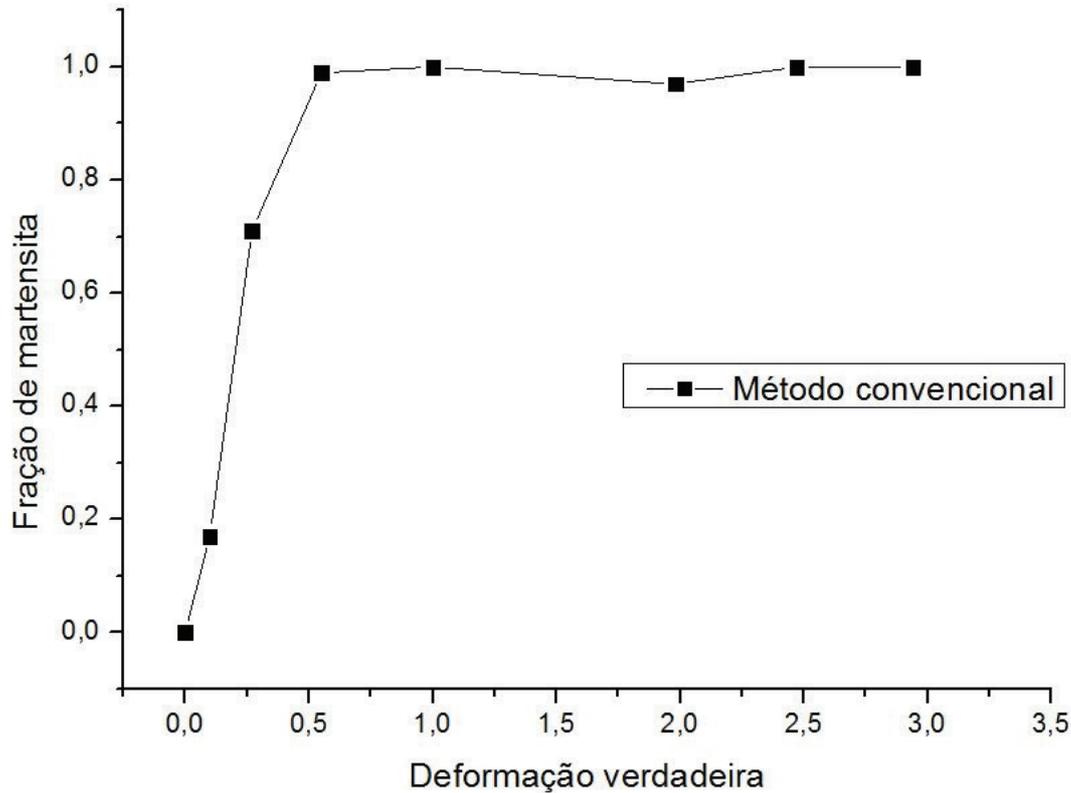


Figura 4.8. Fração de martensita  $\alpha'$  em função da deformação.

## 4.7. Difração de Raios X

O principal objetivo da análise por difração de raios X foi a determinação da fração de fase martensítica. Esta análise foi realizada nos corpos de prova entre 0,00 dv e 1,00 dv e os resultados podem ser conferidos a seguir na Figura 4.9.

É interessante observar no difratograma a seguir que para a amostra com 0,00 dv aparecem picos não somente de austenita ( $\gamma$ ), mas também de martensita ( $\alpha'$ ). Apesar de este corpo de prova não ter sofrido qualquer deformação por laminação, há de se destacar que após o tratamento térmico suas faces foram lixadas com objetivo de retirar o óxido superficial, procedimento que pode resultou na formação de martensita superficialmente.

Para a amostra com 0,10 dv, os picos de martensita elevam-se, em detrimento dos picos de austenita que tendem a ficar menores. Esta mesma tendência é observada na amostra com 0,27 dv até que em 0,55dv não são mais identificados picos de

austenita, permanecendo apenas os picos de martensita. De 0,55 dv para 1,00 dv os picos de martensita são praticamente constantes, indicando que nesta região não há mais transformação de fase de maneira intensa.

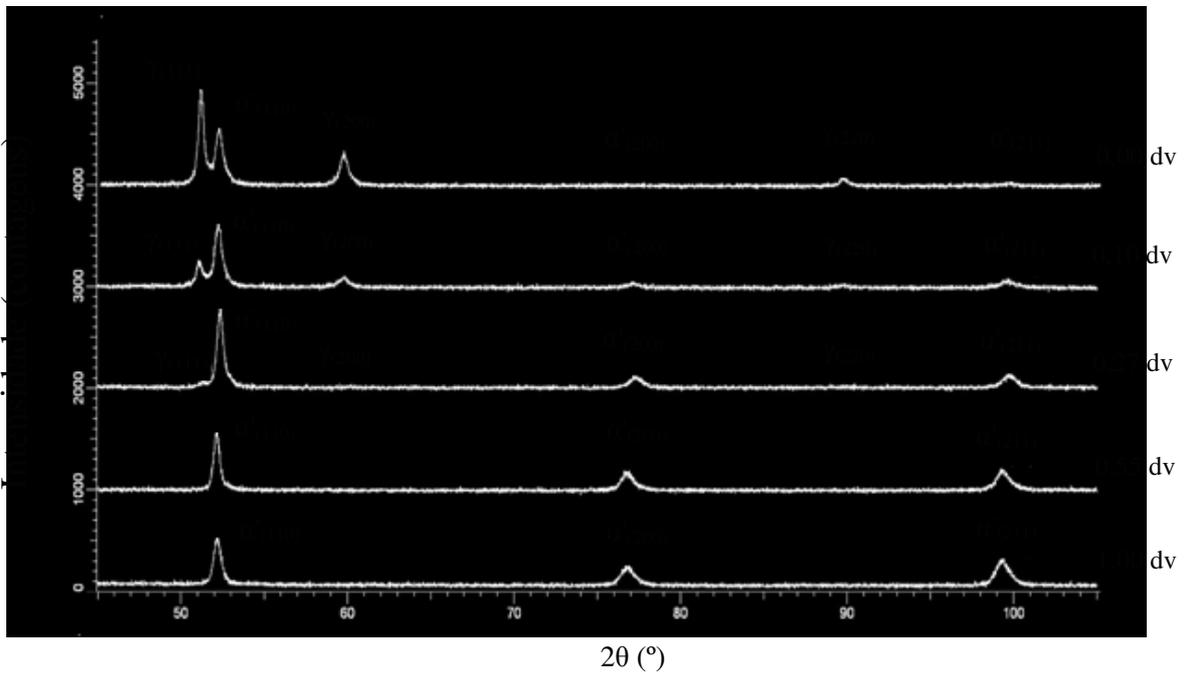


Figura 4.9. Difratogramas para cada condição de deformação.

Os difratogramas corroboram que, ao se realizar deformação plástica no AISI 321, a transformação martensítica ocorre a partir da austenita até que toda a austenita se transforme em martensita.

Na Tabela 4.6 é exibido o resultado da quantificação de  $\alpha'$  através do método de Rietveld, que indica um material totalmente martensítico a partir de 0,55 dv.

Tabela 4.6. Fração de martensita pela difração de raios X

Amostra	Deformação	% martensita
L	0,00	26,52
N	0,10	65,78
P	0,27	91,19
R	0,55	100,00
S	1,00	100,00

## 4.8. Microscopia ótica

Nas figuras a seguir estão presentes os resultados obtidos por microscopia ótica. Vale ressaltar que imagens são referentes à espessura dos corpos de prova e a laminação está no sentido horizontal das imagens.

A Figura 4.10 traz a microestrutura do aço que não sofreu qualquer deformação (0,00 dv) e foi atacado somente com ácido nítrico. Observam-se, neste caso, os grãos austeníticos equiaxiais delimitados por seus contornos. Além dos grãos, são notadas linhas horizontais que estão na mesma direção de laminação da chapa que deu origem ao corpo de prova. Como o mesmo não passou por qualquer deformação, é possível que estas linhas horizontais na forma de estrias sejam provenientes da chapas que deu origem aos cps. Ainda que a mesma tenha sido adquirida na formada recozida, o tratamento de recozimento, feito na fábrica, e o de solubilização realizado neste trabalho, não foram capazes de eliminar este problema.

Ainda em relação à Figura 4.10, é válido ressaltar que o aço inoxidável austenítico geralmente apresenta maclas de recozimento. No entanto, as mesmas não foram reveladas nesta figura pois o ataque eletrolítico com ácido nítrico tem a finalidade de revelar apenas contornos de grão, como foi descrito na Seção 3.4.

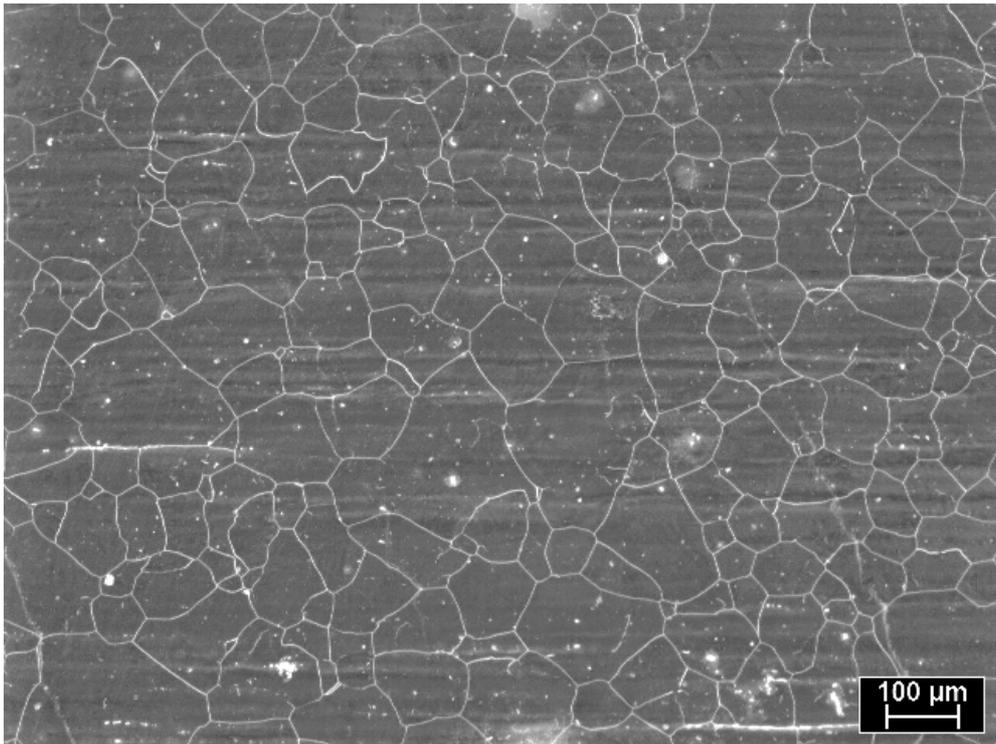


Figura 4.10. Amostra ausente de deformação atacada com ácido nítrico. Destaque para os grãos austeníticos revelados.

A Figura 4.11 é uma imagem do mesmo cp anterior após ataque com ácido nítrico seguido pelo ferrofluido. Na imagem é notória a presença da martensita  $\alpha'$  bem como das estrias horizontais que apareceram na Figura 4.10. A martensita é identificada como as regiões mais escuras, uma vez que as partículas superparamagnéticas do ferrofluido se aglomeram nas regiões ferromagnéticas, como é o caso de  $\alpha'$ , e espalham a luz, tornando-as escuras. É interessante observar o formato de agulhas que se dispõem, lado a lado, dentro dos grãos austeníticos. Vale ressaltar também que este corpo de prova passou por uma solubilização de 1100°C por 30 min, o que reverteria toda a martensita pré-existente em austenita e como não foi deformado a frio, a ocorrência de  $\alpha'$  era inesperada. No entanto, as amostras foram preparadas via lixamento e polimento mecânicos, o que cria deformações na superfície da amostra e é a causa mais provável para o aparecimento da martensita, resultado semelhante ao encontrado por TAVARES (2014).

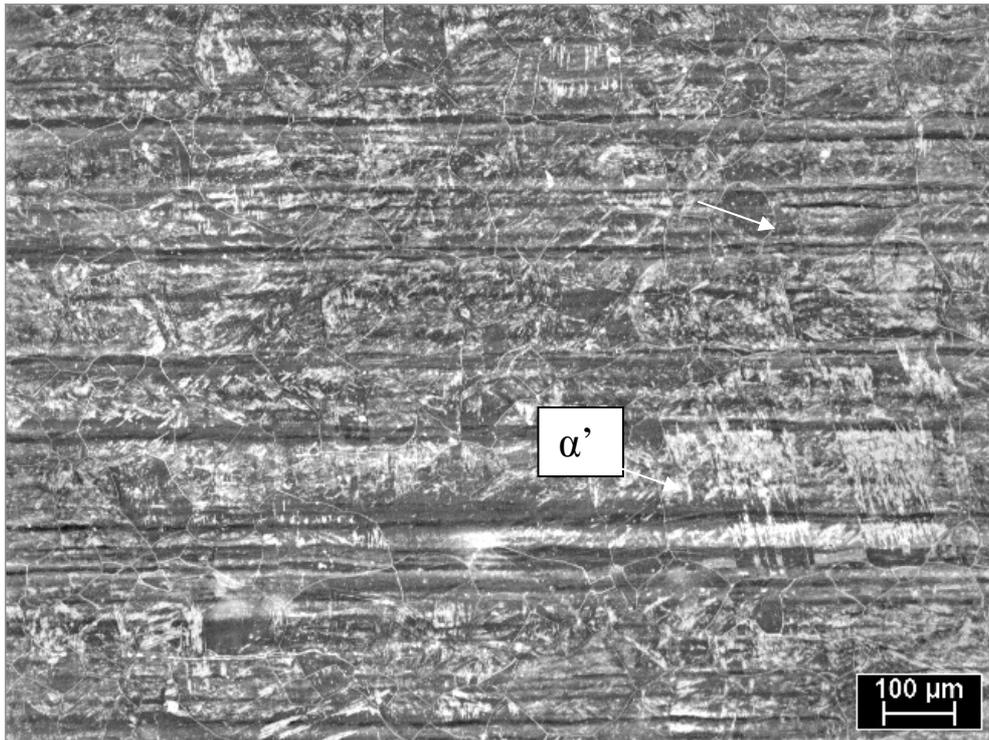


Figura 4.11. Amostra com 0,00 dv atacada com ácido nítrico e ferrofluido. É possível ver o aparecimento da martensita  $\alpha'$ .

Com um aumento superior, a exemplo da Figura 4.12, o efeito da estrias na imagem é minimizado e torna-se mais evidente o aparecimento da martensita em meio à austenita para a amostra com deformação verdadeira nula.

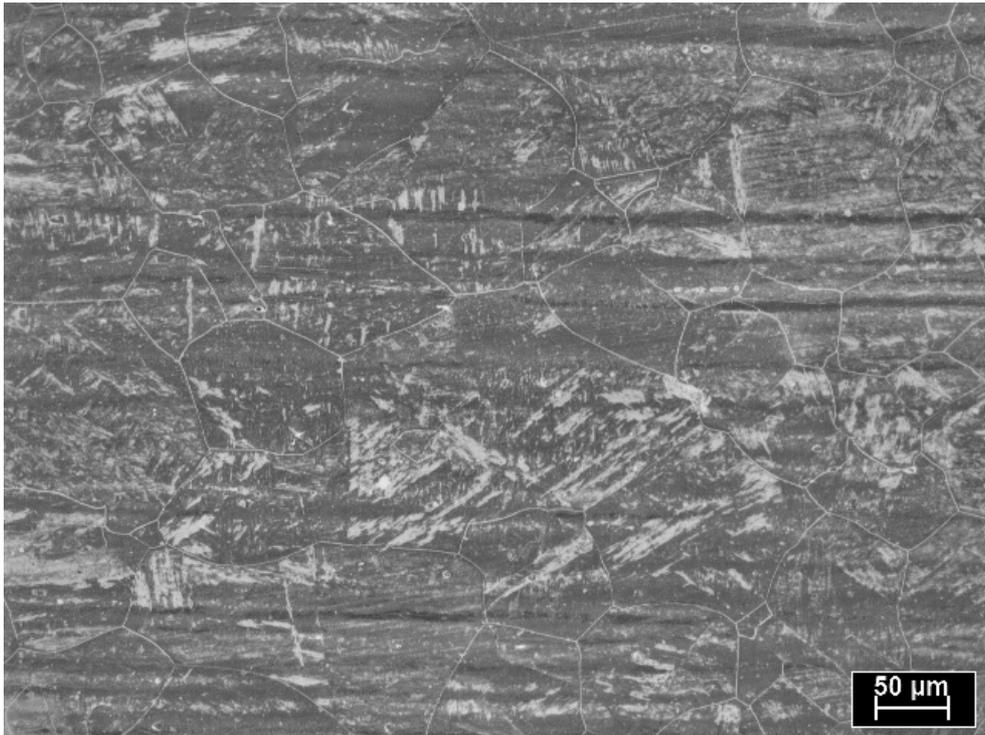


Figura 4.12. Amostra 0,00 dv com maior aumento. Destaque para a revelação da martensita.

As Figuras 4.13, 4.14 e 4.15 são relativas aos corpos de prova com deformação verdadeira de 0,27 dv. Na Figura 4.13 é mostrada a imagem que passou pelo ataque com ácido nítrico e ferrofluido. Nota-se que foram revelados os grãos austeníticos bem como os seus contornos. Além disso, as regiões em cores mais escuras revelam a presença de  $\alpha'$  no interior dos grãos.

De acordo com a Figura 4.14 é possível ver com maior clareza os grãos austeníticos e a formação da martensita indicada pela seta preta. A fim de dar maior destaque para a martensita, foi realizado o aumento da região destacada com o círculo, sendo mostrada em seguida na Figura 4.15. Nesta figura é interessante observar a morfologia da martensita, que se dá na forma de ripas paralelas. Como reportou TALONEN *et al.* (2005), a martensita adquire este formato pois nucleia nas bandas de cisalhamento formadas durante a deformação plástica. Estas bandas consistem em um conjunto de defeitos planares que são o resultado de falhas de empilhamento nos planos  $\{111\}$  da austenita.

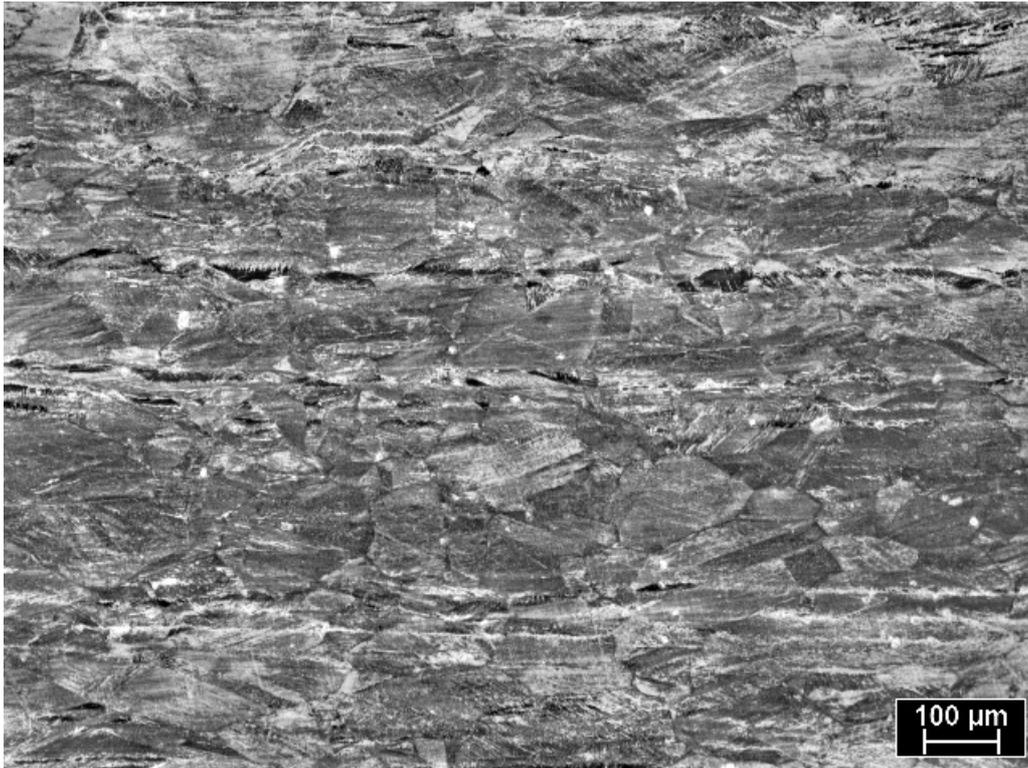


Figura 4.13. Amostra com 0,27 dv após ataque com ácido nítrico e ferrofluído.

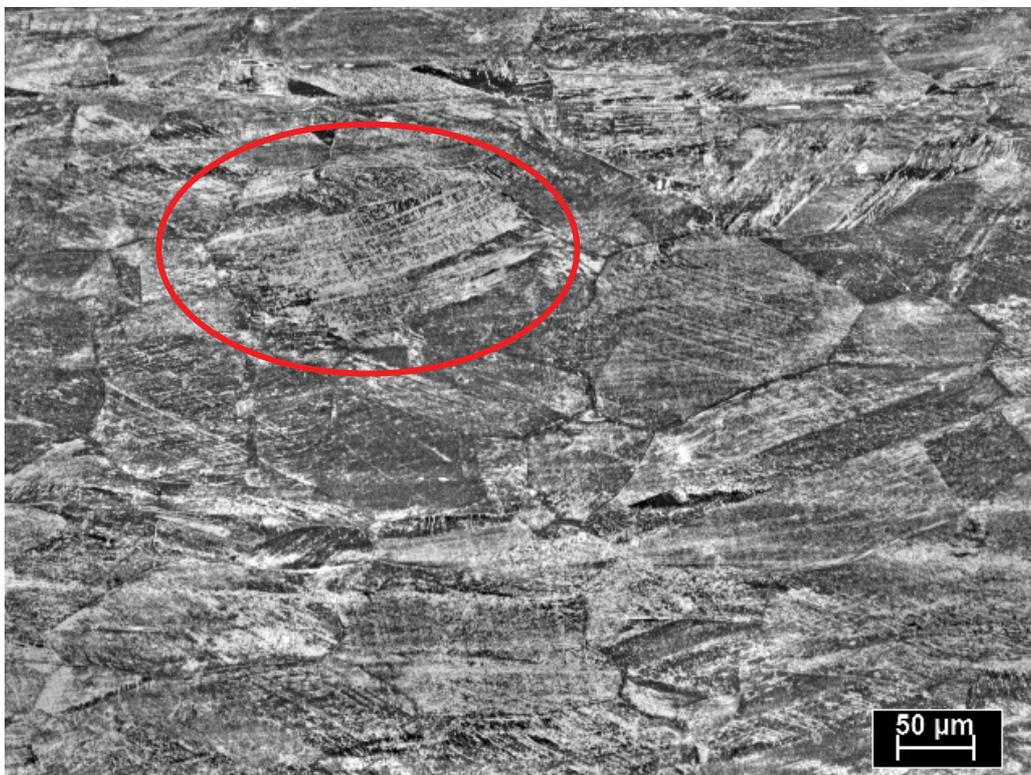


Figura 4.14. Amostra com 0,27 dv com maior aumento.

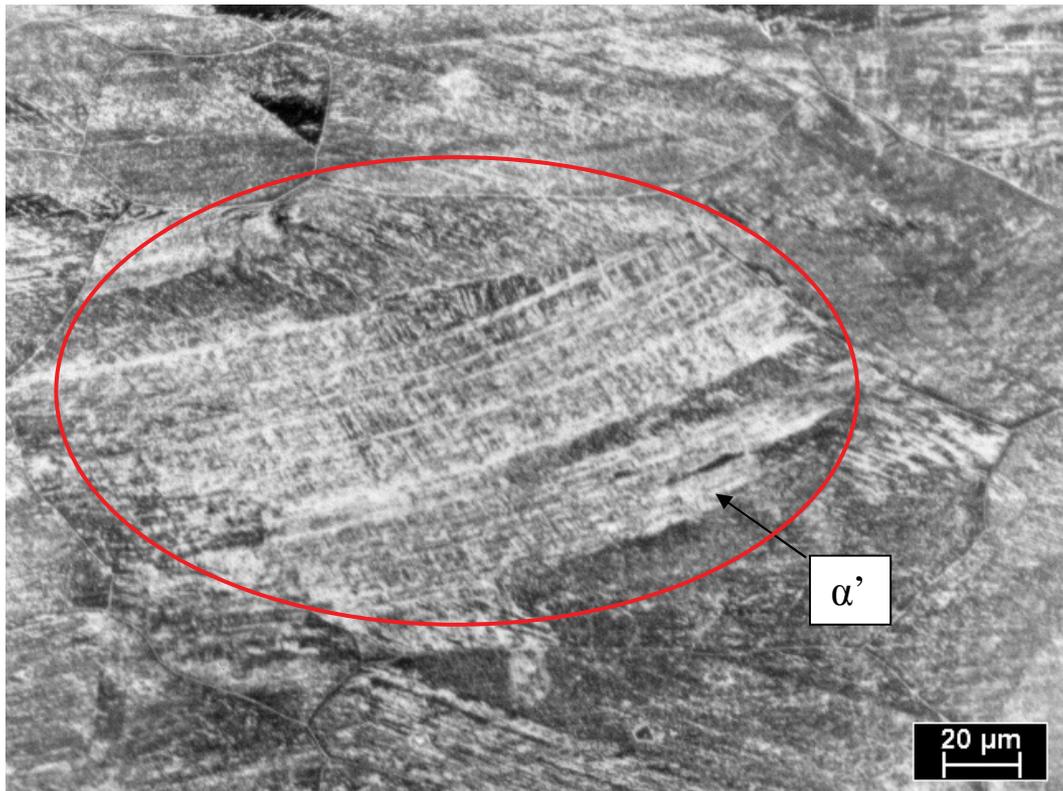


Figura 4.15. Amostra com 0,27 dv detalhando a morfologia da martensita.

A seguir, a Figura 4.16 refere-se à amostra com 0,55 dv. Estabelecendo um comparativo com a Figura 4.15 (de mesmo aumento, porém com 0,27 dv) observa-se além do grão mais alongado, que a martensita deixa de apresentar-se no formato de ripas paralelas e adquire formato mais curvo em relação às deformações anteriores. Isto ocorre porque a transformação martensítica acompanha o avanço da banda de cisalhamento, a qual assume uma curvatura à medida prossegue pelo grão austenítico. (LICHTENFELD, 2006). Nesta figura nota-se ainda a presença de nitreto de titânio (TiN), indicado na imagem.

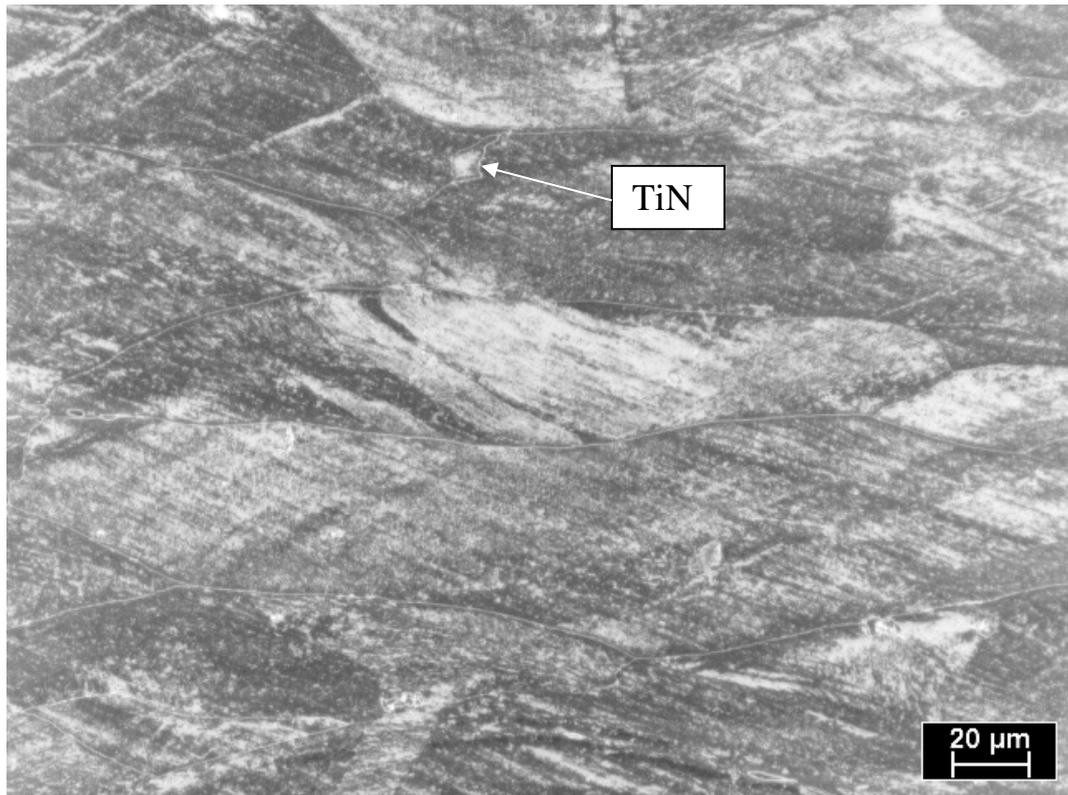


Figura 4.16. Amostra com deformação de 0,55 dv. Destaque para o grão alongado e a martensita.

Finalmente, as figuras a seguir são referentes à deformação verdadeira igual a um (1,00 dv). Na Figura 4.17, atacada apenas com ácido nítrico, observam-se os grãos austeníticos bastante alongados na direção da laminação. Em sequência, na Figura 4.18, está, nas partes (a) e (b), uma comparação entre a mesma região antes e depois do ataque com o ferrofluido. A parte (a) foi atacada somente com ácido nítrico enquanto a parte (b) passou também pelo ferrofluido. Descontando as estrias negras que aparecem em ambas as imagens, percebe-se que na imagem com o ferrofluido há mais regiões escuras, indicando a formação de martensita nesta região da amostra. Esta fase não pôde-se ser observada de maneira clara como nas micrografias anteriores porque encontra-se finamente distribuída, consequência dos diversos passes de laminação.

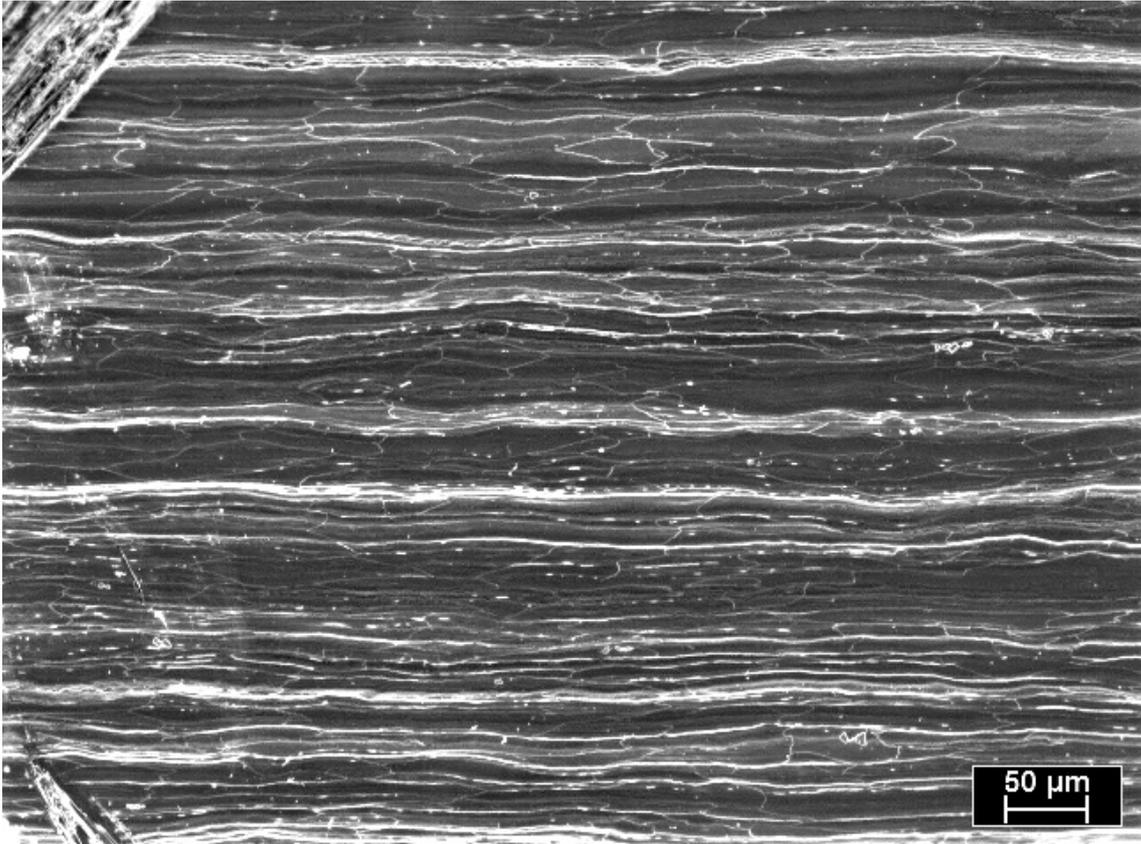
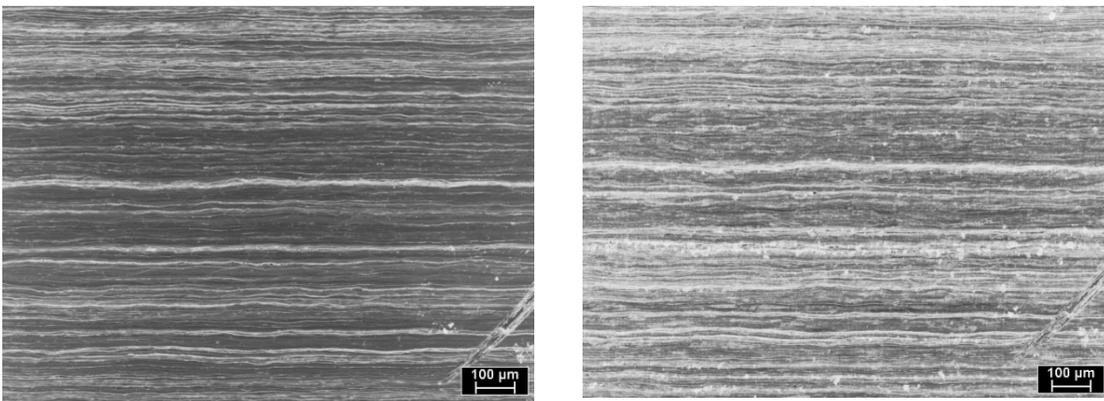


Figura 4.17. Amostra com 1,00 dv. Ataque somente com ácido nítrico.



(a)

(b)

Figura 4.18. Amostra com 1,00 dv. Imagens da mesma região. Em (a) ataque com ácido nítrico e (b) com ácido nítrico e ferrofluido. No canto inferior direito da imagem há uma marcação indicando que as imagens pertencem à mesma região.

Um ponto que merece destaque a respeito das micrografias observadas anteriormente é o fato das imagens terem revelado estrias na direção da laminação. Sem

ressalva, as imagens apresentaram esta característica. Até mesmo aquela que não foi deformada. Isto leva a considerar a possibilidade destas estrias serem o resultado da laminação realizada pelo fornecedor da chapa que deu origem aos corpos de prova do estudo. Apesar de não revelas aqui, foram realizados testes com polimento eletrolítico além de outros tipos de ataque, todavia as estrias também estiveram presentes. Estas estrias são perceptíveis mesmo a olho nu após o lixamento e polimento sem qualquer tipo de ataque.

Outro ponto que merece atenção em relação à microscopia ótica é o destaque para o uso do ácido nítrico em conjunto com o ferrofluido. Primeiramente, o ácido nítrico é ideal para a revelação de grãos austeníticos e o ferrofluido se mostrou útil na detecção da fase ferromagnética (martensita  $\alpha'$ ). Ao se comparar o uso do ácido oxálico, muito utilizado em diversas pesquisas com o mesmo aço deste trabalho (HEDAYATI *et al.*, 2010) observa-se que quando a deformação é elevada, em torno de 1 dv, não é possível determinar os contornos de grão. A imagem fica bastante borrada, o que pode ser atribuído ao elevado encruamento do material, que gera elevado nível de discordância e toda a região é atacada da mesma maneira, não havendo contraste entre regiões de contorno de grão nem de martensita. Mesmo à deformação de 1,00 dv a Figura 4.17 mostra que foi possível revelar os contornos de grão com o  $\text{HNO}_3$ .

## 4.9. Correntes parasitas

Na Figura 4.19, observa-se o plano de impedância com as curvas referentes às amostras deste estudo. Cada curva está acompanhada do seu valor de deformação ao lado. A primeira amostra, com 0,00 de deformação verdadeira, apresenta um comportamento paramagnético, já que seu ângulo de fase ( $\varphi$ ) está entre  $180^\circ$  e  $270^\circ$ .

Da mesma maneira, o corpo de prova deformado a 0,05 dv também é paramagnético, porém o sinal tem um formato distinto, mais horizontal. Esta mudança está associada à menor condutividade elétrica da amostra, o que pode ser corroborado ao se comparar com o plano de impedância para o bloco de calibração, vide Seção 3.9. Naquele gráfico se observa que materiais paramagnéticos com condutividades menores, apresentam sinais mais próximos ao eixo x, como neste caso. O fato ocorrido na amostra em questão está relacionado a este nível de redução, 0,55 dv, não ter sido

suficiente para promover a formação de martensita  $\alpha'$ , porém foi capaz de elevar a quantidade de defeitos cristalinos; discordâncias, lacunas ou falhas de empilhamento. De acordo com a Regra de Matthiessen, Equação 2.8, a proliferação de defeitos cristalinos acarreta um aumento na resistividade elétrica, ou seja, redução na condutividade, explicando a mudança do sinal em relação à amostra com deformação nula.

Por outro lado, a amostra com 0,10 dv deixa de ser paramagnética e passa a se comportar de maneira ferromagnética, por ter seu ângulo de fase entre  $90^\circ$  e  $180^\circ$ . Isto demonstra que neste patamar de redução há formação significativa de martensita  $\alpha'$  de maneira a modificar o comportamento magnético da liga.

Analogamente, as amostras seguintes, cujas deformações foram superiores a 0,10 dv, seguem o comportamento ferromagnético. À medida que a deformação aumenta o ângulo de fase torna-se gradativamente menor tendendo a um ângulo próximo de  $90^\circ$ . Entre 0,10 dv e 0,40 dv percebe-se significativa diferença entre os sinais referentes a cada deformação, o que evidencia a variação da permeabilidade magnética da liga. Em outras palavras, constata-se o aumento na quantidade de fase ferromagnética que à medida que a deformação prossegue. É interessante frisar a boa capacidade da técnica em separar de maneira clara os sinais desde a deformação nula até a redução de 0,40 dv. Já para deformações acima deste valor os sinais no plano de impedância não podem ser distinguidos de maneira clara. Como foi demonstrado na quantificação de martensita obtida com o *VSM*, Figura 4.8, a uma redução de 0,4 dv o material apresenta em torno de 90% de martensita, e em 0,55 dv quase toda a austenita se transformou em martensita. Desta maneira, a variação dos sinais para tais deformações, incluindo 1,00 dv serão de fato imperceptíveis uma vez que o aumento de  $\alpha'$  é modesto. Verifica-se que, sobretudo os sinais de 0,55 dv e 1,00 dv têm um formato quase que vertical, de modo que a componente resistiva está próxima de zero. Este efeito se dá por conta da elevada permeabilidade magnética nestes estados. De fato, segundo as medidas de permeabilidade magnética, contidas na Seção 4.3, esta propriedade para a amostra com 1,00 dv chega a se intensificar quase seis vezes em relação à liga que não foi deformada.

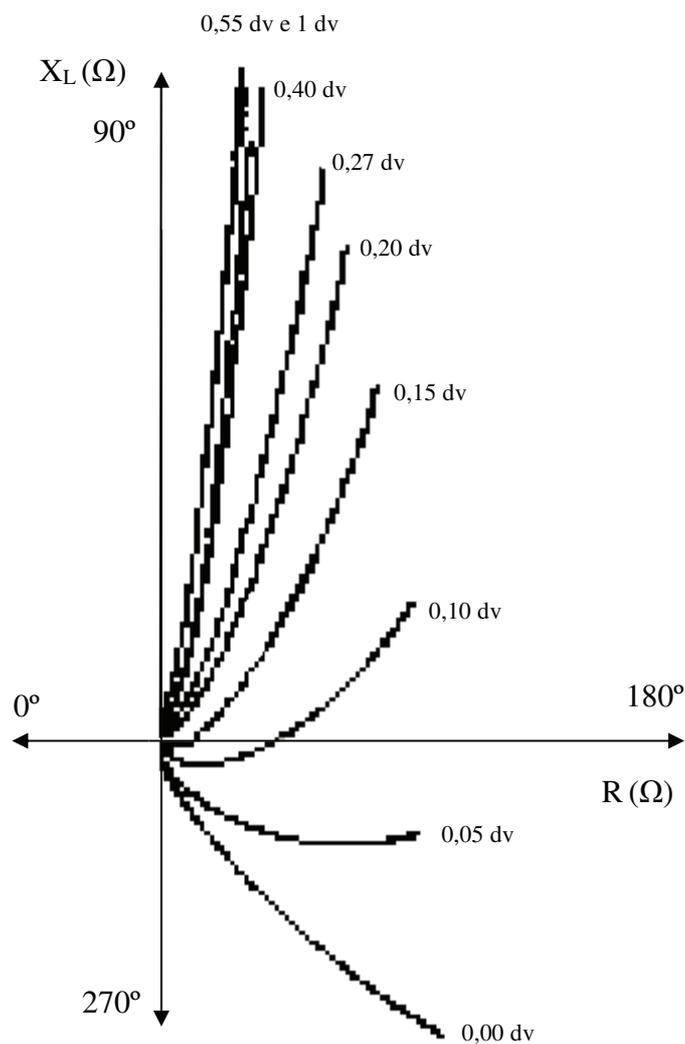


Figura 4.19. Curvas no plano de impedância para cada deformação.

Como foi discutido anteriormente, à luz da Figura 4.19, o ângulo de fase reduz-se em função do aumento da deformação até determinado nível, a partir do qual este parâmetro tende a se estabilizar. Na Figura 4.20 repara-se com maior nitidez o comportamento descrito. Porém, ao invés da inserção do ângulo de fase no eixo vertical, foi exposto o seu inverso. O gráfico foi elaborado nesta condição com o intuito de facilitar a visualização da curva. Portanto, verifica-se que o ângulo de fase em função da deformação segue o comportamento de uma curva sigmoidal. Esta característica se assemelha aos estudos oriundos de KHAN *et al.* (2008) que, da mesma maneira, estudou a transformação martensítica a partir dos ângulos de fase da impedância elétrica. Avaliando a curva é possível inferir que o ângulo varia a uma taxa pequena

para deformações menores que 0,10 dv, aproximadamente. A partir deste valor o parâmetro experimental taxa de variação intensas até 0,3 dv, onde volta a reduzir. A partir de 0,4 dv  $\phi$  tende a assumir um valor constante. Portanto, as maiores taxas de variação no ângulo de fase limitam-se a valores de deformação entre 0,10 dv e 0,30 dv o que está associado à elevada taxa de transformação martensítica dentro deste intervalo.

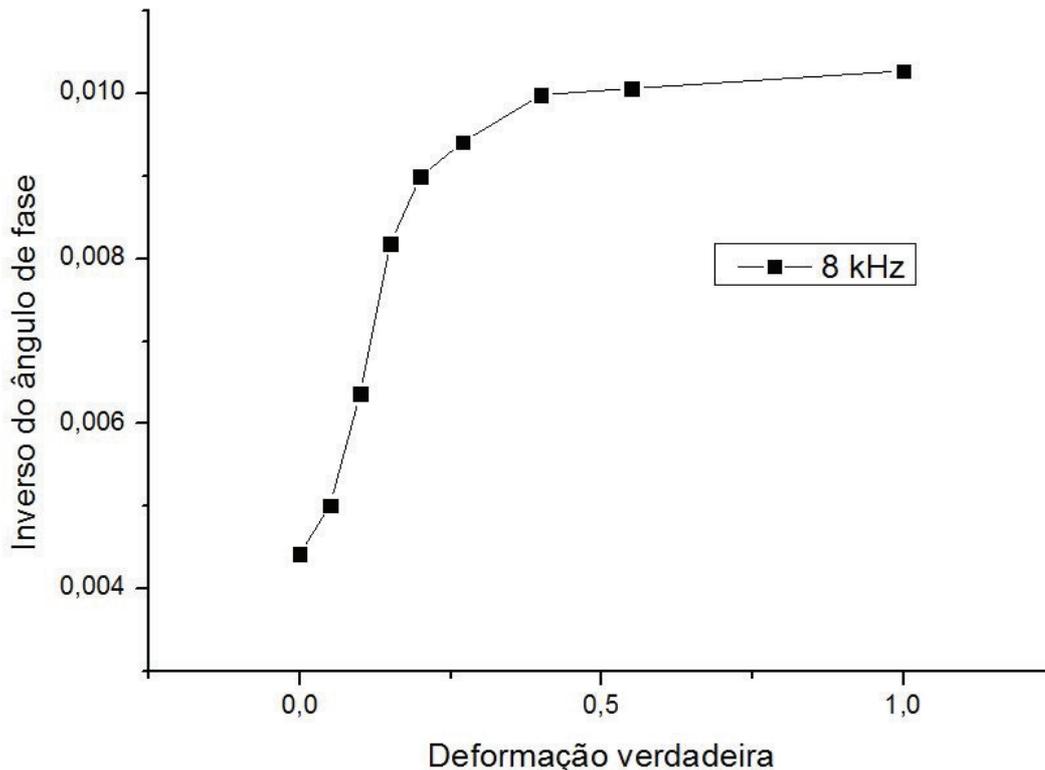


Figura 4.20. Comportamento do ângulo de fase em função da deformação.

Os resultados da difração de raios x bem como de microscopia ótica indicaram que o lixamento superficial da amostra é suficiente para produzir martensita no aço AISI 321 deste trabalho. Devido à necessidade de esclarecer qual é este efeito no ensaio de correntes parasitas, o ângulo de fase foi monitorado antes e depois do polimento eletrolítico. Ao verificar a Figura 4.21 fica evidente que o lixamento superficial não exerce influência no ensaio quando utilizada as configurações de ensaio deste trabalho, principalmente a frequência, que está associada à profundidade de penetração das correntes parasitas. Isto pode ser conjecturado por conta da coincidência das curvas antes e depois do lixamento, especialmente para as deformações menores.

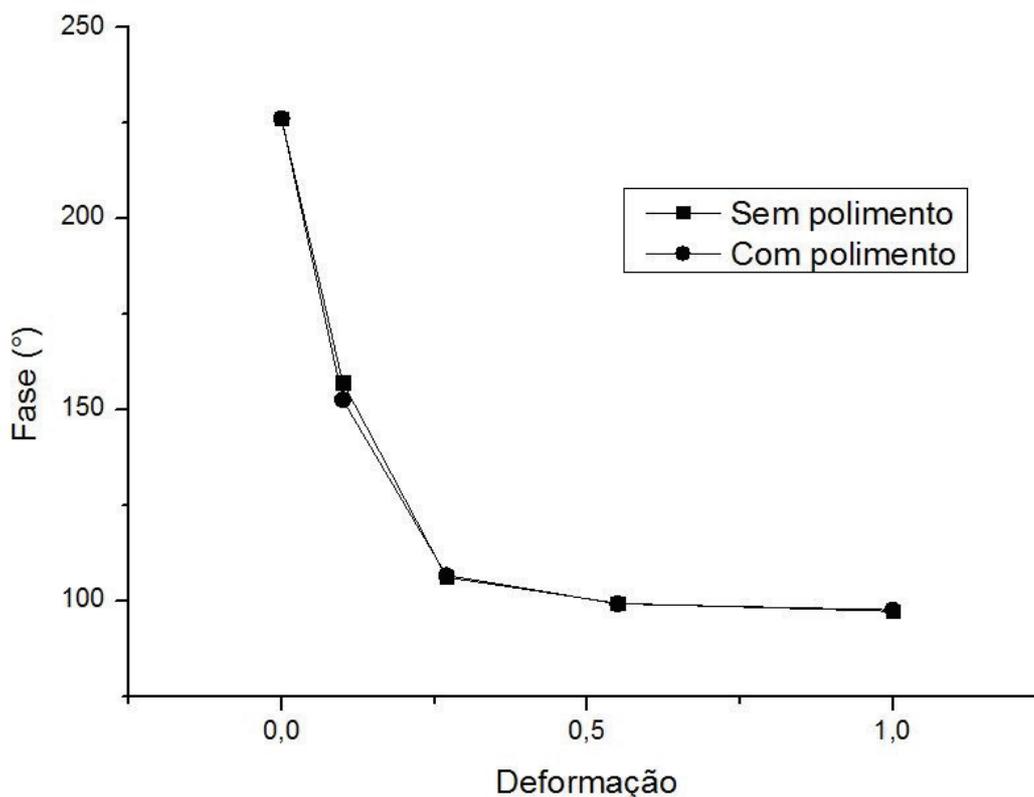
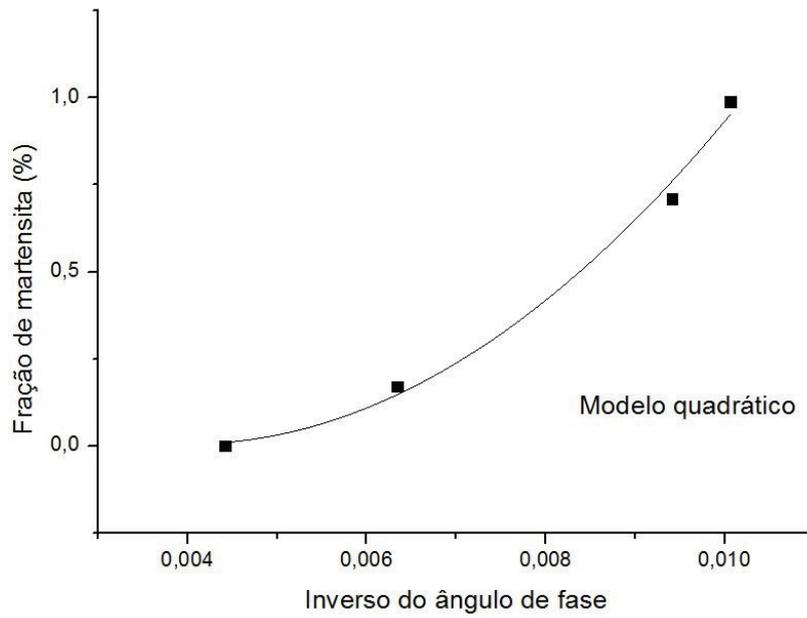


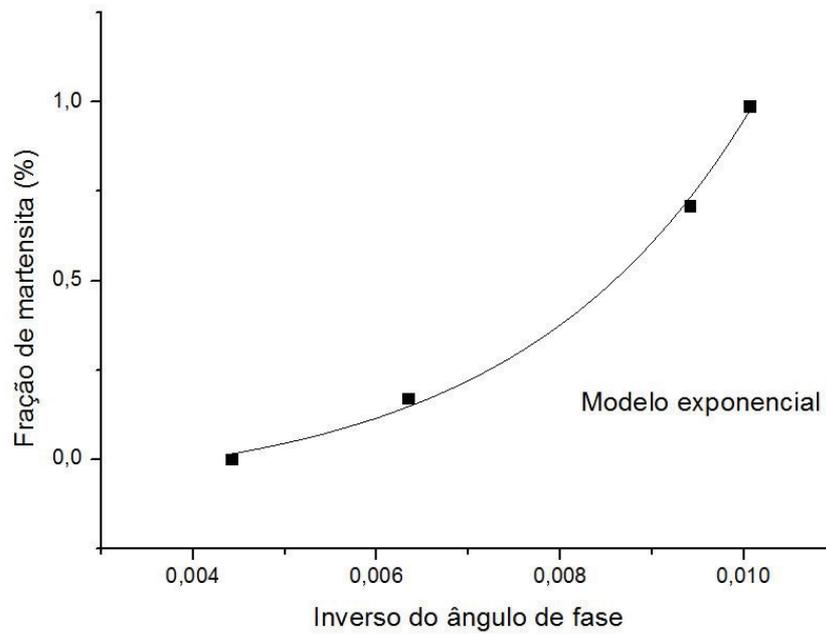
Figura 4.21. Estudo do ângulo de fase antes e depois do polimento eletrolítico.

Visando estabelecer uma forma de quantificar a martensita via correntes parasitas, pode-se relacionar o ângulo de fase e a fração volumétrica da martensita, obtida através do *VSM*, o que é apresentado na Figura 4.22. Como será verificado nos gráficos, foi utilizado novamente o inverso do ângulo de fase no eixo horizontal com o objetivo de revelar valores crescentes do ângulo e facilitar a visualização. Além disso, foi escolhida a quantificação de fase através dos resultados do *VSM* uma vez que a quantificação por DRX sofreu com a influência do lixamento superficial.

Na Figura 4.22, foram utilizadas duas maneiras de ajustar uma função, representadas nas partes (a) e (b) da figura. A primeira delas foi um ajuste polinomial, com um polinômio de segundo grau. Já a outra abordagem se deu com uma curva exponencial. Ambos os métodos apresentaram a soma dos quadrados dos resíduos próxima a zero, em torno de 0,004 para o modelo quadrático e 0,001 para o exponencial, tornando-as candidatas a descreverem o comportamento dos pontos.



(a)



(b)

Figura 4.22. Ajustes realizados para descrever os pontos do gráfico. A parte (a) mostra uma aproximação quadrática e a parte (b) exponencial.

## 5. Conclusões

Através da investigação da transformação martensítica por diversas técnicas de caracterização, é possível concluir que:

- Foi possível estimar a permeabilidade magnética das amostras em função da deformação. Esta propriedade apresentou um acréscimo em torno de seis vezes em relação à amostra sem deformação, cujo comportamento é paramagnético.

- Por outro lado, a condutividade elétrica não pôde ser aferida em todas as amostras, apenas naquelas paramagnéticas. Isto acontece porque é complexo separar os efeitos de condutividade e permeabilidade nos materiais ferromagnéticos. Logo, a profundidade de penetração padrão só foi calculada para as amostras de 0,00 dv e 0,05 dv sendo de 4,62 mm e 7,28 mm, respectivamente.

- A aplicação do ferrofluido trouxe benefícios para a revelação de martensita ferromagnética. Quando aplicado após o ataque com ácido nítrico se torna uma ferramenta poderosa. Isto acontece porque é possível que a  $\alpha'$  seja revelada mantendo-se, na mesma imagem, os contornos de grão da austenita, mesmo a deformações elevadas. Neste sentido, a abordagem traz benefícios frente a outros trabalhos que utilizam o ácido oxálico 10 %, uma vez que este reagente não tem grande eficácia em separar contornos, maclas e martensita em reduções acima de 50%, como mostra a Figura 2.17, referente à pesquisa de HEDAYATI *et al.*(2010).

- Para o corpo de prova de 0,00 dv, ao se realizar uma comparação das técnicas VSM, DRX, MO e correntes parasitas, depreende-se que, do ponto de vista volumétrico, de fato não há presença de martensita  $\alpha'$ . No entanto, por conta da deformação que ocorre quando o material passa por lixamento, há transformação martensítica superficial sendo revelada pelos ensaios de DRX e MO. A difração mostrou um valor em torno de 26% de martensita na amostra sem deformação, enquanto o VSM e as correntes parasitas demonstram ausência desta fase.

- A respeito da simulação computacional é valioso destacar sua contribuição na determinação dos melhores parâmetros de ensaio. A simulação foi importante para,

antes de cortar os corpos de prova, prever quais seriam as dimensões ideais a fim de minimizar problemas como os efeitos de borda.

- Em relação ao ensaio de correntes parasitas, demonstrou-se a sua eficácia em separar amostras com diferentes teores de martensita por meio do ângulo de fase. A respeito deste parâmetro, foi estabelecido um comparativo entre o inverso do ângulo de fase e a fração volumétrica de martensita, estimada através do *VSM*. Os resultados desta relação mostraram a possibilidade de se vincular a fração volumétrica de martensita aos parâmetros de correntes parasitas através de uma função matemática. Isto viabiliza não só localizar, mas também quantificar a martensita nos aços inoxidáveis austeníticos através desta técnica não destrutiva.

- Observa-se ainda que, comparando as técnicas de *VSM* e correntes parasitas, a maior taxa de transformação martensítica ocorre ao redor de 0,3 dv, onde a fração desta fase atinge em torno de 70%.

## **6. Sugestões para trabalhos futuros**

- Estudar mais detalhadamente a orientação preferencial dos grãos em relação ao campo aplicado, particularmente para amostras com pouca deformação.
- Realizar a difração de raios X em amostras polidas eletroliticamente.
- Testar o ferrofluido com base de água nas amostras de AISI 321.
- Utilizar um princípio físico diferente das correntes parasitas a fim de medir a condutividade elétrica de amostras ferromagnéticas.
- Avaliar a distribuição da martensita ao longo da espessura em componentes trefilados. Isto pode ser realizado através da variação da frequência de inspeção.
- Com alta frequência de inspeção, verificar se a martensita que se forma superficialmente durante o lixamento afeta a impedância da bobina.
- Realizar maior número de pontos para a Figura 4.22. Com estes, testar outros modelos matemáticos e avaliar aqueles que fornecem menor desvio padrão dos seus parâmetros.

## 7. Referências bibliográficas

ABREU, H. F. G., CARVALHO, S. S., NETO, P. L., et al. “Deformation Induced Martensite in an AISI 301LN Stainless Steel: Characterization and Influence on Pitting Corrosion Resistance”. **Materials Research** v. 10, n. 4, pp. 359-366, Nov, 2007.

ANGEL, T.J. “Formation of martensite in austenitic stainless steels”. **Journal of the Iron and Steel Institute** v. 177, pp 165-174, 1954.

ASM HANDBOOK. **Properties and Selection: Iron, Steels and High-Performance Alloys**. Volume 1, ASM International, 1990.

ASM HANDBOOK. **Electromagnetic Testing**. Volume 13, ASM International, 2004.

ASM HANDBOOK. **Non destructive Evaluation and Quality Control**. Volume 17, ASM International, 1989.

ASM HANDBOOK. **Metallography and Microstructures**. Volume 9, ASM International, 1998.

ASTM E407-1999: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys ASTM International.

BEESE, A., MOHR, D. “Identification of the direction-dependency of the martensitic transformation in stainless steel using insitu Magnetic Permeability Measurements”. **Experimental Mechanics** v. 51, pp 667-676, 2011.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. 7ª Ed., Rio de Janeiro, LTC, 2008.

CAMERINI, C. G., 2012. **Desenvolvimento de Sondas de Correntes Parasitas para Detecção e Quantificação de Fase Sigma em Aço Inoxidável Duplex**. Dissertação de M.Sc., COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

CHIAVERINI, V., **Aços e Ferros Fundidos**. 7ª ed., São Paulo, Editora ABM, 2012.

CORREA, M. P. A., 2013. **Caracterização por Ensaios Magnéticos Não Destrutivos de Aços HP Provenientes de Fornos de Reforma**. Dissertação de M.Sc., COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

COSTA E SILVA, A. L. V., MEI, P. R., **Aços e Ligas Especiais**. 2ª ed., São Paulo, Edgard Blücher, 2006.

CULLITY, B.D. **Elements of X-ray diffraction**, 2ª ed., Massachusetts, Addison-Wesley, 1978.

DELONG, W.T. “Ferrite in Austenitic Stainless Steel Weld Metal”. **Welding Journal** v. 53, n. 7, pp 273-286, 1974.

DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**. International Student Edition, New York, McGraw-Hill, 1961.

FONER, S. “Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer”. **Review of Scientific Instruments** v. 30, pp. 548-557, 1959.

GUIMARÃES, R. F., FIGUEIREDO, N. C., PINHEIRO, V. M., et al. “Influência do Teor de Mo na Microestrutura de Ligas Fe-9-Cr-xMo”. **Soldagem e Inspeção** v. 15, n. 4, pp. 254-264, 2010.

HANSEN, J., "The Eddy Current Inspection Method". **Insight** v. 46, n. 5, pp 279 – 282, 2004.

HEDAYATI, A., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., et al. “The Effect of Cold Rolling Regime on Microstructure and Mechanical Properties of AISI 304L Stainless Steel”. **Journal of Materials Processing Technology** v. 210, pp. 1017-1022, Feb., 2010.

HELMUT FISCHER, 2015. Disponível em: <[http://www.helmut-fischer.de/fileadmin/user\\_upload/default/Brochures/en-gb/BROC\\_FMP30\\_FERITSCOPE\\_902-039\\_en.pdf](http://www.helmut-fischer.de/fileadmin/user_upload/default/Brochures/en-gb/BROC_FMP30_FERITSCOPE_902-039_en.pdf)>. Acesso em: 29/ 12 / 2015.

HENRIQUES, P.C. F, CARNEVAL, R. O. **Ensaio Não-destrutivo por Correntes Parasitas**. 1ªed., Rio de Janeiro, DITED/Petrobras, 1990.

HO, C. Y., CHU, T. K., **Electrical Resistivity and Thermal Conductivity of Nine Selected AISI Stainless Steels**. Cindas Report, Thermophysical and Electronic Properties Information Analysis Center, West Lafayette, Indiana, 1977.

HUMBERT, M., PETIT, B., BOLLE, B., et al. "Analysis of the  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  Induced by 10% Plastic Deformation in 304 stainless steel at  $-60^{\circ}\text{C}$ ". **Materials Science and Engineering A**. v. 7, pp 865-867, 2007.

JHA, A. K., SIVAKUMAR, D., SREEKUMAR, K., et al. "Role of Transformed Martensite in the Cracking of Stainless Steel Plumbing Lines". **Engineering Failure Analysis** v. 15, pp. 1042-1051, Dec, 2007.

JILES, D. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. 2<sup>a</sup> ed., New York, Chapman & Hall, 1998.

KHAN, S. H., ALI, F., KHAN, A. N., et al. "Eddy current detection of changes in stainless steel after cold reduction". **Computational Materials Science** v. 43, pp. 623-628, March, 2008.

KISKO, A., MISRA, R.D.K., TALONEN, J., et al. "The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15Cr-9Mn-Ni-Cu stainless steel". **Materials Science & Engineering** v. 578, pp 408-416, May, 2013.

KOU, S., **Welding Metallurgy**. 2 ed., New Jersey, John Wiley & Sons, 2003.

KRAUSS, G., **Steels: Processing, Structure and Performance**. 1<sup>a</sup> ed. Ohio, ASM International, 2003.

KUMAR, B.R., SINGH, A.K., MAHATO, B., et al. "Deformation-induced transformation textures in metastable austenitic stainless steel". **Materials Science and Engineering A** v. 429, pp 205-211, 2006.

Li, G., He, Z.R., Jiang, F., et al. "Stability of a metastable  $B_2$  phase embedded in a metallic glass matrix at liquid-nitrogen temperature". **Materials Science & Engineering A** v. 634, pp. 99-102, Feb., 2015.

LICHTENFELD, J.A., MATAYA, M.C., VAN TYNE, C.J. "Effect of Strain Rate on Stress-Strain Behavior of Alloy 309 and 304L Austenitic Stainless Steel". **Metallurgical and Materials Transactions A** v. 37A, pp 147-161, Jan, 2006.

MURR, L.E., STAUDHAMMER, K.P., HECKER, S.S. “Effects of strain rate on deformation-induced transformation in 304 Stainless Steel. Part II. Microstructural Study”. **Metallurgical and Materials Transactions** v. 13A, pp 627-635, 1982.

NDT RESOURCE CENTER, 2015. Disponível em: <<https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/EddyCurrents/Instrumentation/im-pedanceplane.htm>> Acesso em: 10/04/2015.

NOHARA, K., ONO, Y., OHASHI, N. “Composition and Grain-size Dependencies”. **Journal of Iron and Steel Institute of Japan** v. 63, pp 212-222, 1977.

Olympus, 2015. Disponível em: <<https://www.olympus-ims.com/en/eddycurrenttesting/>>. Acesso em: 13/04/2015.

PADILHA, A.F., AMBROSIO, F. Fº. **Técnicas de Análise Microestrutural**. 1ª ed., São Paulo, Hemus Editora, 1985.

PADILLHA, A.F., RIOS, P.R. “Decomposition of Austenite in Stainless Steel”. **ISIJ International** v. 42, n. 4, pp 325-337, Jan, 2002.

PARDAL, J.M., 2009. **Efeitos dos Tratamentos Térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Superduplex**. Tese de D.Sc., PGMEC/ UFF, Niterói, RJ, Brasil.

PARDAL, J.M., MONTENEGRO, T.R., TAVARES, M.T., et al. “Avaliação da Transformação Martensítica Induzida por Deformação a Frio no Aço Inoxidável AISI 321 de Baixo Teor de Carbono”. **XI Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável**, São Paulo, Outubro, 2012.

REBELLO, J.M.A., LOPÉZ, M.C.A, SACRAMENTO, R. “Quantification of Sigma Phase Precipitation by Magnetic Non Destructive Testing”. **15<sup>th</sup> International Workshop on Eletromagnetic Nondestructive Evaluation**, Szczecin, June, 2010.

RIETVELD, H. M. “A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures”. **Journal of Applied Crystallography** v. 2, n. 2, pp. 65-71, June, 1969.

SCHRAMM, R.E., REED, R.P. “Stacking Fault Energies of Seven Comercial Austenitic Stainless Steels”. **Metallurgical Transactions A** v. 6, pp 1345-1351, 1975.

SILVA, L.K., 2015. **Caracterização Magnética dos Efeitos de Deformação em Aços Ferríticos Através da Técnica Bitter Modificada**. Projeto de Graduação, DEMM/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

SILVA, P. M. O., ABREU, H. F. G., ALBUQUERQUE, V. H. C., *et al.* “Cold deformation effect on the microstructure and mechanical properties of AISI 301LN and 316L stainless steel”. **Materials and Design** v. 32, pp 605-614, 2011.

SURKIALIABAD, R., HEDAYATI, A., ALAM, A. S. “Monitoring of Martensitic Transformation in Cold-Rolled 304L Austenitic Stainless Steel by Eddy Current Method” v.2, n.10, pp 312- 323, 2009.

TALONEN, J., ASPEGREN, P., HÄNNINEN, H. “Comparison of Different Methods for Measuring Strain Induced  $\alpha'$ -Martensite Content in Austenitic Steels”. **Materials Science Technology** v. 20, pp 1506-1512, 2004.

TALONEN, J., HÄNNINEN, H. “Formation of Shear Bands and Strain-Induced Martensite During Plastic Deformation of Metastable Austenitic Stainless Steels”. **Acta Materialia** v .55, n. 18, pp 6108 – 6118, 2007.

TALONEN, J., NENONEN, P., PAPE, G., *et al.* “Effect of Strain Rate on the Strain – Induced  $\gamma/\alpha'$ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels.” **Metallurgical and Materials Transactions A** v. 36 A, pp 421 – 432, 2005.

TAVARES, M. T., 2014. **Avaliação da Transformação Martensítica por Deformação a Frio no Aço Inoxidável Austenítico AISI 321 Contendo Diversos Teores de Carbono**. Dissertação de M. Sc., PGMEC/ UFF, Niterói, RJ, Brasil.

TAVARES, S.S.M, DA SILVA, M.R., PARDAL, J.M, *et al.* “Microestrutural Changes Produced by Plastic Deformation in the UNS S31803 Duplex Stainless Steel.” **Journal of Materials Processing Technology** v180, pp 318-322, 2006.

TAVARES, S.S.M, NETO, J.M., DA SILVA, M.R., *et al.* “Magnetic Properties and Alfa Prime Martensite Quantification in an AISI 301LN Stainless Steel Deformed by Cold Rolling”. **Materials Characterization** v. 59, pp 901-904, 2008.

TAVARES, S.S.M., PARDAL, J.M., DA SILVA, M.R., et al. “Transformação Martensítica Induzida por Deformação em Aço Inoxidável Lean Duplex UNS S32304”. Em: **10º Congresso Ibero-Americano em Engenharia Mecânica, 2011, Porto. Actas do X Congresso Ibero-Americano em Engenharia Mecânica – CIBEM 10**, pp. 2205-2209, Porto, 2011.

TOTTEN, G. E., **Steel Heat Treatment – Metallurgy and Technologies**. 2ª Ed., Florida, CRC Press, 2007.

## 8. Apêndice

### 8.1. Cálculo da taxa de deformação

A taxa de deformação é definida de acordo com a Equação 8.1, sendo  $\varepsilon$  a deformação no passe (adimensional) e  $\Delta t$  o tempo de deformação medido em segundos.

$$\varepsilon'(1/s) = \varepsilon/\Delta t \quad (8.1)$$

Em sequência, a deformação e o tempo de deformação são definidos, respectivamente, pelas Equações 8.2 e 8.3. Na Equação 8.2  $h_0$  corresponde à espessura inicial e  $h_f$  à espessura final, ambas expressas em milímetros. Outrossim, na Equação 5.3,  $L$  corresponde ao comprimento do arco de contato com a amostra, também em milímetros, e  $v$  a velocidade periférica dos cilindros em mm/s.

$$\varepsilon = (h_0 - h_f)/h_0 \quad (8.2)$$

$$\Delta t (s) = L/v \quad (8.3)$$

A fim de definir  $L$  e  $v$ , é necessário utilizar ainda as Equações 8.4 e 8.5 que definem tais grandezas. Nas duas Equações abaixo,  $R$  corresponde ao raio dos cilindros com dimensão de milímetros. Para Equação 5.5  $\omega$  é a velocidade angular dos cilindros dada em rad/s.

$$L = \sqrt{R(h_0 - h_f)} \quad (8.4)$$

$$v = \omega R \quad (8.5)$$

Finalmente, a velocidade angular ( $\omega$ ) pode ser expressa pela Equação 8.6 onde N é a rotação dos cilindros expressa em RPM.

$$\omega = \pi N/30 \quad (8.6)$$

À luz das Equações 8.1 à 8.6, para cada corpo de prova, foi calculada a taxa de deformação por passe. Em seguida, para a taxa de deformação global do cp, foi calculada a média bem como o desvio padrão de todos os passes. A Tabela 8.1 mostra como exemplo, o cálculo para o corpo de prova com 0,55dv.

Tabela 8.1. Exemplo do cálculo da taxa de deformação.

AISI 321										
0,55 dv										
Passo	ho (mm)	hf (mm)	$\varepsilon$	R (mm)	L (mm)	N (RPM)	$\omega$ (rad/s)	v (mm/s)	$\Delta t$ (s)	$\varepsilon'$ (1/s)
1	9,52	9,42	0,01	67,50	2,64	30,00	3,14	212,06	0,01	0,87
2	9,42	9,34	0,01	67,50	2,32	30,00	3,14	212,06	0,01	0,78
3	9,34	9,22	0,01	67,50	2,85	30,00	3,14	212,06	0,01	0,96
4	9,22	9,10	0,01	67,50	2,77	30,00	3,14	212,06	0,01	0,95
5	9,10	8,97	0,01	67,50	3,03	30,00	3,14	212,06	0,01	1,05
6	8,97	8,83	0,01	67,50	3,01	30,00	3,14	212,06	0,01	1,05
7	8,83	8,72	0,01	67,50	2,80	30,00	3,14	212,06	0,01	1,00
8	8,72	8,56	0,02	67,50	3,26	30,00	3,14	212,06	0,02	1,17
9	8,56	8,45	0,01	67,50	2,69	30,00	3,14	212,06	0,01	0,99
10	8,45	8,30	0,02	67,50	3,24	30,00	3,14	212,06	0,02	1,21
11	8,30	8,16	0,02	67,50	3,04	30,00	3,14	212,06	0,01	1,15
12	8,16	8,04	0,01	67,50	2,85	30,00	3,14	212,06	0,01	1,10
13	8,04	7,87	0,02	67,50	3,36	30,00	3,14	212,06	0,02	1,31
14	7,87	7,68	0,02	67,50	3,64	30,00	3,14	212,06	0,02	1,45
15	7,68	7,56	0,02	67,50	2,81	30,00	3,14	212,06	0,01	1,15
16	7,56	7,38	0,02	67,50	3,49	30,00	3,14	212,06	0,02	1,45
17	7,38	7,25	0,02	67,50	3,00	30,00	3,14	212,06	0,01	1,28
18	7,25	7,07	0,02	67,50	3,49	30,00	3,14	212,06	0,02	1,51
19	7,07	7,03	0,01	67,50	1,64	30,00	3,14	212,06	0,01	0,73
20	7,03	6,94	0,01	67,50	2,46	30,00	3,14	212,06	0,01	1,10
21	6,94	6,76	0,03	67,50	3,46	30,00	3,14	212,06	0,02	1,57
22	6,76	6,53	0,03	67,50	3,91	30,00	3,14	212,06	0,02	1,82
23	6,53	6,54	0,00	67,50	3,72	30,00	3,14	212,06	0,02	1,82
24	6,54	6,33	0,03	67,50	3,82	30,00	3,14	212,06	0,02	1,83
25	6,33	6,10	0,04	67,50	3,94	30,00	3,14	212,06	0,02	1,96
26	6,10	6,00	0,02	67,50	2,52	30,00	3,14	212,06	0,01	1,30
27	6,00	5,75	0,04	67,50	4,13	30,00	3,14	212,06	0,02	2,16
28	5,75	5,61	0,02	67,50	3,11	30,00	3,14	212,06	0,01	1,70
29	5,61	5,48	0,02	67,50	2,89	30,00	3,14	212,06	0,01	1,62
									Média $\varepsilon'$ (1/s)	1,29
									Desvio padrão	0,37