

ESTUDO DA MOBILIDADE DAS DISCORDÂNCIAS
NO AÇO AISI 304 ⁽¹⁾

Luis Filipe C. Pedrosa de Lima ⁽²⁾
Paulo Emilio V. de Miranda ⁽³⁾
Sergio Neves Monteiro ⁽⁴⁾

RESUMO

Foram realizadas medidas de atrito interno em amostras de aço inoxidável austenítico tipo AISI 304, à frequência aproximada de MHz e num intervalo de temperatura de 120 a 573K. Os espectros de atrito interno e da frequência de vibração foram obtidos com amostras submetidas a tratamentos termomecânicos específicos. Os espectros de atrito interno apresentaram um pico bem definido a 260K, cuja magnitude é dependente da quantidade de deformação plástica, e um outro bastante largo situado entre 300 e 400K. Ambos se manifestaram somente após deformação plástica tanto em tração uniaxial como em torção. Em amostras deformadas em torção à temperatura do nitrogênio líquido este espectro só é observado após recozimento linear a 400K, devido ao elevado amortecimento decorrente possivelmente de uma transformação de fase que ocorre num intervalo de temperatura próximo à temperatura ambiente. O pico situado a temperatura mais elevada é sensível à recuperação induzida no material por recozimentos lineares.

1. INTRODUÇÃO

A compreensão do comportamento de um material cristalino, como os metais, durante a deformação plástica só pode ser alcançada significativamente, por meio de uma análise baseada no movimento das discordâncias. Isto se deve ao fato de que o deslocamento destes defeitos é causa essencial do escoamento plástico dos cristais. Den-

-
- (1) II Encontro de Tecnologia e Utilização dos Aços Nacionais, Rio de Janeiro, Maio 1987.
(2) Físico, M.Sc., Pesquisador do Instituto de Pesquisas Energéticas, IPEN, Comissão Nacional de Energia Nuclear, CNEN, S.P.
(3) Engenheiro Metalúrgico, M.Sc., D.Sc., Professor Adjunto, PEMP-COPPE/UFRJ.
(4) Engenheiro Metalúrgico, M.Sc., Ph.D., Professor Titular, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMP, Coordenação dos Programas de Pós-Graduação de Engenharia, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, C.P. 68505, Rio de Janeiro, 21945, R.J.

2

BR 8715474
INIS-BR -- 891

tra os diversos mecanismos que podem controlar o movimento das discordâncias, pode-se citar, a sua interação com obstáculos, tais como, a rede cristalina, outras discordâncias ou defeitos pontuais. A identificação dos obstáculos pode ser feita combinando-se tratamentos termo mecânicos específicos com a utilização da técnica de atrito interno (AI), entre outras. Isso permite que se projete novas ligas com maior resistência mecânica ou melhor ductilidade através do controle da participação desses obstáculos. As medidas de atrito interno podem ser realizadas numa faixa ampla de frequências. Para baixas frequências é comum utilizar-se um pêndulo de torção, no qual a amostra em forma de fio é solicitada ciclicamente em torção. Define-se o AI de um metal que sofre deformações cíclicas como a tangente do ângulo de defasagem entre a tensão aplicada e a deformação, sendo esta tangente frequentemente indicada por Q^{-1} , em analogia ao coeficiente de sobre tensão Q de um circuito elétrico.

O comportamento do aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 testado em pêndulos de torção para medidas de atrito interno tem sido avaliado em diferentes condições (1-5). Igata et al. (1) (utilizando frequências médias) observaram três picos após deformação plástica à temperatura ambiente, cujas intensidades aumentavam com a deformação. Estes picos foram interpretados por estes autores (1) como sendo devido à liberação de discordâncias do bloqueio causado por átomos de carbonos de nitrogênio e complexos carbono/nitrogênio. Posteriormente (2) foi observado um novo pico a 360K em amostras pré-deformadas a baixa temperatura, que desaparecia após recozimento a 573K, tendo sido associado à existência de martensita α' . Os testes de A.I. de Lima e Miranda (3) e de Lima et al. (4), realizados com frequência de 1Hz em amostras pré-deformadas plasticamente em tração à temperatura ambiente e a 523K, mostraram, respectivamente, picos a 260K, com energia de ativação igual a 0,75 eV, e, além deste, a

370K, que se mostrou sensível à recuperação induzida nas amostras ao se realizar recozimentos lineares. Por último, pode-se citar o trabalho também recente de Quiroga et al. (5), no qual o estudo do aço inoxidável 304 foi realizado a frequências baixas e médias, após pré-deformações a 80K. Estes autores além de confirmarem resultados anteriores (1), observaram um pico a 360K com as seguintes características: a) aparece somente após pré-deformação a baixa temperatura; b) se recoze durante a medida; c) não é termicamente ativado e d) sua dependência com a quantidade de pré-deformação segue perfeitamente a da fase ϵ , que ocorre na austenita por deformação a frio.

A despeito dos trabalhos mencionados ainda há questões em aberto para uma ampla compreensão do comportamento do aço inoxidável austenítico testado em atrito interno. Isto motivou o presente trabalho que objetiva investigar a evolução dos picos de A.I. do aço AISI 304 pré-deformado em torção à temperatura do nitrogênio líquido e à temperatura ambiente.

2. INSTABILIDADE DA AUSTENITA DEFORMADA

Embora os aços inoxidáveis austeníticos praticamente não sejam susceptíveis a transformação de fases martensíticas por t \acute{e} mpera, como s \grave{a} o os aços comuns, \acute{e} fato conhecido (6) que estes materiais podem sofrer transformações martensíticas quando s \grave{a} o deformados plasticamente em temperaturas baixas (próximas e inferiores à temperatura ambiente). Isto pode ocorrer com maior ou menor intensidade, dependendo da composição química do material e do estado de tensões aplicadas. Através deste fenômeno um aço inteiramente austenítico ao ser deformado plasticamente numa temperatura inferior à temperatura M_d (que \acute{e} a temperatura abaixo da qual ocorre transformação martensítica induzida por deformação) passa a conter também duas outras fases, acbas martensíticas: a fase ϵ (hexagonal compacta) e a fase α' (cúbica

ca de corpo centrado). A quantidade de fase c do aço AISI 304 passa por um máximo (para uma pré-deformação em torno de 5%), decrescendo a partir daí, enquanto o teor de martensita a' cresce continuamente com o aumento do nível de pré-deformação (6,7).

Torna-se, portanto, importante caracterizar o grau de susceptibilidade do aço quanto a sua susceptibilidade a estas transformações de fases. Os elementos que geralmente fazem parte da composição química destes aços e que mais contribuem para a estabilidade da austenita são o manganês, o carbono e o níquel. Como em geral (81) o teor (9) de manganês é fixado em torno de 2%, o níquel e o carbono tornam-se os principais elementos estabilizadores de austenita. Dentre as fases austenita, β e a' , esta última é a única que apresenta característica de ferromagnetismo, o que facilita a sua identificação através de medidas de intensidade magnética no material. Foi utilizando esta técnica que Post e Eberly (8) determinaram empiricamente um parâmetro que denominaram Índice de estabilidade (IE) do material quanto à transformação de martensita induzida por deformação, que é predominantemente fase a' . Este parâmetro foi definido como a diferença entre o teor real de níquel do material e a percentagem de "níquel teórico", que representaria a menor quantidade de níquel suficiente para tornar o aço estável, em função dos outros elementos químicos presentes na sua composição. Assim, quando IE fosse positivo o aço teria níquel equivalente em excesso para garantir a sua estabilidade quanto à transformação martensítica e, em caso contrário, seria instável. Post e Eberly (8) definiram este parâmetro como sendo:

$$IE = \%Ni + 35 \%C + 0,5 \%Mn - 0,0833 (\%Cr + 1,5 \%Mo - 20)^2 - 15 \quad (2.1)$$

onde as percentagens são em peso. Desta forma, considerando a composição média típica (9) de aços inoxidáveis austeníticos tipo 304, 316 e 310, encontram-se valores para o índice de estabilidade iguais

a - 3,16; - 0,12 e 6,17, respectivamente.

O Ms (temperatura abaixo da qual ocorre a transformação martensítica por tempo) da martensita α' no aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 é inferior a 4K (6,7).

O Md de ambas as martensitas (c e α') do aço 304 é igual a 293K, sendo o Ms da fase c inferior a 195K (6,7). Essas fases martensíticas são estáveis à temperatura ambiente no aço 304 (6,7). A martensita c inicia e termina a sua retransformação em austenita entre cerca de 423K e 673K, enquanto a martensita α' o faz entre cerca de 773K e 973K (10,11). Após muita controvérsia na literatura científica, ficou definitivamente comprovado que a fase c surge primeiro (a partir da austenita) e a martensita α' a partir da fase c ; entretanto, embora nucleie-se na fase c , a martensita α' pode crescer às expensas da austenita (7).

3. TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

O aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 investigado foi adquirido na forma de arame trefilado com 1,2mm de diâmetro e apresentou a seguinte composição química em percentagem em peso: C: 0,059; Cr: 17,8; Ni: 7,5; Si: 0,50; Mn: 2,0; Mo: 0,38; P: 0,022; Fe: restante. Os corpos de prova foram tratados termicamente a 1173K durante 600 segundos (encapsulados em tubos de quartzo sob pressão de 0,13Pa) e temperados em água, o que resultou em um tamanho de grão médio de 30 μ m.

Ensaio de torção para pré-deformação foram conduzidos a 77 e a 293K.

As medidas de AI foram efetuadas em um pêndulo de torção invertido a uma frequência de aproximadamente 1Hz, em um intervalo de temperatura de 120 a 573K e a uma taxa de aquecimento igual a 0,02K/s. Utilizou-se o método de decaimento livre para se efetuar as

medidas de AI e da frequência, e a máxima amplitude de deformação superficial por torção foi de $1,3 \times 10^{-1}$.

4. RESULTADOS

A Figura 1 apresenta a curva do AI em função da temperatura para o aço AISI 304 deformado 9% em torção a 77K. A amostra foi em seguida aquecida até à temperatura ambiente para montagem e resfriada a 120K para realização das medidas. Nesta curva observa-se um pico estreito cujo máximo está a 360K. Para valores do AI superiores a 6×10^{-1} , o forte decaimento impediu a realização das medidas tanto de AI, quanto da frequência, Figura 2. Pode-se notar que a curva da frequência em função da temperatura não apresenta uma alteração importante na região de altas temperaturas, em relação à curva a temperaturas baixas.

As Figuras 3 e 4 apresentam as curvas do AI e da frequência, em função da temperatura, respectivamente, obtidas com a amostra deformada 9% em torção a 77K: (a) após montagem; (b) após recozimento linear a 430K e (c) após recozimento linear a 573K. As curvas (a) nestas figuras correspondem à região de baixa temperatura das curvas apresentadas nas Figuras 1 e 2. Se se admitir, pela observação da Figura 1, que o valor do máximo do Q^{-1} seja próximo a 10^{-2} e se comparar este valor aos da curva: (b) da Figura 3, verificar-se-á que o recozimento linear a 430K reduziu o valor de AI, nesta região de temperatura, em cerca de 20 vezes. Já o recozimento linear a 573K afeta o espectro, não só diminuindo o fundo como eliminando o pico situado a cerca de 430K. No que concerne à frequência, curva (b) da Figura 4, a sua variação devida ao recozimento linear a 430K, foi muito pequena, cerca de 1% a 130K.

As Figuras 5 e 6 apresentam as curvas do AI e da frequência, em função da temperatura, respectivamente, obtidas com uma amostra

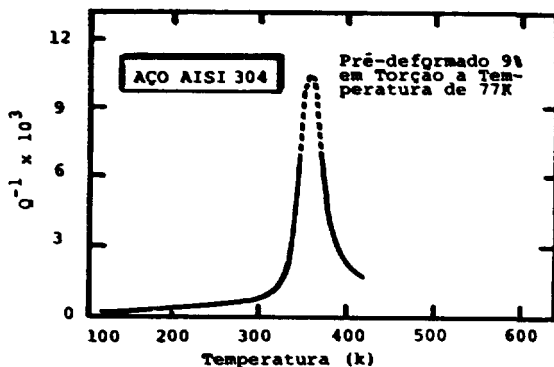


Figura 1 - Espectro do atrito interno em função da temperatura para uma amostra pré-deformada em torção a 77K de 9%, após aquecimento até a temperatura ambiente para montagem.

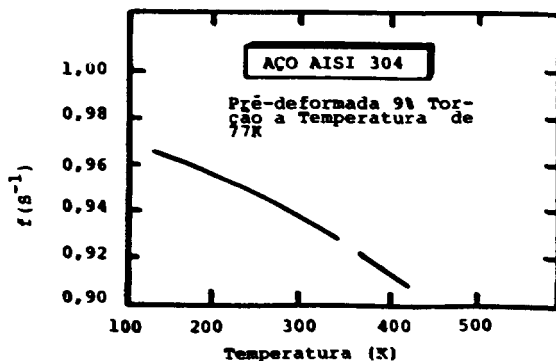


Figura 2 - Espectro da frequência em função da temperatura para uma amostra pré-deformada em torção a 77K de 9%, após aquecimento até a temperatura ambiente para montagem.

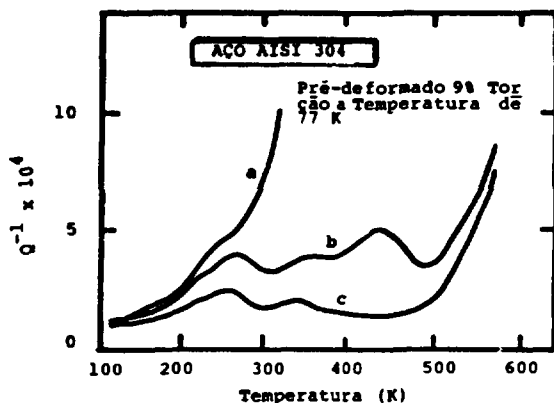


Figura 3 - Espectros do atrito interno em função da temperatura para uma amostra pré-deformada em Torção a 77K de 9%: a) após montagem, b) após recozimento linear a 430K e c) após recozimento linear a 573K.

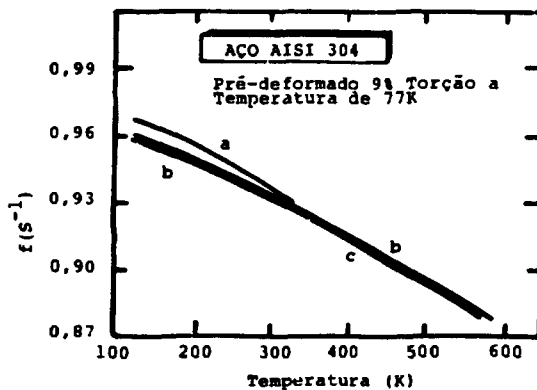


Figura 4 - Espectros da frequência em função da temperatura para uma amostra pré-deformada em Torção a 77K de 9%: a) após montagem, b) após recozimento linear a 430K e c) após recozimento linear a 573K.

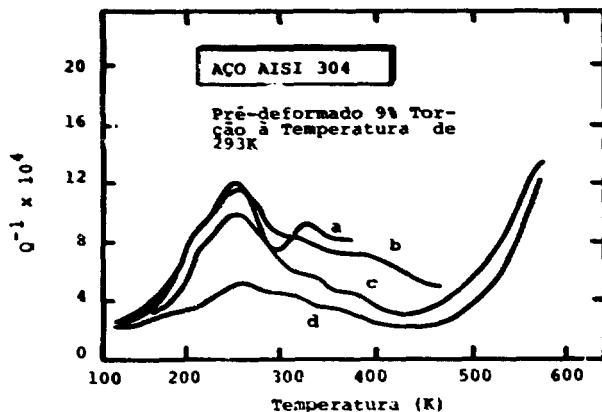


Figura 5 - Espectros do atrito interno em função da Temperatura para uma amostra pré-deformada em Torção a 293K de 9%: a) após montagem, b) após recozimento linear a 373K, c) após recozimento linear a 473K e d) após recozimento linear a 573K.

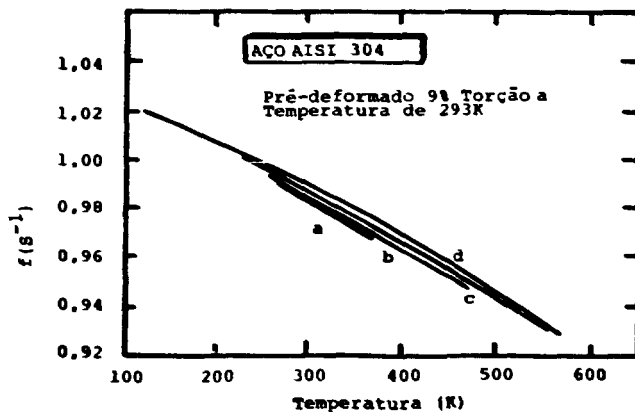


Figura 6 - Espectros da frequência em função da Temperatura para uma amostra pré-deformada em Torção a 293K de 9%: a) após montagem, b) após recozimento linear a 373K, c) após recozimento linear a 473K e d) após recozimento linear a 573K.

deformada 9% em torção à temperatura ambiente: (a) após montagem, (b) após recozimento linear a 373K, (c) após recozimento linear a 473K e, (d) após recozimento linear a 573K. Estes recozimentos, a temperaturas intermediárias, foram realizados para se ter uma idéia sobre a evolução dos espectros do AI e da frequência. Comparando as curvas (a) e (b) da Figura 5, observa-se que o recozimento a 373K já provoca alterações, principalmente na região acima de 300K, e é nesta região que o espectro do AI sofre as maiores variações como se observa na Figura 3. A evolução das curvas da frequência confirma este fato. Finalmente, a comparação das curvas c e d, das Figuras 3 e 5, respectivamente, mostra que as amostras, apesar de terem sido deformadas a temperaturas diferentes, respondem de maneira análoga, em termos de AI, após o recozimento linear a 573K.

5. DISCUSSÃO

Os resultados apresentados nas Figuras 3 e 5, confirmam aqueles obtidos com a mesma quantidade de deformação em tração a 523K (Figura 3 de [4]) no que concerne ao efeito significativo da deformação plástica. Comparando os espectros de AI em função da temperatura para as amostras deformadas em torção a 77K (Figuras 1 e 3) e a 293K (Figura 5), e em tração a 523K (Figura 3 de [4]), pode-se constatar que: (a) a deformação a baixa temperatura cria uma microestrutura que contribui para uma importante absorção de energia ($Q^{-1} \sim 10^{-2}$) a 360K, embora a frequência (módulo de elasticidade dinâmico) Figura 2, evolua moderadamente, (b) considerando a curva da amostra deformada a 77K, após o recozimento linear a 430K, curva b da Figura 3, observa-se que os espectros das três amostras apresentam um pico bem definido a 260K e uma região entre 300 e 480K, onde existe a superposição de, pelo menos, dois picos, (c) a deformação à temperatura ambiente é a mais eficiente no que concerne ao desenvolvimento do pico

a 260K, pois sua altura é cerca de três vezes a dos correspondentes, criados por deformação a 77 e 523K, (d) a deformação a 77K induz no material uma microestrutura que favorece o aparecimento de um pico a cerca de 430K, que não aparece após deformações a temperaturas mais elevadas e, (c) o recozimento linear a 573K provoca uma alteração na microestrutura de tal forma que os espectros evoluem para uma forma comum, caracterizada pela diminuição do pico a 260K e desaparecimento quase que total dos picos situados acima de 300K.

Os resultados dos trabalhos realizados pelo grupo dos autores do presente trabalho, [3] e [4], pelo grupo de Igata, [1], [2] e pelo grupo de Quiroga [5], evidenciam a complexidade dos fenômenos responsáveis pelos espectros observados. Para facilitar a análise é interessante abordar estes efeitos separadamente, para então tentar uma possível correlação. Assim, pode-se dividir o espectro em dois, correspondentes aos intervalos de temperatura, de 120 a 300K e acima de 300K. Além disto, considerar-se-á isoladamente o pico, cujo máximo se situa a 360K, observado após a deformação a baixa temperatura.

Intervalo de 120 a 300K - Neste intervalo, embora existam pelo menos dois picos, Igata et al. [1] observaram três, o mais importante é o que se situa a 260K. Ele aparece sempre após deformação plástica e sua intensidade cresce com a quantidade de deformação até um certo valor de saturação [1], [2], [3] e [4]. Além disso, sua intensidade e sua evolução, face aos recozimentos lineares, são funções, tanto da temperatura como do modo de deformação. Assim, é difícil, no estágio atual, ir além do que concluíram alguns autores [3], [5], de que este processo de relaxação é devido à interação entre discordâncias e defeitos pontuais, na fase γ .

Intervalo acima de 300K - Neste intervalo aparecem, pelo menos dois picos e um fundo que cresce acentuadamente a partir de 500K. A deformação a baixa temperatura é responsável pela criação de um novo

pico a 440K, Figura 3, não citado na literatura. Todos estes picos sofrem sensível redução ao se recuperar o material, o que sugere que este comportamento seja um efetivo rearranjo microestrutural devido ao recozimento linear a 573K (Figuras 3 e 5). Recozimentos lineares intermediários também provocam modificações no espectro, tanto neste intervalo de temperatura, como a temperaturas mais baixas como ilustra a Figura 5. Nesta faixa de temperatura (300 a 573K) pode ocorrer, tanto um rearranjo de discordâncias, como migração de defeitos pontuais e transformações de fases, o que dificulta a análise do espectro total, sem a utilização de técnicas complementares.

Máximo a 360K - Este pico apareceu após deformação plástica em torção a 77K. Embora a elevada absorção de energia não tenha permitido a sua observação completa, o valor do atrito interno correspondente ao seu máximo situado a 360K, Figura 1, é de aproximadamente 10^{-2} . Sua largura é inferior à de um pico de Debye e, é suficiente um recozimento linear a 410K, para a sua eliminação, curva (b) da Figura 3. Portanto, este pico deve ser devido a uma transformação microestrutural. É bem sabido que a deformação plástica do aço 304, a baixa temperatura, pode induzir duas fases martensíticas, a fase c (hc) e a fase α' (ccc). A estabilidade destas fases, em função do envelhecimento, foi estudada por Mangonon e Thomas [6,7], utilizando a difratometria de Raios-X. Foi observado [10,11] que a fase c começava a desaparecer a partir do envelhecimento a 423K, o que sugeria a reversão à fase γ se iniciando a esta temperatura. No presente caso, o início das alterações ocorre logo após a temperatura ambiente e, além disso, em geral, uma transformação de fase é acompanhada de uma variação importante do módulo de elasticidade, ou seja, da frequência, que não se verificou na Figura 2. Observou-se [6,7] que a fase c era hexagonal ao invés de cfc, contendo alta densidade de falhas distribuídas ao acaso. Assim sendo, é possível que o modo de deforma-

ção (tração) favoreça a primeira (fase ϵ) e o de torção, a segunda (fase α'). Nesse caso, o que se observou estaria ligado à recombinação das parciais em discordâncias inteiras, devido ao aumento da energia de falha de empilhamento com a temperatura ou simplesmente com o alívio de tensões. A constrictão de discordâncias parciais, entretanto, pode representar um início de retransformação de fase ϵ em austenita.

Este pico parece corresponder aos picos X e HT, observados por Igata et al. [2] e por Quiroga et al. [5], respectivamente, à mesma temperatura. Embora, no presente trabalho, a sua intensidade tenha sido maior, os modos de deformação foram diferentes; o grupo de Igata, deformou em tração (quantidade de deformação comparável) a 77K, e o de Quiroga, laminou as amostras a 80K. Este último, como já foi citado na introdução, verificou que: o pico aparece somente após laminação a baixa temperatura, se recoze durante a medida, não é termicamente ativado e sua dependência com a quantidade de deformação segue perfeitamente a da fase ϵ , observada por Magonon e Thomas [6,7]. Estes fatos levaram à conclusão que ele é sensível à recuperação da microestrutura deformada, na qual estão presentes as fases ϵ e α' , além da γ . Por outro lado, o grupo de Igata que também utilizou a difratometria de Raios-X, não observando a fase ϵ , associou este pico à fase α' .

6. CONCLUSÃO

Medidas de atrito interno realizadas em amostras de um aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 mostraram a existência de vários picos, que só se manifestam após deformação plástica prévia do material. Um deles, a 360K, só aparece após deformação plástica a baixa temperatura, não é um pico de relaxação e foi associado à recuperação da subestrutura deformada, provavelmente à recombinação das

discordâncias parciais na fase γ . Um outro pico é bem definido a 260K (1Hz), cuja magnitude depende da quantidade da pré-deformação a que foi submetida a amostra, e cujo mecanismo responsável, está associado à interação de discordâncias com pares de defeitos pontuais na fase γ . Na região entre 300 e 480K, apresenta-se um complexo de pelo menos dois picos e até mais um, a 430K, se a deformação for a baixa temperatura. Todos estes picos são sensíveis à recuperação induzida no material ao se realizar recozimentos lineares até 573K. A exata definição dos mecanismos correspondentes a cada um destes picos ainda necessita de experiências seletivas em condições particulares.

7. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o CNPq, a FINEP e o CEPG/UFPRJ pelo apoio financeiro a essa pesquisa.

8. BIBLIOGRAFIA

- [1] Igata, N., Chen, H.B., Miyahara, K. e Uba, T., "Relaxation Peaks of Cold Worked 304 L Stainless Steel", J. de Physique, vol. 42, pp. C5. 193-198, 1981.
- [2] Igata, N., Chen, H.B. e Miyahara, K., "An Internal Friction Peak due to α' Martensite in a 304 L Stainless Steel Deformed at Low Temperatures", Scripta Metall., vol. 16, pp. 1039-1042, 1982.
- [3] Lima, L.F.C.P. e Miranda, P.E.V., "Study of Hydrogen Influence on the Dislocation Mobility in 304 Stainless Steel", J. de Physique, vol. 46, pp. C10. 135-138, 1985.
- [4] Lima, L.F.C.P., Miranda, P.E.V. e Monteiro, S.N., "Bloqueio de discordâncias por Defeitos Pontuais no Aço AISI 304", Anais do 7º CBECIMAT, Florianópolis, pp. 257-260, Dezembro 1986.
- [5] Quiroga, J., Ghilarducci de Salva, A., Mondino, M., Lamagna, A. e Caro, J.A., "Anelastic Behaviour of Cold Rolled 304 L Stainless Steel", J. de Physique, vol. 46, pp. C10 661-664, 1985.
- [6] Mangonon, P.L. Jr. e Thomas, G., Metall. Trans., vol. 1, pp. 1577, 1970.
- [7] Mangonon, P.L. Jr. e Thomas, G., Metall. Trans., vol. 1, pp. 1587, 1970.
- [8] Post, C.B. e Eberly, W.S., "Stability of Austenite in Stainless Steels", Trans. A.S.M., vol. 39, pp. 868-890, 1947.
- [9] Norma ABNT NBR 5601, "Aços Inoxidáveis. Classificação por Composição Química", Julho 1981.
- [10] Holsworth, M.L. e Louthan, Jr., M.R., "Hydrogen-Induced Phase Transformations in Type 304 L Stainless Steels". Corrosion-NACE, vol. 24, nº 4, pp. 110-124, 1968.

- [11] Reed, R.F., "The Spontaneous Martensitic Transformations in 18% Cr, 8% Ni Steels", Acta Met., vol. 10, pp. 865-877, 1962.

ABSTRACT

Interval Friction, IF, measurements were carried out in a type AISI 304 austenitic stainless steel at approximately 1 Hz of frequency in the temperature interval from 120 to 573K. The IF spectra and the vibration frequency were obtained in samples which had gone through specific heat treatment. The results showed IF spectra with a well defined peak at 260K. The intensity of this peak depends on the amount of plastic deformation previously introduced in the sample. Another broad peak was detected between 300 and 400K. Both peaks could only be detected after plastic deformation whether torsion or uniaxial tension. In torsionally deformed samples at liquid nitrogen temperature, 77K, the IF spectrum is observed only after linear annealing at 400K. This apparently results from a high damping due to possible phase transformation which occurs around room temperature. The broad peak at higher temperature is sensitive to recovery induced by linear annealings.