

# AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 304L VIA NANOINDENTAÇÃO

Carolline Serafim da Silva <sup>1</sup>

Camila Oliveira de Souza <sup>2</sup>

Andrey de Moraes Barcelos Casanova <sup>2</sup>

Rodolfo da Silva Teixeira <sup>2</sup>

Juciane Maria Alves <sup>2</sup>

Andersan dos Santos Paula <sup>2</sup>

Luiz Paulo Mendonça Brandão <sup>2</sup>

## Resumo

Avaliou-se o comportamento mecânico do aço inoxidável austenítico 304L submetido à transformação martensítica induzida por deformação plástica com percentuais distintos durante a laminação a frio à temperatura ambiente e após tratamento térmico de recozimento, para reversão da martensita em austenita, em duas condições: 800 °C e 750 °C por 1 min. As propriedades mecânicas foram mensuradas via nanoindentação instrumentada com cargas máximas de ensaio de 1 e 20 gf e a evolução microestrutural, quanto a presença de martensita  $\alpha'$ , foi avaliada ao longo das etapas de processamento pela técnica de ferritoscopia. Observou-se incremento das propriedades mecânicas após processo de laminação a frio quando comparadas à condição como recebida e tendência de estabilização quando comparadas entre si. Amostras do aço 304L tratadas à 800 °C por 1 min obtiveram incrementos mais significativos nas propriedades mecânicas devido a alterações microestruturais mais acentuadas.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável austenítico; Efeito TRIP; Martensita; Nanoindentação.

## MECHANICAL BEHAVIOR EVALUATION OF 304L AUSTENITIC STAINLESS STEEL VIA NANOINDENTATION

### Abstract

The mechanical behavior of 304L austenitic stainless steel 304L was evaluate after transformation induced plasticity during cold rolling at room temperature up distinct thickness reduction and after annealing heat treatment, for reversion of the martensite in austenite, in two conditions: 800 °C and 750 °C during 1 min. The mechanical properties were measured via instrumented nanoindentation with distinct maximum loads (1 and 20 gf) and the microstructural evolution was evaluated along the processing stages by ferritoscopy. It was observed an increase of the mechanical properties after the cold rolling process when compared to the condition as received and the tendency of stabilization when compared to each other. Samples of 304L steel treated at 800 °C for 1 min showed more significant increases in mechanical properties due to more pronounced microstructural changes.

**Keywords:** Austenitic stainless steel; TRIP effect; Martensite; Nanoindentation.

## I INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis, graças à sua composição química, principalmente quanto a presença de cromo, apresentam resistência à corrosão superior à dos aços convencionais [1]. Além disso, este tipo de aço é classificado em função da microestrutura estável à temperatura ambiente que, por

sua vez, depende da quantidade de elementos de liga utilizados. Os aços inoxidáveis austeníticos constituem a classe de maior relevância devido às vastas alternativas de aplicações e propriedades, com destaque para as séries “Cr-Ni” e Cr-Mn”, referenciadas como “série 300” e “série

<sup>1</sup> Companhia Siderúrgica Nacional – CSN, Porto Real, RJ, Brasil. E-mail: [serafim.carolline@gmail.com](mailto:serafim.carolline@gmail.com)

<sup>2</sup> Seção de Engenharia Mecânica e de Materiais, Instituto Militar de Engenharia – IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

\*Versão revisada de trabalho apresentado na ABM Week 2017, de 2 a 6 de outubro de 2017, São Paulo, SP, Brasil.



200", respectivamente. Ambos os tipos possuem boa conformabilidade e resistência à corrosão [2]. Outro aspecto interessante sobre estes aços é a possibilidade de sua microestrutura austenítica, estável a temperatura ambiente, se transformar em martensita induzida por deformação plástica, o chamado efeito TRIP. Tal efeito, fortemente dependente da composição química do aço, das condições de deformação (tipo, quantidade, taxa e temperatura), e da Energia de Falha de Empilhamento (EFE) [3], fornece um aprimoramento na capacidade de trabalho plástico e na resistência mecânica destes aços, garantindo uma excelente capacidade de absorção de energia [4]. No entanto, quando se deseja uma combinação de resistência mecânica e ductilidade, outros métodos são empregados de modo a obter refinamento de grãos. Uma recente alternativa de obter grãos ultrafinos em escala nanométrica está associada ao conceito de reversão martensítica. O tratamento termomecânico de reversão envolve deformação a frio da austenita metaestável para gerar martensita induzida por deformação plástica seguida de tratamento térmico de recozimento adequado, em temperatura inferior à da recristalização, resultando em um refino de grão significativo da microestrutura austenítica [5;6]. Como consequência, a obtenção de propriedades mecânicas substancialmente superiores, tais como aproximadamente 80% no limite de escoamento com redução de apenas 20% no alongamento além do desaparecimento da anisotropia das propriedades [7].

Uma forma de avaliar as propriedades mecânicas obtidas por este processamento envolve ensaios de nanoindentação instrumentada. Tal técnica foi empregada no estudo de Misra et al. [8] para avaliar o aço inoxidável austenítico 301LN no estado como recebido (grãos grosseiros) e após tratamento termomecânico de reversão (grãos nanométricos), suportada por observações da evolução microestrutural via microscopia eletrônica de transmissão (MET). Constatou-se que a dureza do aço austenítico com grão refinado após tratamento de reversão era superior à do aço inicial e que esses valores eram, em magnitude, mais elevados em relação aos encontrados em macrodureza devido à área utilizada no cálculo da dureza e a suposição que o contato seja puramente elástico durante a indentação.

O presente trabalho visou avaliar a evolução das propriedades mecânicas e aspectos estruturais por intermédio de ensaios de nanoindentação instrumentada e medidas de ferritoscopia em amostras coletadas ao longo das etapas do processamento, do aço 304L laminado em diferentes percentuais de redução, para induzida a formação de martensita  $\alpha'$ , e posteriormente recozido, para reversão da martensita  $\alpha'$  em austenita.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo foi proveniente de chapas laminadas a quente de aço inoxidável austenítico 304L com aproximadamente 6,35 mm de espessura (amostra CR), o qual

foi laminado à temperatura ambiente até 8, 10 e 12 passes com, aproximadamente, 10% de redução na espessura. Os tratamentos térmicos de recozimento para avaliar o potencial de reversão da martensita  $\alpha'$  em austenita foram realizados, em um forno tipo mufla nas amostras laminadas, em duas condições: 750 °C e 800 °C por 1 min e resfriadas ao ar.

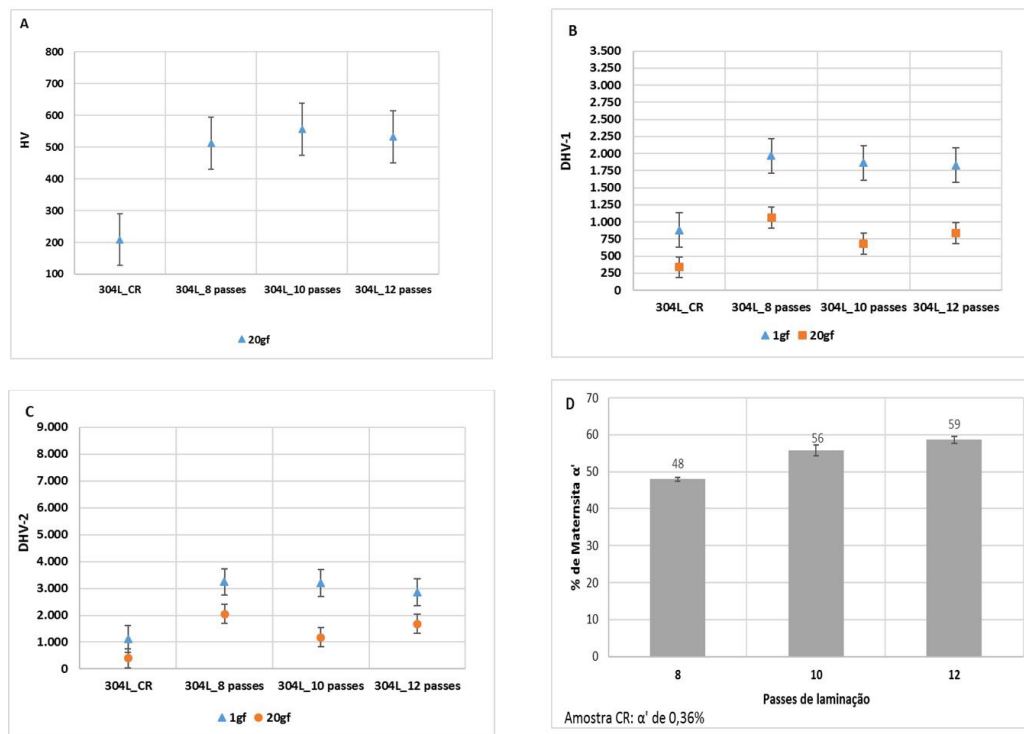
Os ensaios de nanoindentação instrumentada foram realizados à temperatura ambiente em um ultramicrodurômetro instrumentado com indentador Vickers (marca Shimadzu, modelo DUH-211S) adotando-se cargas máximas de 1 gf e 20 gf. As análises foram conduzidas na seção da espessura das amostras em estudo, direção de laminação, com 10 medidas ao longo de  $1/4$  da espessura, após preparação da superfície lixada e polida eletroliticamente com solução composta por álcool etílico PA e ácido perclórico na proporção em volume 4:1, tensão de 25 V e tempo de imersão entre 10 e 15 s. Com a técnica de nanoindentação instrumentada é possível extrair, dentre outras propriedades, a dureza clássica (HV), elasto-plástica (DHV-1) e plástica (DHV-2). A primeira avalia a dureza convencional do material, ou seja, a medida das diagonais da indentação, em função da carga máxima aplicada, após a completa remoção do indentador. As outras duas correlacionam, respectivamente, a força máxima aplicada à profundidade máxima de indentação e à profundidade associada ao perfeito retorno elástico em função da carga máxima aplicada.

A evolução microestrutural, por intermédio das frações de martensita  $\alpha'$  induzida por deformação e revertida no recozimento, foi avaliada com auxílio do ferritoscópio, FISCHER - FMP30 de sonda manual, ao longo de duas linhas paralelas na direção de laminação (DL) na superfície das chapas das condições em estudo.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A nanoindentação instrumentada foi empregada com o objetivo de avaliar a evolução das propriedades mecânicas em função das alterações microestruturais das amostras em função da rota de processamento adotada. Na Figura 1 são apresentadas as distintas durezas medidas (HV, DHV-1 e DHV-2) e respectivas frações de martensita  $\alpha'$  detectada por ferritoscopia nas amostras do aço 304L com cargas de 1 gf e 20 gf após serem submetidas a distintos percentuais de deformações na laminação, em função de 8, 10 e 12 passes com 10% de redução na espessura a cada passe.

Com base na Figura 1 (A, B e C), verificou-se um incremento das durezas clássica (HV), elasto-plástica (DHV-1) e plástica (DHV-2) com a deformação quando se compararam as amostras CR e laminada a frio até o 8º passe de laminação. Porém esta diferença de valores das propriedades não é tão significativa entre as amostras laminadas a frio com diferentes passes de deformação. Tendência similar é observada em relação ao percentual de martensita  $\alpha'$  em função da redução a frio, sugerindo que a transformação martensítica tenha se



**Figura 1.** Propriedades mecânicas de dureza clássica – HV (A); dureza dinâmica elastoplástica - DHV-1 (B); dureza dinâmica plástica - DHV-2 (C), todas extraídas via nanoindentação e valores percentuais (médias e desvio padrão) de martensita induzida por deformação do aço 304L para distintos percentuais de redução na laminação a frio (D); unidade de medida grama força - gf.

aproximado da saturação e, por isso, influenciando cada vez menos na dureza do material. Observa-se que não houve uma amplitude considerável entre as medidas dos percentuais de martensita  $\alpha'$ . Shirdel et al. [4] observaram tendência de incremento da dureza com o progresso da deformação em um aço 304L laminado a frio até 65% de redução em espessura, o qual foi justificado pelo aumento da densidade de discordâncias e formação de martensita. De mesmo modo, foi observado um declínio neste incremento a partir de, aproximadamente 30% em redução de espessura devido à redução da taxa de transformação martensítica, sugerindo que a evolução da dureza seja mais dependente do progresso da transformação induzida por deformação plástica do que da densidade de discordâncias [4]. Similarmente, no trabalho de Rezaee et al. [9] com o aço 201 a saturação da transformação martensítica aconteceu em torno de 35% de redução a frio e isto pode ter acontecido devido ao aumento da geração de calor adiabático, o qual resulta em um aumento da estabilidade da austenita e reduz a densidade dos sítios preferenciais de nucleação de martensita, tais como falhas de empilhamento, bandas de deslizamento e suas interseções [10].

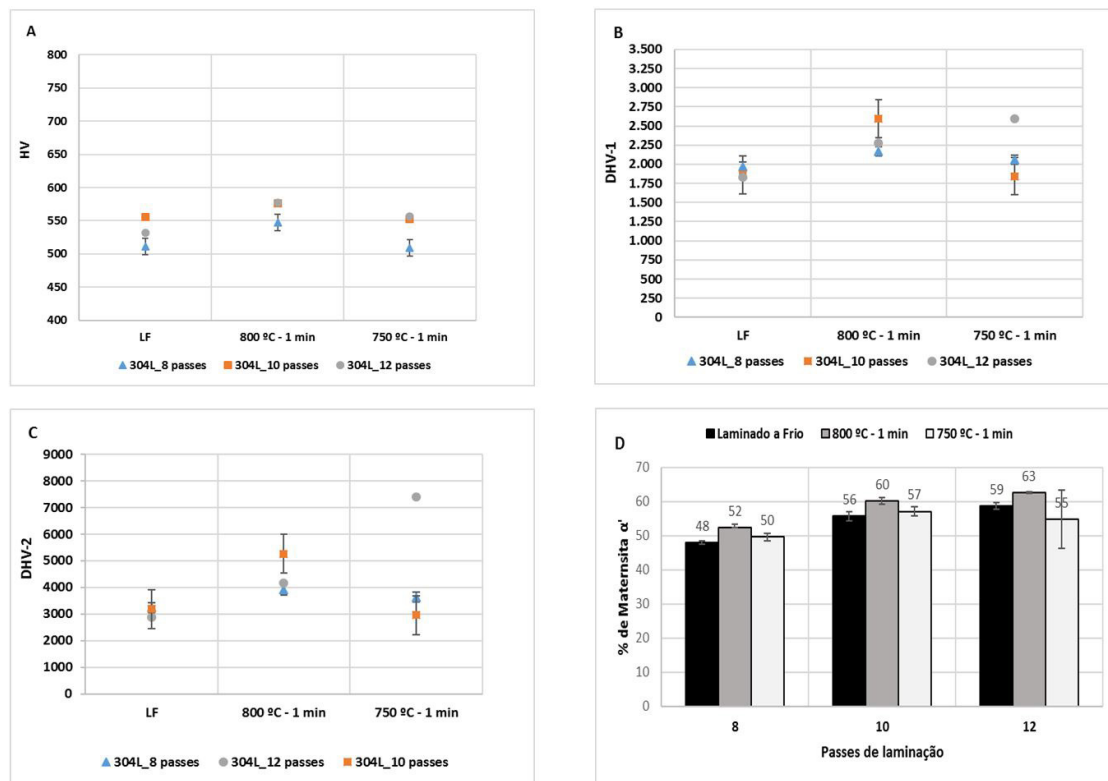
Os resultados obtidos com 1 gf nas amostras tratadas termicamente à 800 °C e 750 °C por 1 min são mostrados na Figura 2.

As amostras recozidas foram avaliadas via nanoindentação instrumentada e por ferritoscopia para buscar evidências da

evolução das propriedades mecânicas que possam indicar a ocorrência da transformação de reversão de martensita em austenita devido as temperaturas de encharque adotadas (750 e 800 °C) por 1 min.

Observa-se nas Figuras 2 (A, B e C) que a amostra do aço 304L recozida à 800 °C por 1 min proveniente da amostra laminada até 8 passes de redução obteve durezas HV, DHV-1 e DHV-2 levemente superiores à da amostra laminada a frio e da amostra tratada termicamente à 750 °C. Tendência similar foi observada no aço 304L laminado até 10 passes de redução e tratado termicamente. Por outro lado, embora o tratamento térmico à 800 °C por 1 min tenha favorecido o incremento da dureza clássica nas amostras laminadas até 12 passes de redução, foi o tratamento térmico à 750 °C por 1 min determinante no acréscimo nos valores das durezas dinâmicas (DHV-1 e DHV-2).

Os resultados das propriedades mecânicas foram comparados com os da ferritoscopia (Figura 2D). Na Figura 2D observa-se que percentuais superiores de fase ferromagnética, atribuídos a martensita  $\alpha'$  neste material, foram detectados nas amostras tratadas termicamente à 800 °C por 1 min e que não houve uma amplitude considerável nos seus valores, apesar do erro associado a eles ter sofrido um incremento. Assim os ciclos térmicos adotados nos tratamentos térmicos podem ter propiciado dois processos concomitantes: o início da reversão de martensita para austenita, bem como uma redução da densidade de discordâncias por meio da



**Figura 2.** Propriedades mecânicas de dureza clássica – HV (A); dureza dinâmica elasto-plástica - DHV-I (B); dureza dinâmica plástica - DHV-2 (C), todas extraídas via nanoindentação e valores percentuais (médias e desvio padrão) de martensita induzida por deformação do aço 304L tratado termicamente; laminado a frio - LF.

recuperação da estrutura encruada da austenita retida e martensita  $\alpha'$  induzida na laminação. Como a ferritoscopia é uma técnica baseada na permeabilidade magnética das fases ferromagnéticas presentes no material, esta é perturbada por distorções na rede cristalina, tais como discordâncias, reduzindo assim a capacidade de detecção destas [11].

## 4 CONCLUSÕES

Pode-se concluir deste estudo sobre o comportamento mecânico via nanoindentação instrumentada após a formação de martensita induzida por deformação e sua reversão no aço inoxidável austeníticos 304L:

- As durezas clássica (HV), elasto-plástica (DHV-I) e plástica (DHV-2) das amostras laminadas a frio até o 8° passe de redução se mostraram substancialmente superiores às das amostras CR, porém, esta evolução não foi tão significativa entre as amostras laminadas a frio nos três estágios, sugerindo que a transformação martensítica tenha se aproximado da saturação.
- O incremento da dureza clássica e das durezas dinâmicas apresentaram comportamentos diferentes em função da temperatura dos tratamentos térmicos empregados.

- De um modo geral, amostras tratadas à 800 °C por 1 min obtiveram incrementos mais significativos na dureza e percentual superior de fase ferromagnética detectada, atribuída a martensita  $\alpha'$ , nas medidas de ferritoscopia, possivelmente, devido a alterações estruturais promovidas (reversão e da recuperação da estrutura encruada) pela maior temperatura de encharque no tratamento térmico.

## Agradecimentos

Os autores agradecem as bolsas concedidas ao PGCM/IME pela CAPES (mestrado concluído de C.S.S. e doutorado em curso de A.M.B.C.), pelo CNPq (mestrado concluído de R.S.T., doutorado em curso de C.O.S. e bolsa de produtividade a pesquisa – PQ-2 de A.S.P – Processo 307798/215-1) e pela FAPERJ - Aluno Nota 10 (doutorado em curso de J.M.A), à Aperam South America pela doação dos materiais em estudo, ao Laboratório de Caracterização de Materiais Multiusuários no Instituto de Ciências Exatas (ICEx) e a Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR) da UFF pela disponibilização de uso do ultramicrodurômetro instrumentado e do ferritoscópio.

## REFERÊNCIAS

- 1 Lo KH, Shek CH, Lai JKL. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering*. 2009;65:39-104.
- 2 Oshima T, Habara Y, Kuroda K. Efforts to save nickel in austenitic stainless steels. *ISIJ International*. 2007;12:359-362.
- 3 Behjati P, Kermanpur A, Najafizadeh A. Application of martensitic transformation fundamentals to select appropriate alloys for grain refining through martensite thermomechanical treatment. *Metallurgical and Materials Transactions*. 2013;44:3524-3530.
- 4 Shirdel M, Mirzadeh H, Parsa MH. Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect. *Materials Characterization*. 2015;103:150-161.
- 5 Shin HC, Ha TK, Chang W. Kinetics of deformation induced martensitic transformation in a 304 stainless steel. *Scripta Materialia*. 2001;45(7):823-829.
- 6 Ghosh SK, Mallick P, Chattopadhyay PP. Effect of reversion of strain induced martensite on microstructure and mechanical properties in an austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*. 2011;46:3480-3487.
- 7 Hamada AS, Kisko AP, Sahu P, Karjalainen LP. Enhancement of mechanical properties of a TRIP-aided austenitic stainless steel by controlled reversion annealing. *Materials Science and Engineering A*. 2015;628:154-159.
- 8 Misra RDK, Zhanga Z, Jia Z, Venkatsuryaa PKC, Somanib MC, Karjalainenb LP. Nanoscale deformation experiments on the strain rate sensitivity of phase reversion induced nanograined/ultrafine-grained austenitic stainless steels and comparison with the coarse-grained counterpart. *Materials Science and Engineering A*. 2012;548:161-174.
- 9 Rezaee A, Kermanpur A, Najafizade A, Moallemi M. Production of nano/ultrafine grained AISI 201L stainless steel through advances thermo-mechanical treatment. *Materials Science and Engineering A*. 2011;528:5025-5029.
- 10 Rezaee A, Kermanpur A, Najafizadeh A, Moallemi M, Samaei Baghbadorani H. Investigation of cold rolling variables on the formation of strain-induced martensite in 201L stainless steel. *Materials & Design*. 2013;46:49-53.
- 11 Talonen J, Aspegren P, Hänninen H. Comparison of different methods for measuring strain induced  $\alpha'$ -martensite content in austenitic steels. *Materials Science and Technology*. 2004;20:1506-1511.

Recebido em: 20 Nov. 2017

Aceito em: 19 Set. 2018