CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NA CINÉTICA DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇO ESTABILIZADO AO NIÓBIO

Ecliton Jose da Silva Medeiros

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais (PPEMM), do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

Rio de Janeiro
Dezembro de 2024

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NA CINÉTICA DA TRANSFORMÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇO ESTABILIZADO AO NIÓBIO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais (PPEMM), do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Ecliton Jose da Silva Medeiros

Banca Examinadora:

Presidente, Professor Dr. Humberto Nogueira Farneze (CEFET/RJ) (Orientador)

Professor Dr. Sérgio Souto Maior Tavares (UFF)

Professor Dr. Pedro Soucasaux Pires Garcia (UERJ)

Engenheiro Dr. Cássio Barbosa (INT)

Rio de Janeiro
Dezembro de 2024

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

M488 Medeiros, Ecliton Jose da Silva
Influência da temperatura de solubilização na cinética da transformação martensítica em aço estabilizado ao nióbio / Ecliton Jose da Silva Medeiros. — 2024.
107f. : il. color. , enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2024.
Bibliografia : f. 101-107
Orientador: Humberto Nogueira Farneze

1. Aço inoxidável austenítico. 2. Aço inoxidável austenítico – Efeito da temperatura. 3. Martensita. 4. Deformações (Mecânica). I. Farneze, Humberto Nogueira. (Orient.). II. Título.

CDD 669.95142

Elaborada pela bibliotecária Tania Mello – CRB/7 nº 5507/04

AGRADECIMENTOS

Sou grato a Deus por ter me dado resiliência e permitido ter sucesso nas lutas do cotidiano e, ao concluir este trabalho, conquistar mais um sonho.

Ao meu pai José Faustino (in memoriam), minha mãe Zilda Maria e irmã Diana Rosa que tanto incentivaram ao longo dessa minha jornada a estudar para ter oportunidade de melhorar de vida.

A minha amada esposa Négima e aos meus filhos Pedro e Gabriel por estarem comigo nos momentos difíceis, compartilhar momentos de alegria, serem um excelente motivo para transpor os obstáculos e buscar novas conquistas e; também, por terem paciência, dar suporte e ter compreensão.

Aos familiares, amigos e afilhados Polyana e Eduardo pelo apoio.

Aos meus sogros Joanes de Oliveira Dias e Maria Nupciana Silva Dias, cunhados Joanes Silva Dias e Philippe Moneda pelas conversas que me encorajaram a fazer o mestrado.

Aos amigos do trabalho Paulo Roberto Rodopiano (in memoriam), Sergio Figueiredo, Juan Cabanas, Clóvis Ribeiro, Pedro Muniz, Felipe Bastianelli, Marcelo Guimarães, Marcelo Tavares e Robson Luiz pelo estímulo que deram na realização da inscrição na seleção para o mestrado e apoio durante a realização do curso.

Ao prof. Humberto Nogueira Farneze (D.Sc.) por ser um orientador dedicado, atencioso e por não medir esforços para dar suporte durante o desenvolvimento desta dissertação

Aos professores Jôneo Lopes do Nascimento (in memoriam) e Hector Reynado (D.Sc.) por compartilharem seus conhecimentos.

Aos professores Pedro Soucasaux Pires Garcia (D.Sc.) da Universidade Estadual do Rio de Janeiro (UERJ) e Jose Marcus Sasaki (D.Sc.) da Universidade Federal do Ceará por compartilharem seus saberes nas análises de DRX.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia (INT) pelo uso de sua infraestrutura.

Ao Instituto Militar de Engenharia (IME) pelo uso de sua infraestrutura para realizar a análise de DRX e a professora Talita Gama (D.Sc.) por compartilhar seu conhecimento e tempo.

À Universidade Federal Fluminense (UFF) pela utilização de suas instalações e equipamentos, aos professores Juan Manoel Pardal (D.Sc) e Gerônimo Perez (D.Sc.) e a pesquisadora Brígida Almeida (D.Sc.) por compartilharem seus conhecimentos e tempo.

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) pelas suas instalações, laboratórios e infraestrutura e principalmente aos professores e técnicos pela excelente formação acadêmica.

RESUMO

Influência da Temperatura de Solubilização na Cinética da Transformação Martensítica em Aço Estabilizado ao Nióbio.

O aço AISI 347 é um aço inoxidável austenítico (AIA) o qual contém nióbio como elemento estabilizador. Desta maneira, este tipo de material pode ser selecionado para serviços em temperaturas elevadas onde os aços AISI 304 e 304L experimentam o fenômeno de sensitização. Nesta família de aços inoxidáveis, diversas pesquisas tiveram como objetivo o estudo do efeito da transformação martensítica por deformação plástica a frio, fundamentalmente nos aços AISI 304, AISI 316 e recentemente no AISI 321, mas existem poucas referências de análises intrínsecas desta transformação no aço AISI 347. Neste contexto, este trabalho avaliou os efeitos microestruturais produzidos pela laminação a frio, com diferentes valores de deformação verdadeira, no aço inoxidável austenítico AISI 347, em amostras inicialmente solubilizada a 1100ºC e 1200ºC, e estabilizadas a 950ºC. As alterações microestruturais foram caracterizadas com auxílio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), permeabilidade magnética e difração de raios-X. Os resultados denotaram uma aceleração da cinética da transformação martensítica nas amostras previamente solubilizadas à temperatura de 1100ºC (S11E) quando comparadas com as amostras da solubilização realizada à temperatura de 1200ºC (S12E). Observou-se também maior presença de precipitados de carboneto de nióbio (NbC) e em maior tamanho e quantidade no grupo de amostras S11E.

Palavras-chave: AISI 347; Deformação plástica a frio; Martensita induzida por deformação.

ABSTRACT

The Influence of the Solubilization Temperature on the Kinetics of the Martensitic Tranformation in Niobium-Stabilized Steel.

The AISI 347 is an austenitic stainless steel (AIA) that contains niobium as a stabilising element, thus rendering it suitable for utilisation in services at elevated temperatures, a capability that is absent in AISI 304 and 304L steels, which are susceptible to the phenomenon of sensitisation. In this family of stainless steels, various studies have aimed to examine the effect of martensitic transformation by cold plastic deformation, primarily in AISI 304, AISI 316 and more recently in AISI 321. However, there are few references to intrinsic analyses of this transformation in AISI 347. In this context, the present study evaluated the microstructural effects produced by cold rolling, with different values of true deformation, on AISI 347 austenitic stainless steel. The samples were initially solubilised at 1100ºC and 1200ºC, and stabilised at 950ºC.The microstructural changes were characterised using scanning electron microscopy (SEM), magnetic permeability and X-ray diffraction. The results obtained demonstrated an acceleration of the martensitic transformation kinetics in the samples previously solubilised at 1100ºC (S11E) when compared to the samples solubilised at 1200ºC (S12E). Furthermore, a greater presence of niobium carbide (NbC) precipitates, in terms of size and quantity, was observed in the S11E group of samples.

Keywords: AISI 347; Cold plastic deformation; Strain-induced martensite

SUMÁRIO

Introdução 16

1- Revisão Bibliográfica 22

1.1 - Aços Inoxidáveis Auteniticos (AIA) 22
1.1.1- Aspectos Gerais 22
1.1.2 – Elementos de Liga e seus Efeitos 24
1.1.3 – Aspecto Microestrutural 29
1.1.4 - Propriedades Mecânicas 33
1.3 - Tratamentos térmico 40
1.3.1 - Solubilização 42
1.3.2 – Estabilização 47
1.4 - Aços inoxidáveis austeníticos estabilizados 48
1.4.1- AISI 347 48
1.5 - Transformação martensítica por deformação a frio 53
1.5.1 - Temperatura de transformação martensítica Ms e Md. 55
1.5.2 - Energia de falha de empilhamento (EFE) 57
1.5.3 - Influência de elementos de liga na Energia de falha de empilhamento (EFE) 59
1.6 - Caracterização por medida de dureza. 62
1.7 - Determinação do teor de ferrita por medição em ferritoscópio 64
1.8 - Caracterização por difração de raio-X (DRX) 65
1.8.2 – Análise qualitativa 67
1.8.3 – Analise quantitativa pelo método de Refinamento de Rietveld 67
1.8.4 – Difratrogramas de AIA 68
2- Materiais e Métodos 72

2.1 - Material 72
2.2 - Preparação das Amostras 72
2.3 - Tratamentos Térmicos 72
2.3.1 - Solubilização 72
2.3.2 - Estabilização 73
2.4 -Deformação a Frio das Amostras 73
2.5 - Análise Microestrutural 75
2.5.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) 75
2.5.2 - Permeabilidade Magnética 75
2.6 - Difração de raios-X (DRX) 76

2.7 - Ensaios de Microdureza 77
2.8 – Técnicas de caracterização 78
3. Resultados e discussão 79
3.1 Análise da composição química 79
3.2 Energia de Falha de Empilhamento e Temperatura M_s e M_{d30} 79
3.3 Análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 81
3.4 Deformação Verdadeira e Percentual das Amostras 86
3.5 Permeabilidade Magnética 87
3.6 - Análise da microdureza 90
3.7 - Difração de raio-X (DRX) 93
3.7.1 – Análise qualitativa 93
3.7.2 – Analise quantitativa 94
4. Conclusões 97
5. Sugestões para trabalhos futuros 99
6. Referências 101

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Modificações de composições derivados do inox austeníticos 304 (PADILHA e GUEDES, 2004) 24

Figura 1.2 - Diagrama de Schaeffler; A- Austenita, M – Martensita, F - Ferrita (SCHAEFFLER, 1949) 27

Figura 1.3 - Diagrama Schaeffler-Delong (SILVA, 2010) 28

Figura 1.4 – Diagrama Fe-Cr (O Estado da Arte da Precipitação de Fase Sigma em Aços Inoxidáveis Austeníticos: Foco na Liga AISI 316L) (FERREIRA, 2009) 29

Figura 1.5 – Diagrama Fe-Cr-Ni com indicação de temperatura e composições que formam a fase sigma (σ) (FERREIRA, 2009). 30

Figura 1.6 – Diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Mo seccionado na isoterma de 650ºC mostrando a fase chi (χ) (FERREIRA, 2009) 31

Figura 1.7 – Diagramas de equilíbrio Fe-Cr-Ni-Mo com teor de ferro constante de 70% em peso seccionado nas isoterma de 1093ºC e 816º C mostrando a fase Laves (η) (PADILHA *et al*, 2002). 32

Figura 1.8 – Efeitos do trabalho a frio (Adaptada de IMOA, 2010) 33

Figura 1.9 – Valores de tenacidade ao impacto com a variação de temperatura para os AI: (a) austenítico, (b) duplex, (c) ferrítico (ASM, 2008). 35

Figura 1.10 – Curvas de resistência a fluência de vários aços inox e superligas. ‘F’ significa ferrítico; ‘M’ significa martensítico e ‘A’ significa austeníticos (PLAUT,2007). 35

Figura 1.11 – Sensitização pela formação do carbeto $M_{23}C_6$ em contorno de grão (FREITAS, 2019) 36

Figura 1.12 – Precipitação de carbetos em AIA (FARAHAT e BITAR, 2010) 37

Figura 1.13 – Esquema de um ensaio de EPR; X– potencial, Y– log (corrente), 1- polarização anódica, 2- polarização reversa, Ip- corrente de ativação, Ir- corrente de reativação, Qp- carga de ativação, Qr- carga de reativação (MURI, 2011) 37

Figura 1.14 – AIA como recebido: a – AISI 321, b – AISI 347 (SILVA, 2007). 38

Figura 1.15 - AIA com sensitização a 600ºC por 10h: a – AISI 321, b – AISI 347(SILVA, 2007). 38

Figura 1.16 - AIA com sensitização a 600ºC por 50h: a – AISI 321, b – AISI 347(SILVA, 2007). 39

Figura 1.17 - AIA com sensitização a 600ºC por 100h: a – AISI 321, b – AISI 347(SILVA, 2007). 39

Figura 1.18 - AIA AISI 321 solubilizado e sensitização a 600ºC por 100h: a – solubilizado a 800ºC, b – solubilizado a 900ºC e c – solubilizado a 1000ºC (SILVA, 2007). 40

Figura 1.19 – Principais tratamentos térmicos e transformações que ocorrem em AIA (PADILHA et al, 2003). 40

Figura 1.20 - Influência da temperatura de solubilização do nióbio na matriz austenítica (Adaptada de MARSHALL, 1984). 43

Figura 1.21 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.100ºC por: a) 1h; b) 5h (TAVARES, 2008)..... 44

Figura 1.22 – Temperatura crítica de crescimento de grão (T_{cg}) para o AIA AISI 347: 30 min – 1075ºC; b) 80 min – 1050ºC (SILVA, 2007)..... 45

Figura 1.23 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.000ºC por: a) 30 min; b) 80 min (SILVA, 2007)..... 45

Figura 1.24 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.100ºC por: a) 30 min; b) 80 min (SILVA, 2007)..... 46

Figura 1.25 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.200ºC por: a) 30 min; b) 80 min (SILVA, 2007)..... 46

Figura 1.26 - Grau de sensitização em função da temperatura do tratamento térmico de estabilização para amostras anteriormente solubilizadas a 1100°C por 1h e 5h (KINA *et al*, 2008)..... 47

Figura 1.27 – Modelo de transformação martensítica (GILAPA, 2011) 54

Figura 1.28 – Diagrama esquemático (a) Tensões críticas para iniciar a transformação martensítica em função da temperatura. (b) Energia livre da austenita e da martensita em função da temperatura (GILAPA, 2011)..... 55

Figura 1.29 - Arranjo de empilhamento de configuração perfeita de estrutura CFC (a, b) e falha intrínseca de empilhamento (c, d) (DAS; 2015). 58

Figura 1.30 - Influência dos elementos de liga na EFE (DUMAY *et al.*, 2008)..... 60

Figura 1.31 - Impacto das variações da concentração de C e Mo em EFE para um aço 316 (BELLEFON *et al.*, 2016) 61

Figura 1.32 – EFE para AIA AISI 301 com baixo e alto teor de silício (YAJI LI *et al.;* 2022). 62

Figura 1.33 - Evolução da microdureza e percentual de transf. da martensita em função da deformação verdadeira imposta (Adaptada de TAVARES *et al.,* 2006)..... 63

Figura 1.34 – Evolução da microdureza versus redução percentual da esp. dos aços 304L e 316L: (a) -196ºC (b) 25ºC (c) 100ºC (d) 200ºC (Herrera Pulgarín, 2006)..... 64

Figura 1.35 - Leitura do Ferritoscópio (LF) em função do teor de martensita obtida por balanço magnético (Adaptada de TALONEN *et al.*, 2004). 65

Figura 1.36 – Esquema de um difratômetro de raio X (RODRIGUES, 2018). 66

Figura 1.37 – Difratograma de AIA AISI 201(TAVARES *et al.*, 2009). 68

Figura 1.38 - Difratogramas de AIA AISI 304N e 304H na condição de como recebido (ROCHA, 2006) 69

Figura 1.39 –Difratogramas: a) para o AIA 304 N, b) AIA 304 H (GILAPA, 2011) 70

Figura 1.40 – Difratogramas de AIA AISI 321AC (TAVARES, 2014)..... 71

Figura 1.41 – Difratogramas de AIA AISI 321BC (TAVARES, 2014)..... 71

Figura 2.1 – Princípio de funcion. do ferritoscópio (HELMUT FISCHER, 2017). 76

Figura 2.2 - Etapas para análise dos dados..... 77

Figura 2.3 – Caracterização das amostras sem tratamento térmico e sem laminação 78

Figura 2.4 – Caracterização das amostras com tratamento térmico e laminação..... 78

Figura 3.1 – Material como recebido: a - aumento de 2500X, b - aumento de 5000X; Ataque: Água Régia. 81

Figura 3.2 – Amostra solub. a 1100ºC por 40 min.. Ataque: Ácido Oxálico 10%. 82

Figura 3.3 – Amostra solub. a 1200ºC por 40 min.. Ataque: Ácido Oxálico 10%. 84

Figura 3.4 – Material solubilizado a 1100ºC e estabilizada a 950ºC.Ataque: Ácido Oxálico 10%. 85

Figura 3.5 – Material solubilizado a 1200ºC e estabilizada a 950ºC. Ataque: Ácido Oxálico 10%. 85

Figura 3.6 – Leitura do ferristocópio para cada deformação verdadeira das amostras dos grupos S11E e S12E. 89

Figura 3.7 - Valor percentual da austenita transformada em martensita a partir da leitura do ferristocópio ajustado pelo fator de correção de Talonen *et al* (2004) das amostras dos grupos S11E e S12E..... 89

Figura 3.8 – Microdureza e valor percentual da austenita transformada em martensita a partir da leitura do ferristocópio ajustado pelo fator de correção de Talonen *et al* (2004) das amostras dos grupos S11E e S12E..... 91

Figura 3.9 – Difratogramas das amostras S11E..... 93

Figura 3.10 – Difratogramas das amostras S12E..... 94

Figura 3.11 – Fração da austenita transformada em martensita 95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 – Aplicações de alguns aços inoxidáveis austeníticos (Chiaverini,2005 23

Tabela 1.2 – Composição química AIA - SÉRIE 300 (ASTM A240/A240M) 26

Tabela 1.3 - Principais características cristalográficas das fases intermetálicas e carbetos em AIA (ASM, 2008) 32

Tabela 1.4 – Propriedades mecânicas de alguns AIA (ASTM - A240/A240M) 34

Tabela 1.5 – Requisitos de tratamento térmico para alguns AIA (adaptada da ASTM A182/182M, 2023) 41

Tabela 1.6 – Temperatura mínima de solubilização de alguns AIA's (Adaptada de IMOA, 2010) 42

Tabela 1.7– Prós e contras do AIA AISI 347 (MEITUO STEEL, 2024)..... 49

Tabela 1.8– Aplicações do aço inoxidável AISI 347 (MEITUO STEEL, 2024)..... 50

Tabela 1.9 – Pós metálicos do AISI 347 e aplicações (MEITUO STEEL, 2024 51

Tabela 1.10 – Propriedades físicas e mecânicas do AISI 347 (VIRGAMET, 2024)..... 48

Tabela 1.11 – Propriedade do AISI 347 em temper. elevadas (VIRGAMET, 2024)..... 49

Tabela 1.12– Substitutos, equivalente e outras designações do aço AISI 347 em diversos países (VIRGAMET, 2024; METALDATA.INFO, 2024)..... 52

Tabela 1.13 – Fases da transformação martensítica induzida por deformação (BLEICHER e SASAKI, 2000; PADILHA e GUEDES, 2004) 53

Tabela 1.14 – Valores de Ms e $Md30(℃)$ (GILAPA, 2011; TAVARES, 2014)..... 57

Tabela 1.15 – EFE de alguns AIA conforme (PADILHA et al, 2003; TAVARES, 2014)59

Tabela 1.16 – EFE e EFEc do AIA AISI 321 (TAVARES, 2014)..... 60

Tabela 2.1 - Composição química das placas como recebidas (%Fe em balanço). 72

Tabela 2.2 – Resumo dos tratamentos e identificação das amostras..... 73

Tabela 2.3 – Espessuras inicial e final para grupo S11E 74

Tabela 2.4 - Espessuras inicial e final para grupo S12E 74

Tabela 2.5 – Reagentes utilizados para revelar características microestruturais. 75

Tabela 2.6 – Parâmetros utilizados no DRX. 77

Tabela 3.1 – Composição química das chapas de AIA AISI 347 como recebida..... 79

Tabela 3.2 – Temperatura M_s 80

Tabela 3.3 – Temperatura M_{d30} 80

Tabela 3.4 – Valores de EFE dos AIAs AISI 347 81

Tabela 3.5 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.3 (% em peso) 83

Tabela 3.6 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.4 (% em peso) 84

Tabela 3.7 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.5 (% em peso) 85

Tabela 3.8 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.6 (% em peso) 85

Tabela 3.9 – Deformação verdadeira e percentual para grupo S11E 86

Tabela 3.10 - Deformação verdadeira e percentual para grupo S12E 86

Tabelas 3.11 – Média da leitura do ferristocópio (%) para grupo S11E 88

Tabelas 3.12 – Média da leitura do ferristocópio (%) para grupo S12E 88

Tabela 3.13 – Microdureza em função da deformação para amostra S11E 90

Tabelas 3.14 – Microdureza em função da deformação para amostra S12E 90

Tabela 3.15 - Percentual de martensita das amostras S11E 94

Tabela 3.16 - Percentual martensita das amostras S12E 95

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

A- Significa austeníticos

AI -Aço Inoxidável

AIA - Aço Inoxidável Austenítico

AID – Aço Inoxidável Duplex

AIF - Aço Inoxidável Ferritico

AIM - Aço Inoxidável Martensítico

AISI - *American Iron and Steel Institute*

AL – Alongamento

Al - Alumínio

AP - *Additive Printing*

Ar - Argônio

ASM - *Advanced Semiconductor Materials – ASM Internacional*

ASME - *American Society of Mechanical Engineers*

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

C – Carbono

CCC – Cúbica de Corpo Centrado

CF - *Corrosion-Resistant Fine*

CFC – Cúbica de Face Centrada

CIF- *Crystallographic Information Framework*

Cp20℃ - Capacidade térmica

CPT - Temperatura crítica por pites

CR – Como recebido

Cr – Cromo

$Cr_{23}C_6$ – Carbeto de Cromo

Creq – Cromo equivalente

CrN – Nitreto de cromo

Cu- Cobre

d_{hkl}: distância entre os planos cristalino refletores;

DL-EPR - Double Loop Eletrochemical Potenctiokinetic Reactivation

E – Modulo de elasticidade (GPa)

EDS – *Energy-dispersive X-ray spectroscopy (Espectroscopia por Dispersão de Energia)*

EFE – Energia de Falha de Empilhamento (mJ/$m2$)

EN - Norma europeia

Epite - Potencial de pites

Epp - Potencial de repassivação

Erep - Potencial de repassivação

F - Significa ferrítico;

Fe - Ferro

FG - *Fine Grain*

FN - Teor percentual da fase ferromagnética ou Ferrite Number

GOF - *Goodness off it (*Índice de refinamento Rietveld)

H - Hidrogênio

HCP – Estrutura cristalina Hexagonal Compacta

He - hélio

HP - High-performance

HPASS – High Perfomance Austenitic Stainless

HT - High Temperature

HV - Dureza Vickers

IMOA - International Molybdenum Association

Ip- corrente de ativação,

Ir- corrente de reativação,

LE – Limite de escoamento (Mpa)

LF - Leitura percentual obtida no ferritoscópio

LP -Low-Particle

LR – Limite de Resistencia (Mpa)

M – Intensidade da magnetização

M- Significa martensítico

Md - temperaturas acima da máxima em que ocorre a formação da martensita α' induzida por deformação plástica

MET - Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

Mf - Temperatura limite de transformação martensítica

min - minuto

Mn – Manganês

MO - Microscopia Óptica

Mo - Molibdênio

MP - Multi-Purpose

$Md30$ - Temperatura na qual 50% da martensita α' é obtida para uma deformação verdadeira de 0,3 no ensaio de tração

Ms – Temperatura na qual se inicia a transformação martensítica induzida por tensão, abaixo desta inicia-se a transformação espontaneamente devido ao resfriamento.

n: número inteiro conhecido como ordem de reflexão;

N - Níquel

Nb - Nióbio

NbC – Carbeto de nióbio

Ni - Níquel

Nieq – Níquel equivalente

º C – Graus Celsius

PERC - Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica

PREN - Índice de Resistência Equivalente à Corrosão por Pite 21

Qp- carga de ativação,

Qr- carga de reativação

$R_{p_}$ Índice de refinamento Rietveld

$R_{wp_}$ Índice de refinamento Rietveld

S11 - Amostras que realizaram o tratamento térmico de solubilização a 1100ºC.

S11E - Amostras que realizaram o tratamento térmico de solubilização a 1100ºC e estabilização a 950ºC.

S12 - Amostras que realizaram o tratamento térmico de solubilização a 1200ºC.

S12E – Amostras que realizaram o tratamento térmico de solubilização a 1100ºC e estabilização a 950ºC.

SE – Secondary electrons

SP - Surface Polished

T_{cg} - temperatura crítica de crescimento de grão

T_s - temperatura de dissolução das partículas de precipitados

TF -Thermal Fatigue Resistant

t_f: Espessura final (mm).

t_f: Espessura final (mm).

TG – Tamanho do grão.

Ti – Titânio

ti: Espessura inicial (mm);

ti: Espessura inicial (mm);

TRIP - Transformation Induced Plasticity

U.A – Unidade Adimensional

UNS - Unified Numbering System

V – Vanádio

W – Tungstênio

WP - Wear-Resistant Powder

α’ – Fase alfa linha

α_L - Coeficiente linear de expansão

γ – Fase austenita

δ – Fase ferrita delta

ΔG - força motriz química

ε – Fase Épsilon

$\varepsilon_{\%}$: Deformação percentual (%);

ε_v: Deformação verdadeira (adimensional);

η - fase de Laves

λ - Condutividade térmica λ: comprimento de onda;

μ – Permeabilidade magnética

ρ - Densidade

σ – Fase sigma

χ – Fase Chi

χm – Susceptibilidade Magnética

θ: ângulo de incidência dos raio-X.

Introdução

O aço AISI 347 é um aço inoxidável austenítico (AIA) estabilizado ao Nb. Deste modo, é propício para serviços em altas temperaturas, da ordem de 450 a 800°C, onde os aços AISI 304 e 304L exibem o fenômeno de sensitização (KINA et al., 2008). Entretanto, o AISI 347, deve passar por um tratamento térmico de estabilização antes de trabalhar em altas temperaturas. A estabilização promove a precipitação dos carbetos (NbC) restringindo a presença de carbono livre, evitando a precipitação de carbetos. As aplicações do aço AISI 347 não estabilizado, na faixa de 450 a 800°C, podem desencadear o fenômeno da sensitização, acarretando corrosão intergranular no material. Contudo, a utilização do AIA 347 em temperaturas elevadas é de fundamental interesse porque a estrutura austenítica apresenta boa resistência à fluência e os carbetos finos de Nb distribuídos nos contornos de grão favorecem ainda mais esta propriedade (KINA et al., 2008). Além da sensitização, outro fenômeno deletério, em alguns AIA, é a transformação martensítica. Diversas pesquisas (TAVARES et al., 2008; JHA et al., 2008; PARDAL et al., 2013) estudaram o efeito da deformação plástica na transformação martensítica dos aços AISI 301, 304, 316 e no estabilizado ao titânio AISI 321. Entretanto, existem poucos trabalhos voltados para avaliação da cinética da transformação martensítica no AIA AISI 347. A susceptibilidade à transformação martensítica induzida por deformação aumenta com o decréscimo da energia de falha de empilhamento (EFE) (REICK et al., 1996). Isto explica, por exemplo, porque o aço AISI 316 (EFE aproximadamente de 50 mJ/m^2) é menos metaestável do que o AISI 304 (EFE aprox. 18 mJ/m^2).

O conhecimento dos efeitos das mudanças microestruturais produzida pelo trabalho a frio, nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão em aços inoxidáveis austeníticos (AIA) é de grande interesse, tanto para as indústrias de montagem, como para os usuários destes equipamentos. Tal importância é devido ao fato de muitos processos de conformação mecânica (estampagem, dobramento, etc) serem muito empregados nas etapas finais de fabricação. Exemplos de processos de endurecimento por encruamento são a trefilação de tubos e arames, nos quais se ajustam ainda as dimensões finais dos componentes assim trabalhados. Outras aplicações onde são requeridas deformações plásticas, como encaixes por interferência, fixação por deformação de tubos em acessórios (conexões especiais e flanges) são observadas em AIA.

A união por mandrilagem de feixes tubulares a espelhos de trocadores de calor convencionais de casco e tubo é outro exemplo de fixação por interferência muito empregada na indústria.

Neste contexto, a partir de uma análise comparativa com outras pesquisas, este trabalho tem como objetivo principal estudar a influência do tratamento térmico de solubilização e estabilização, anterior à deformação plástica imposta por laminação a frio, na microestrutura do AIA AISI 347, de modo a comparar a cinética de transformação de austenita em martensita com outros tipos de AIA estudados preliminarmente, tendo em vista a falta de estudos intrínsecos ao AIA AISI 347.

1- Revisão Bibliográfica

1.1 - Aços Inoxidáveis Austeníticos (AIA)

1.1.1- Aspectos Gerais

Os aços inoxidáveis (AI) são uma classe de aços resistentes à corrosão devido, principalmente, ao teor de cromo acima de 11%, que é responsável por formar uma camada passiva de óxido na superfície do metal protegendo-o da corrosão (LO et al., 2009). Além do cromo, também há outros elementos de liga que compõem os aços inoxidáveis gerando alterações microestruturais e nas propriedades mecânicas, podendo ainda afetar a resistência à corrosão dependendo do teor de elementos, do processamento térmico, dentre outros fatores. Devido a esses diferentes teores de elementos de ligas, os aços inoxidáveis podem ser classificados em cinco grupos conforme sua estrutura cristalina (PADILHA e GUEDES, 1994): Austeníticos (AIA), Ferríticos (AIF), Martensíticos (AIM), Duplex (AID) e Endurecíveis por Precipitação.

Apesar do cromo caracterizar-se por ser um elemento fundamental nos aços inoxidáveis, a presença de níquel é responsável por aumentar a resistência a corrosão e estabilizar a fase gama. Quantidades significativas de níquel estão presentes nos aços inoxidáveis austeníticos por ser um estabilizador da fase gama (austenita), cuja estrutura é cúbica de faces centradas (CFC) e não-magnética (PADILHA e GUEDES, 2004).

Os aços inoxidáveis austeníticos formam a maior parte dos aços inoxidáveis utilizados, possuem excelente resistência à corrosão mesmo em atmosferas agressivas e em condições que requerem altas temperaturas ou condições criogênicas, e não apresentam temperatura de transição dúctil-frágil. Por isso as aplicações dos AIA são tanto nos meios comuns, como a confecção de talheres, quanto na arquitetura e indústria, na fabricação de tubos, arames ou vasos de pressão. A Tabela 1 apresenta as características gerais de alguns aços inoxidáveis austeníticos.

Entretanto, para algumas aplicações esses AIA não são recomendados. Com o aprimoramento dos aços inoxidáveis, novas classes foram sendo formadas para aplicações onde se requer melhores propriedades, como exemplificado na Figura 1.1, que demonstra os efeitos dos elementos de liga nas propriedades dos AIA para diferentes finalidades a partir do aço inoxidável 304, segundo a norma americana AISI (American Iron and Steel Institute) (PADILHA e GUEDES, 2004; CARBÓ, 2001).

Tabela 1.1 – Características e aplicações de alguns aços inoxidáveis austeníticos (Chiaverini,2005)

AIA	Características Gerais e Algumas Aplicações
301	Possui boa trabalhabilidade; empregado em ornamentação, utensílios domésticos, fins estruturais, equipamentos para indústria química, naval, fabricação de alimentos, transporte, etc
302	Possui boa trabalhabilidade; Aplicações semelhantes ao do tipo 301.
302B	Devido a presença do silício, possui melhor resistência a formação de casca de óxido a temperaturas mais levadas. Emprega-se em peças de fornos.
303	Características de fácil usinabilidade: eixo, parafusos, porcas, peças de carburador, buchas, válvulas, etc.
304	Menos suscetível a corrosão intergranular, pelo teor mais baixo de carbono; empregado em equipamento para processamento de alimentos, recipientes criogênicos
308	Maior resistência a corrosão que o 18-8 (Cr-Ni); para eletrodos de solda, fornos industriais, etc.
309	Boas resistências mecânicas e a oxidação a altas temperaturas; utilizado para equipamentos da indústria química, peças de fronos, estufas, peças de bombas, etc
309S	Devido ao baixo teor de carbono permite soldagem com menor risco de corrosão intergranular.
310	Boa estabilidade a temperatura de soldagem; utilizados em eletrodos de solda, equipamento para indústria química, peças de fornos, estufas. Resiste a oxidação até temperaturas de 1050ºC ou 1100ºC.
316	Melhor resistência a corrosão localizada quando comparado ao 304 devido adição de Mo; utilizado em equipamentos da indústria química, indústria de papel, etc
317	Melhor resistência a corrosão localizada (eletroquímica) que o 316 devido adição de mais Mo.
321	Tipo 18-8 (Cr-Ni) estabilizado ao Ti contra corrosão intergranular a temperaturas elevadas.
347	Tipo 18-8 (Cr-Ni) estabilizado ao Nb contra corrosão intergranular a temperaturas elevadas.
201 e 202	Resistencia a corrosão inferior à dos tipos Cr-Ni; apresentam, geralmente, melhor resistência mecânica a temperaturas elevadas.

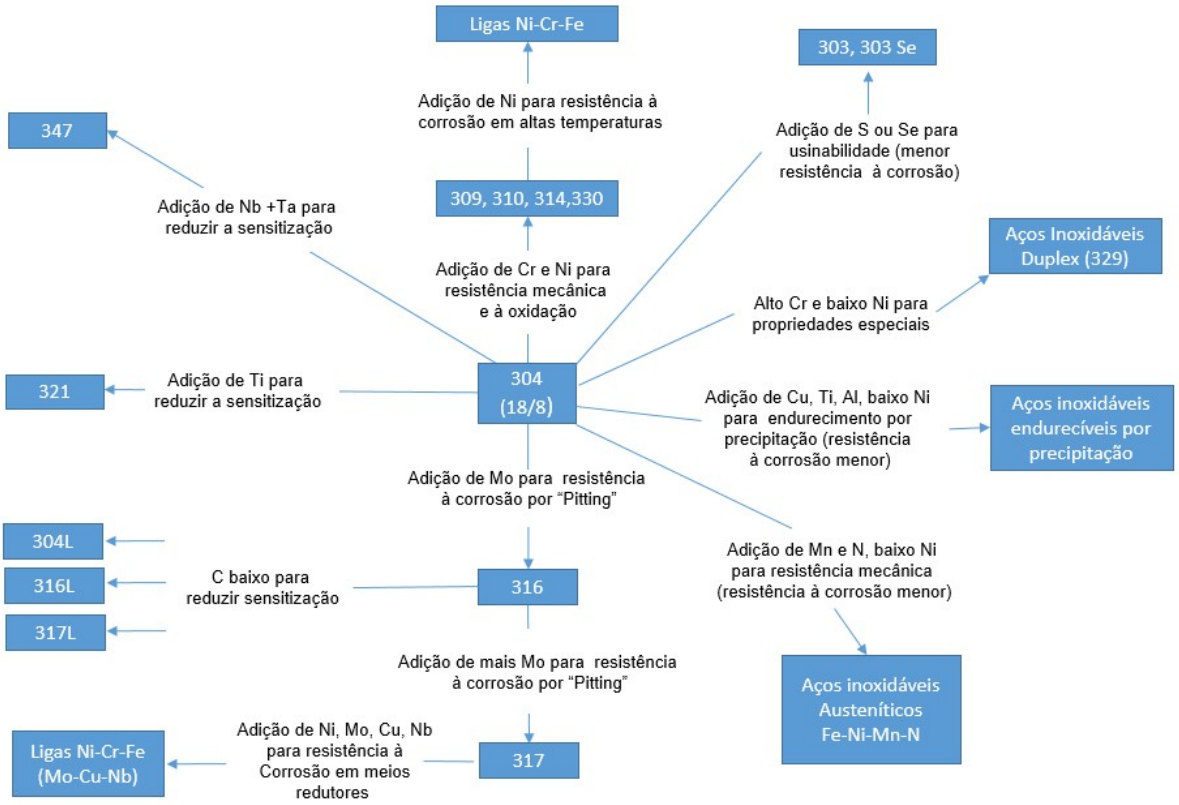


Figura 1.1 – Modificações de composições derivados do inox austeníticos 304 (PADILHA e GUEDES, 2004)

1.1.2 – Elementos de Liga e seus Efeitos nos AIA

Os elementos de liga são responsáveis não só por garantir a microestrutura austenítica e suas características, garantindo a estabilidade da fase austenítica, como também são adicionados outros elementos para melhoria de propriedades de acordo com a aplicabilidade do material, como foi observado na Figura 1.1. Visto isso, são destacados cada elemento de liga e seus respectivos efeitos nos AIA.

• Carbono: Esse elemento, apesar de ser estabilizador da fase austenítica e contribuir para a resistência mecânica dos aços em geral, é um elemento para o qual teores maiores são indesejáveis. A solubilidade do carbono na austenita diminui com a redução da temperatura; logo para ligas com teores acima de 0,03%C, uma breve permanência entre cerca de 500 e 900°C pode ocasionar a formação de carbeto de cromo, $M_{23}C_6$ nos contornos de grão e consequentemente, provocar sensitização, que será melhor abordada no item 1.2 deste trabalho, e por isso, com o desenvolvimento de

novas tecnologias para se reduzir o carbono da liga, foram criados a classe "*low carbon*" e também o desenvolvimento de algumas ligas de alta performance (HPASS) (IMOA, 2010). O carbono, como será abordado no item 1.5, tem grande influência na EFE (TAVARES, 2014; BELLEFON et al, 2016; PARDAL et al, 2020)

• Cromo: Como já mencionado, é o elemento mais importante presente nos AI, conferindo a resistência à corrosão. O cromo é um elemento ferritizante, e por isso seu aumento pode provocar o aumento de ferrita delta, além de favorecer fases intermetálicas na liga (IMOA, 2010).

• Níquel: Melhora a resistência à corrosão e é um estabilizador da austenita. Quanto maior seu teor, maior a lupa austenítica, sendo esta a sua principal função nos AIA. Além disso, o níquel pode favorecer a formação de fases intermetálicas para aumento da resistência mecânica (IMOA, 2010).

• Nitrogênio: Tem efeito de endurecimento e é um forte estabilizador da austenita, além de melhorar a resistência mecânica e a resistência à fadiga. O nitrogênio também é útil pois aumenta a solubilidade do carbono na matriz austenítica, retardando a cinética de precipitação de carbeto de cromo, o que evita a sensitização.

• Molibidênio: É um estabilizador da ferrita, e por isso, sua presença em grandes quantidades nos aços austeníticos pode ocasionar um desequilíbrio de fases pela presença de ferrita residual. A adição de molibdênio ajuda a evitar a trinca à quente, que pode ser gerada na sua solidificação, e também o aumento da resistência à corrosão por pites e por frestas, utilizados com maior teor nos aços 316 e 317 já citados na Figura 1.1. Além disso, pode promover a formação de fases intermetálicas e precipitação de carbetos, que afetam a tenacidade e resistência à corrosão do aço (IMOA, 2010).

• Manganês: O manganês é utilizado em pequenas porcentagens como estabilizador da austenita, reduzindo, assim, a necessidade de maiores teores de níquel. Historicamente, foi utilizado o manganês nos AIA em detrimento da menor disponibilidade de níquel após a Segunda Guerra Mundial, que economicamente seria mais viável, ajudando também na resistência à corrosão (SILVA *et al*., 2010).

• Titânio e Nióbio: São elementos ferritizantes que favorecem a formação e estabilização da ferrita. Os AIA estabilizados ao titânio ou ao nióbio, que é o caso dos aços AISI 321 e AISI 347, respectivamente, reduzem a susceptibilidade à sensitização dos aços através da maior afinidade de ligação para a formação de carbetos. Com isso, esses elementos evitam a formação de carbetos de cromo (SILVA *et al*., 2010).

A Tabela 1.2 apresenta os requisitos da composição química máximos que estão especificados na norma ASTM A240/A240M para alguns AIA, a menos que o intervalo ou mínimo seja indicado.

Tabela 1.2 – Composição química AIA - SÉRIE 300 (ASTM A240/A240M)

Designação UNS	Tipo	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N	Cu
S30400	304	0.07	2	0.045	0.03	0.75	17.5–19.5	8.0–10.5	...	0.1	...
S32100	321	0.08	2	0.045	0.03	0.75	17.0–19.0	9.0–12.0	...	0.1	...
S34700	347	0.08	2	0.045	0.03	0.75	17.0–19.0	9.0–13.0	...	...	...
S31600	316	0.08	2	0.045	0.03	0.75	16.0–18.0	10.0–14.0	2.00–3.00	0.1	...
S31700	317	0.08	2	0.045	0.03	0.75	18.0–20.0	11.0–15.0	3.0–4.0	0.1	...
S30403	304L	0.03	2	0.045	0.03	0.75	17.5–19.5	8.0–12.0	...	0.1	...
S31603	316L	0.03	2	0.045	0.03	0.75	16.0–18.0	10.0–14.0	2.00–3.00	0.1	...
S31703	317L	0.03	2	0.045	0.03	0.75	18.0–20.0	11.0–15.0	3.0–4.0	0.1	...

Para determinar os efeitos dos elementos de liga na microestrutura dos AIA que foram propostas por Schaeffler (1949) expressões que os agrupam conforme seus efeitos de estabilização.

O conceito de níquel equivalente avalia as ações dos elementos austenitizantes (gamagênicos), já o de cromo equivalente para aqueles com ações ferritizantes (alfagênicos). As equações (1) e (2) propostas por Plaut (2007) e as equações (3) e (4) propostas por Pickering (1976 são apresentadas a seguir:

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0{,}3\,(\%Mn) + 22\,(\%C) + 14{,}2\,(\%N) + \%\,Cu \qquad (1.1)$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + 1{,}37\,(\%Mo) + 1{,}5\,(\%Si) + 2\,(\%Nb) + 3\,(\%Ti) \qquad (1.2)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 0{,}5(\%Mn) + 30(\%C) + 25(\%N) + 0{,}3(\%Co) + 5(\%V) + 1{,}75(\%Nb) \qquad (1.3)$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + 2(\%Si) + 1.5(\%Mo) + 5{,}5(\%Al) + 1{,}75(\%Nb) + 1{,}5(\%Ti) + 0{,}75(\%W) + 5(\%V) \qquad (1.4)$$

Essas equações consideram a composição equivalente e não só o efeito do níquel e cromo isoladamente, tendo sido desenvolvidas para normalizar o efeito dos elementos de liga na evolução da microestrutura e indicar as microestruturas mais comuns em AIs. (HONEYCOMBE e BHADESHIA, 1995). O digrama de Schaffler demonstra o efeito combinado dos elementos de liga intersticiais (C, N) e substitucionais (Mo, Ti, Mn, Nb, W, V, Al, Cu, etc) na obtenção das propriedades requeridas (Sourmail, 2001).

A Figura 1.2 apresenta o diagrama de Schaeffler obtido dos valores de Creq e Nieq de amostras soldadas de aços inoxidáveis. Inicialmente este diagrama era aplicado em materiais soldados, entretanto é muito utilizado para ilustrar a relativa potencialidade de ferritização ou austenitização dos elementos de liga e determinar a estrutura (ferrita, austenita ou martensita) para certa composição (Krupp et al, 2010). Delong, Schoefer, Hull entre outros desenvolveram diagramas similares (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

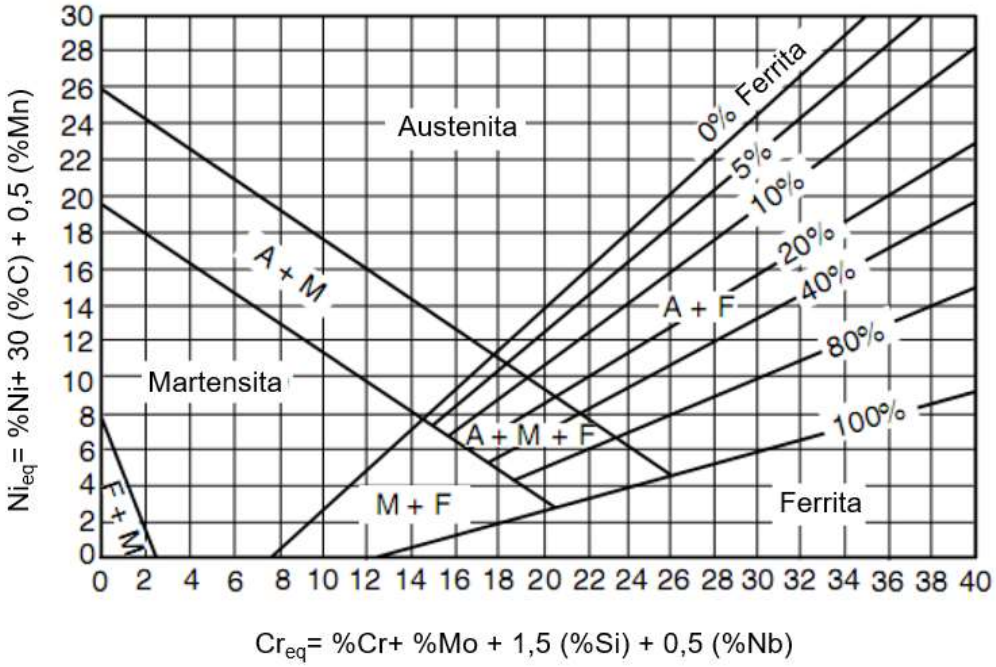


Figura 1.2 - Diagrama de Schaeffler; A- Austenita, M – Martensita, F - Ferrita (SCHAEFFLER, 1949)

A Figura 1.3 mostra o diagrama Schaeffler-Delong, originalmente desenvolvido para soldagem, mas que também é utilizado para prever fases após tratamentos térmicos (LEFFLER, 1996):

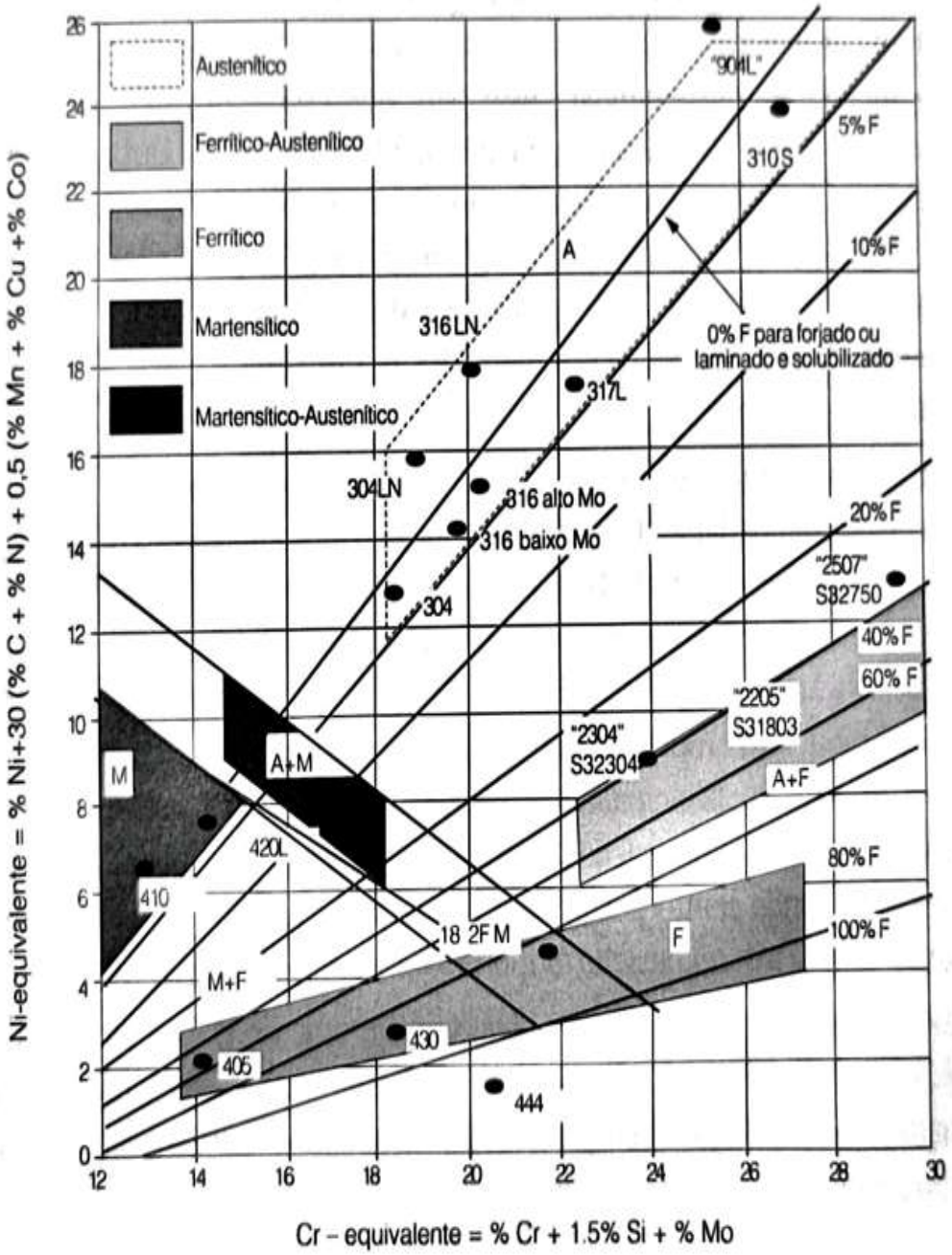


Figura 1.3 - Diagrama Schaeffler-Delong (SILVA, 2010)

1.1.3 – Aspecto Microestrutural

Os AIA além de terem uma microestrutura quase que totalmente austenítica, podem conter pequenas frações de ferrita, precipitação de carbetos, nitretos, fases intermetálicas e martensita induzida por deformação, em que pode ser a martensita α' (estrutura cristalina cúbica de corpo centrado - CCC) e ε (fase martensítica HCP) (PADILHA e GUEDES, 2004).

Um dos diagramas de equilíbrio utilizado para a visualização da microestrutura dos aços inoxidáveis de acordo com a temperatura é o diagrama Fe-Cr representado na Figura 1.4. Observa-se o pequeno campo austenítico situado à esquerda, para baixos teores de cromo, e que se limita à temperatura entre 850 e 1400ºC. Para o exemplo do diagrama Fe-Cr (Figura 1.4.); verifica-se que a partir de 12-13% de Cr, a qualquer temperatura, há presença unicamente de ferrita. Apesar disso, é possível obter um aumento da lupa austenítica a partir da adição de elementos estabilizadores da austenita, como níquel, carbono, nitrogênio e manganês (PADILHA e GUEDES, 2004).

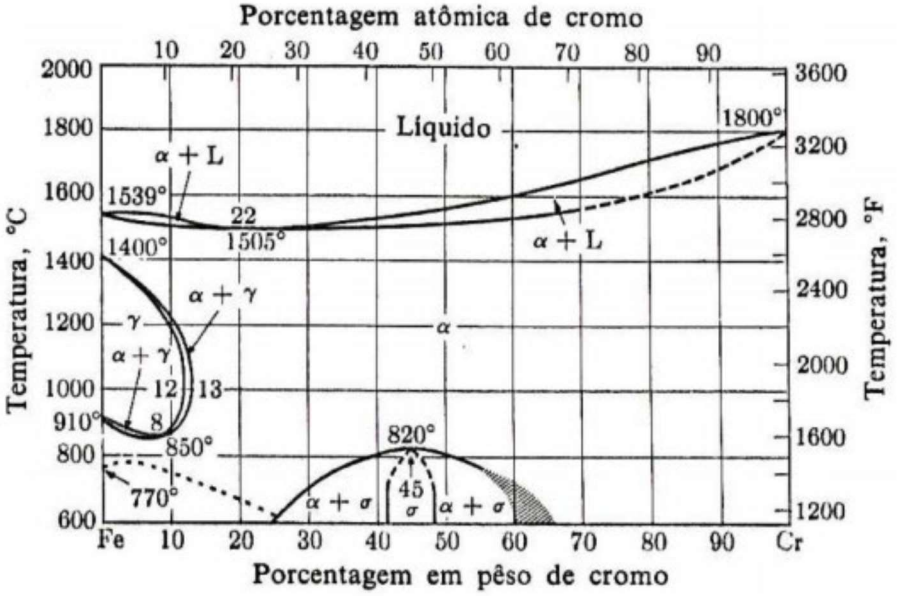


Figura 1.4 – Diagrama Fe-Cr (O Estado da Arte da Precipitação de Fase Sigma em Aços Inoxidáveis Austeníticos: Foco na Liga AISI 316L) (FERREIRA, 2009).

Conforme influência dos elementos de liga, há possibilidade de formação de fases intermetálicas; também chamadas fases secundárias, cujas mais comuns nos aços inoxidáveis austeníticos são as fases sigma (σ), a fase chi (χ) e a fase de Laves (η). Essas fases são indesejáveis nos aços inoxidáveis austeníticos por serem deletérias as suas propriedades e sua precipitação depende de elementos de liga que são estabilizadores dessas fases. Para a precipitação de uma fase intermetálica podem ser

necessárias centenas de horas de exposição em um dado intervalo de temperatura, e as suas frações volumétricas comparativamente muito reduzidas, de até, no máximo 10% em alguns casos (FERREIRA, 2009).

Dentre as fases deletérias, a fase sigma (σ) é a mais estudada, sua estrutura é tetragonal, e é mais comum nos aços com ferrita δ. A sua precipitação pode ser encontrada no sistema binário Fe-Cr ilustrado no diagrama da Figura 1.4. Além do sistema Fe-Cr, outros sistemas também ocorre a fase sigma (σ), como Fe-Nb, Fe-Mo, Fe-V e Fe-Cr-Ni. A fase sigma (σ) é uma fase deletéria na liga, pois empobrece a matriz fragilizando o material, com o comprometimento da resistência à corrosão (FERREIRA, 2009). Na Figura 1.5 tem-se o digrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni e neste destaca-se a presença da fase sigma (σ) que é rica em Mo (FERREIRA, 2009).

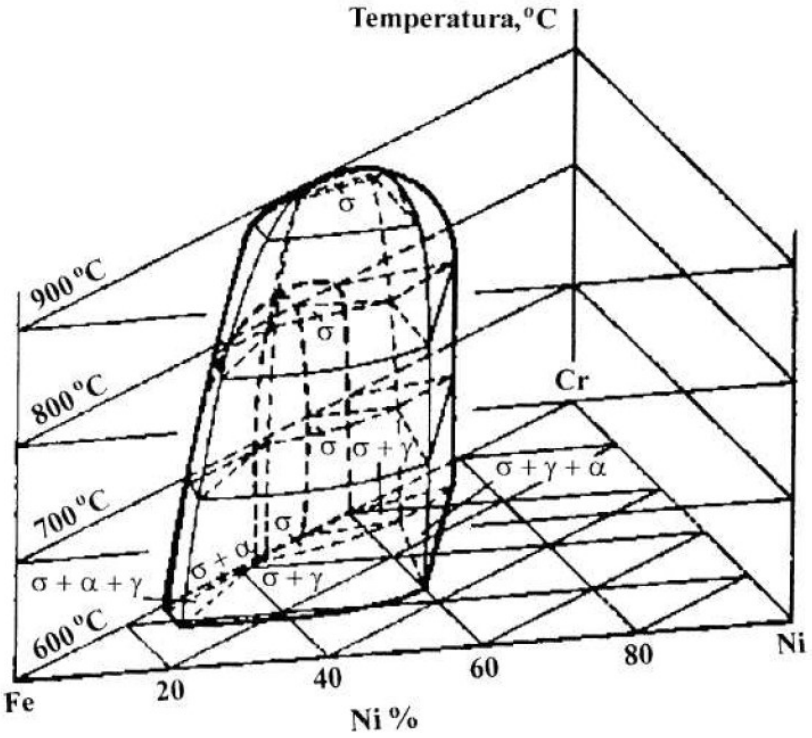


Figura 1.5 – Diagrama Fe-Cr-Ni com indicação de temperatura e composições que formam a fase sigma (σ) (FERREIRA, 2009).

A fase chi (χ) é uma fase cúbica que também é prejudicial, pois empobrece a matriz dos mesmos elementos que a fase sigma (σ), mas costuma ser mais deletéria em aços com teores maiores de carbono e molibdênio, sendo encontrado em sistemas de Fe-Cr-Mo e Fe-Cr-Ni-Ti. Na Figura 1.6 tem-se o digrama de equilíbrio Fe-Cr-Mo e neste evidencia-se, entre outras, a presença da fase chi (χ) que é rica em Mo (FERREIRA, 2009).

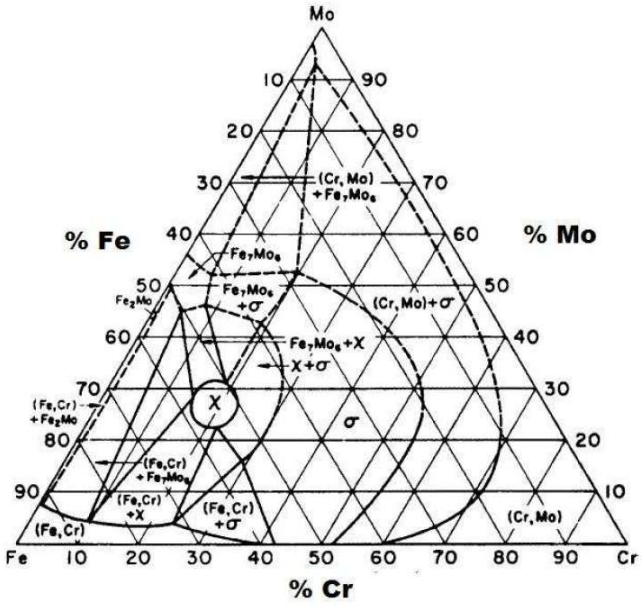


Figura 1.6 – Diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Mo seccionado na isoterma de 650ºC mostrando a fase chi (χ) (FERREIRA, 2009)

Já a fase de Laves (η), hexagonal, e que ocorre mais frequentemente nos austeníticos, causa empobrecimento na matriz em Ti, Nb e Mo. Pode acarretar perda de ductilidade e considerável endurecimento por precipitação (FERREIRA, 2009). Na Figura 1.7 tem-se o digrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni-Mo e neste salienta-se, entre outras, a presença da fase de Laves (η) (PADILHA *et al*, 2002).

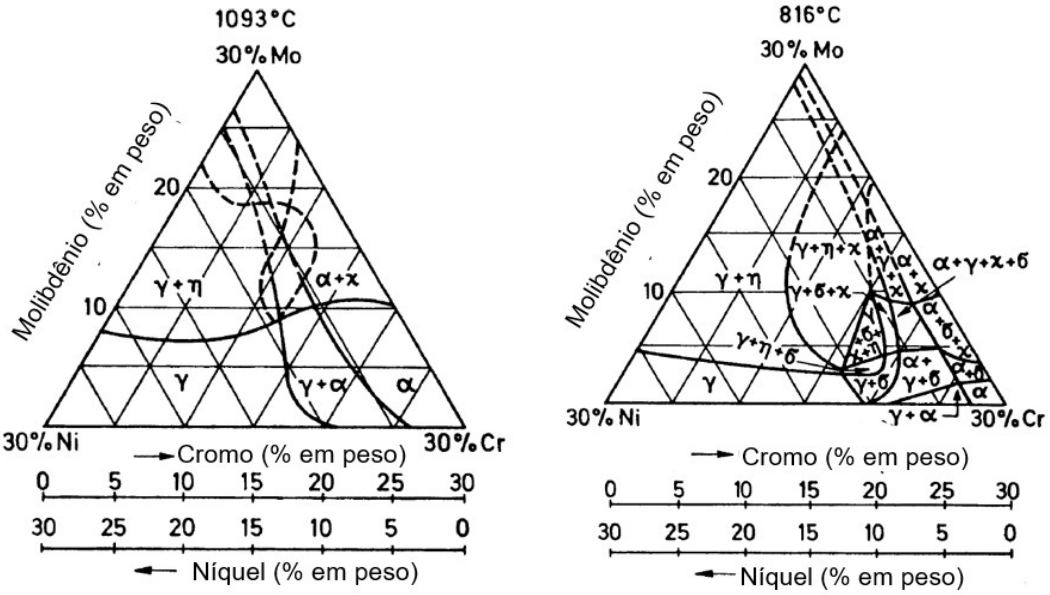


Figura 1.7 – Diagramas de equilíbrio Fe-Cr-Ni-Mo com teor de ferro constante de 70% em peso seccionado nas isoterma de 1093ºC e 816º C mostrando a fase Laves (η) (PADILHA *et al*, 2002).

A Tabela 1.3 sumariza as características cristalográficas principais dos tipos de fases intermetálicas e carbetos presentes em AIA.

Tabela 1.3 - Principais características cristalográficas das fases intermetálicas e carbetos em AIA (ASM, 2008)

Precipitado	**Estrutura Cristalina**	**Parâmetro, (Å)**	**Composição**
NbC	Cúbica de Face Centrada (CFC)	a = 4,47	NbC
NbN	Cúbica de Face Centrada (CFC)	a = 4,40	NbN
TiC	Cúbica de Face Centrada (CFC)	a =4,33	TiC
TiN	Cúbica de Face Centrada (CFC)	a =4,24	TiN
Fase Z	Tetragonal	a =3,037; c=7,391	CrNbN
$M_{23}C_6$	Cúbica de Face Centrada (CFC)	a =10,57 – 10,68	$Cr_{16}Fe_5Mo_2C$
M_6C	Diamante Cúbico	a =10,62 – 11,28	$(FeCr)_{21}Mo_3C$; Fe_3Nb_3;M_5SiC
Fase σ	Tetragonal	a =8,80; c= 4,54	Fe, Ni, Cr, Mo
Fase Laves	Hexagonal	a =4,73; c=7,72	Fe_2Mo, Fe_2Nb
Fase χ	Cúbica de Corpo Centrado (CCC)	a =8,807 – 8,878	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$
Fase G	Cúbica de Face Centrada (CFC)	a =11,2	$Ni_{16}Nb_6Si_7$; $Ni_{16}Ti_6Si_7$

1.1.4 - Propriedades Mecânicas

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem tensão limite de escoamento 0,2%, na faixa de 200 a 250 MPa, tensão limite de resistência entre 450 a 750 MPa e alongamento total maior que 40%, este dependendo da composição doa aço. A Tabela 1.4 apresenta as propriedades mecânicas de alguns AIA à temperatura ambiente em estado solubilizado, conforme a especificação ASTM A240 (2014).

Algumas classes de AIA são metaestáveis e podem sofrer transformação por deformação plástica da austenita inicial (γ), CFC, em martensita épsilon (ε), HCP, paramagnética ou, em martensita (α´), CCC, magnética. Esta transformação de fase além de gerar uma mudança de propriedades magnéticas, gera um incremento da resistência mecânica do material e podem diminuir a tenacidade (IMOA, 2010).

O trabalho a frio nos aços inoxidáveis austeníticos é comumente utilizado devido à robustez alcançada nas propriedades mecânicas. Poucos materiais metálicos podem consolidar uma ótima resistência como os austeníticos conseguem. Alguns dos efeitos da transformação martensítica estão representados na Figura 1.8. Cabe destacar que quando trabalhado a frio, o material pode manter uma alta tensão de ruptura aliada a uma grande ductibilidade (ASM, 2008).

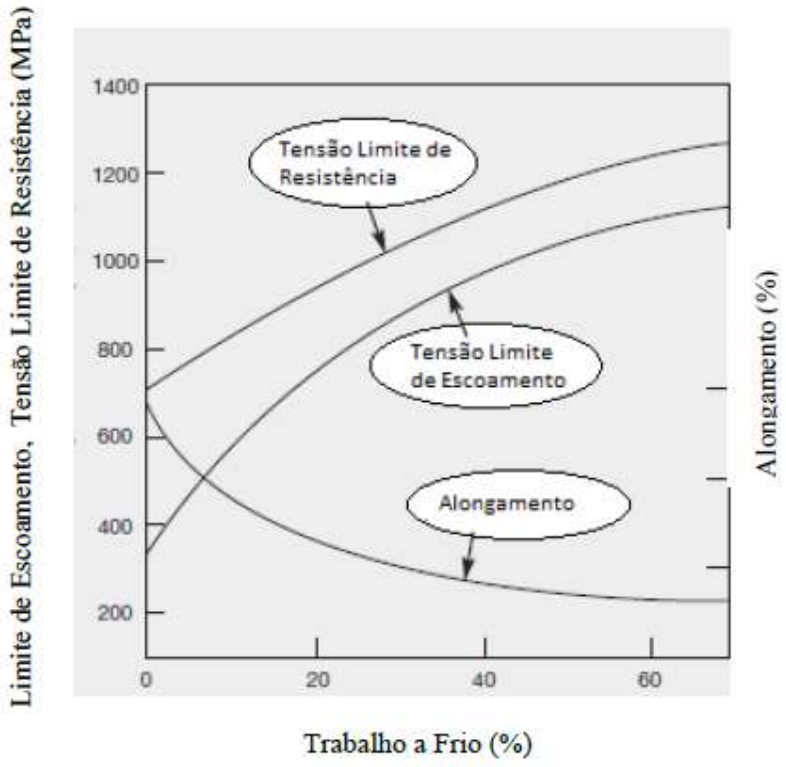


Figura 1.8 – Efeitos do trabalho a frio (Adaptada de IMOA, 2010)

Os aços inoxidáveis austeníticos não possuem um ponto característico de tensão de escoamento, mas podem começar a deformar plasticamente mesmo abaixo dos 40% do valor de tensão limite de escoamento. Como via de regra, adota-se que em valores abaixo da metade da tensão limite de escoamento a deformação é considerada completamente elástica e, em tensões de até 2/3 da tensão de escoamento é produzida adicionalmente uma pequena deformação plástica. Esse comportamento quase elástico é devido aos sistemas de escorregamentos de planos que ocorrem em estruturas CFC, característica dos aços inoxidáveis austeníticos. Quando o material é submetido a este tipo de deformação, provocada pelo trabalho a frio, as discordâncias travam em determinados locais e formam um arranjo mais estável acarretando um valor de tensão limite de escoamento maior (ASM, 2008).

Tabela 1.4 – Propriedades mecânicas de alguns AIA (ASTM - A240/A240M)

Designação UNS	**Tipo**	**Limite de Resistencia, mínimo (MPa)**	**Limite de Escoamento, mínimo (MPa)**	**Alongamento em 50 mm, mínimo, %**	**Dureza HB, máxima**
S20100	201	515	260	40	217
S20103	201L	655	260	40	217
S20153	201LN	655	310	45	217
S20200	202	620	260	40	241
S30400	304	515	205	40	201
S32100	321	515	205	40	217
S34700	347	515	205	40	201
S31600	316	515	205	40	217
S31700	317	515	205	40	217
S30403	304L	485	170	40	201
S31603	316L	485	170	40	217
S31703	317L	515	205	40	217

Outra importante característica dos aços inoxidáveis austeníticos é a ausência de transição dúctil frágil a qual é existente nos materiais ferríticos e duplex. A Figura 1.9 apresenta as curvas de tenacidade ao impacto desses tipos de aços inoxidáveis em estado solubilizado vs a temperatura de ensaio do material. Este fato torna os aços inoxidáveis austeníticos ótimos para utilização em temperaturas criogênicas, tais como vasos de pressão contendo nitrogênio líquido (ASM, 2008).

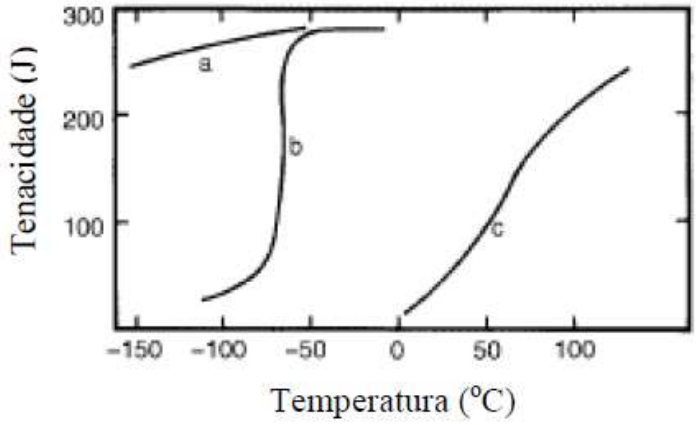


Figura 1.9 – Valores de tenacidade ao impacto com a variação de temperatura para os AI: (a) austenítico, (b) duplex, (c) ferrítico (ASM, 2008).

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA) ainda são amplamente usados em altas temperaturas nas indústrias de diversos setores; quando comparados às superligas à base de níquel ou cobalto, principalmente devido ao seu processamento simples e seu preço mais baixo. A Figura 1.10 compara a resistência a fluência após 100.000 horas de vários aços inoxidáveis e superligas (PLAUT, 2007)

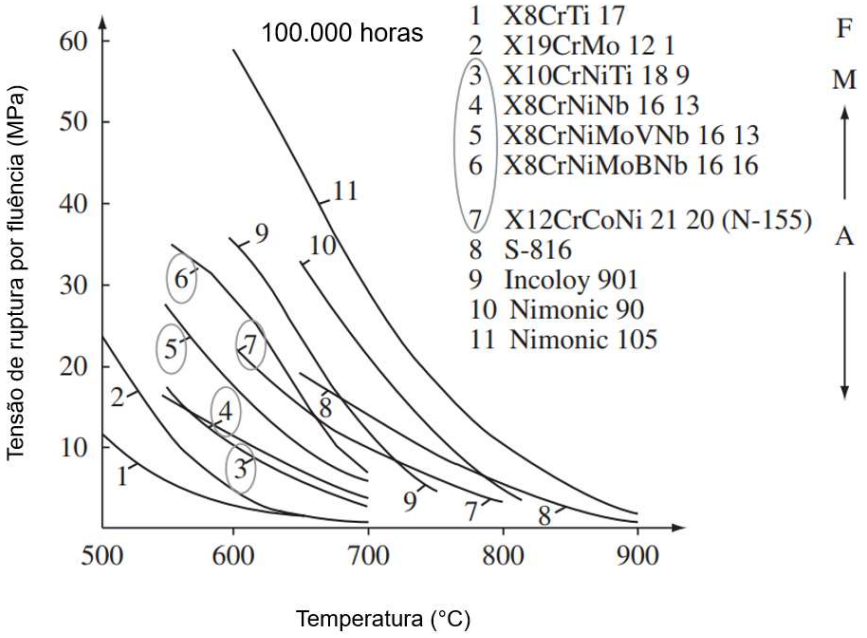


Figura 1.10 – Curvas de resistência a fluência de vários aços inoxidáveis e superligas. ‘F’ significa ferrítico; ‘M’ significa martensítico e ‘A’ significa austeníticos (PLAUT,2007)

1.2 - Fenômeno de sensitização

O fenômeno de sensitização é proveniente da precipitação que ocorre nos contornos dos grãos de carbeto de cromo do tipo $M_{23}C_6$ (Figura 1.11), daí a característica inoxidável da liga é degradada com a redução do teor de cromo da matriz austenítica para valores abaixo de 10%. Quando o aço é aquecido na faixa de temperatura crítica de 400º a 900ºC; ainda que por poucos minutos ou mesmo segundos, e após exposição de algumas horas numa solução corrosiva pode sofrer uma completa dissolução (FREITAS, 2019).

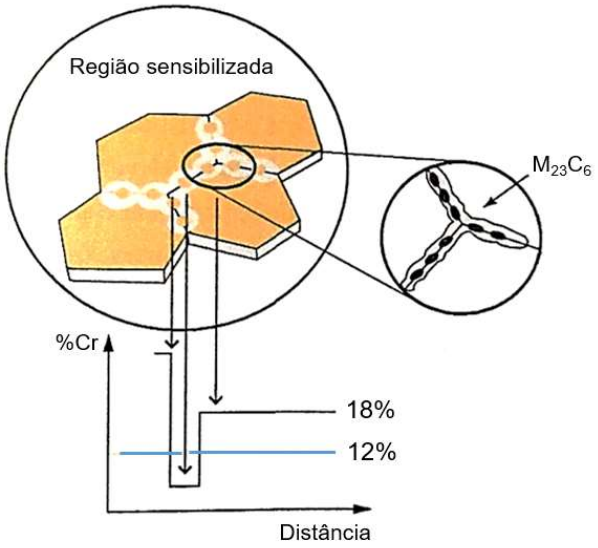


Figura 1.11 – Sensitização pela formação do carbeto $M_{23}C_6$ em contorno de grão (FREITAS, 2019)

Para evitar a precipitação de carbeto de cromo que tem efeito deletério na resistência a corrosão, pode-se adotar a estratégias de selecionar aços austeníticos com reduzido teor de carbono ou aqueles que são adicionados elementos com maior afinidade pelo carbono que o cromo, estabilizados (SILVA e MEI, 2010). Os aços estabilizados devem ser tratados termicamente para estabilização dos carbetos do elemento estabilizante (titânio ou nióbio), pois caso contrário pode ocorrer a sensitização (PELLICCIONE et al, 2014). A Figura1.12 mostra a temperatura do tratamento térmico de solubilização a 1150ºC, faixa de temperatura de 425 a 875ºC onde ocorre a precipitação de carbetos e uma de precipitação mais rápida de carbetos entre 540 e 600ºC (FARAHAT e BITAR, 2010).

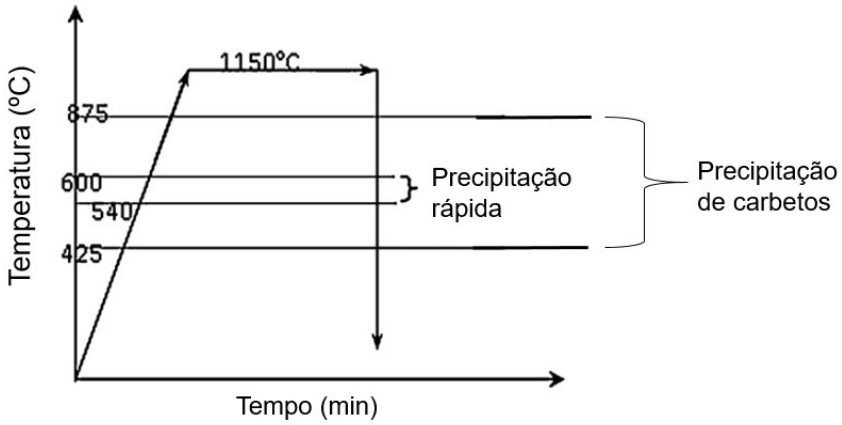


Figura 1.12 – Precipitação de carbetos em AIA (FARAHAT e BITAR, 2010)

A sensitização pode ser avaliada por técnicas eletroquímicas, espectrometria de raio-X ou por avaliação metalográfica (MURI, 2011; PARDAL *et al*., 2010).

Na técnica eletroquímica tem-se o ensaio EPR (*eletrochemical potentiokinetic reactivation tecgnique*), onde a curva típica deste ensaio é mostrada na Figura 1.13. O grau de sensitização é obtido através da comparação da razão entre o pico de reativação e o pico de ativação (Ir/Ia) ou entre a carga de reativação e a carga de ativação (Qr/Qa) com os valores da amostra não sensitizada.

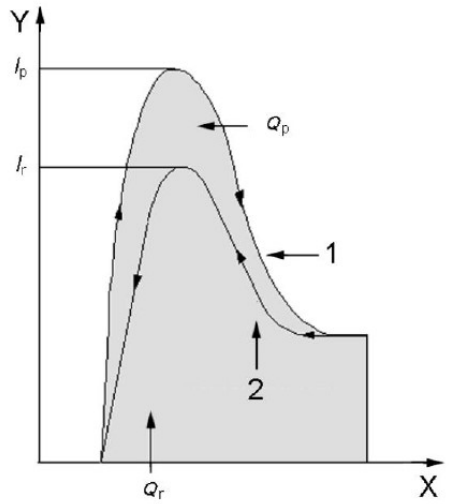


Figura 1.13 – Esquema de um ensaio de EPR; X– potencial, Y– log (corrente), 1- polarização anódica, 2- polarização reversa, Ip- corrente de ativação, Ir- corrente de reativação, Qp- carga de ativação, Qr- carga de reativação (MURI, 2011)

Silva (2007) estudou os aços AIA AISI 321 e AISI 347 quando submetidos a tratamentos térmicos de sensitização a 600°C para diferentes tempos de exposição (1, 10, 50 e 100 horas). A norma ASTM A262-15 (2021) classifica qualitativamente as microestruturas resultantes do ataque eletroquímico como: *STEP* que é uma estrutura sem nenhum *ditches* (carboneto de cromo precipitado) nos contornos de grão; *DUAL* que é estrutura com alguns *ditches* nos contornos de grãos somados a *STEPS* e Estrutura *DITCH* que é quando existem um ou mais grãos completamente envolvidos por ditches (SILVA, 2007). Após ataque eletroquímico com ácido oxálico (intensidade de corrente de 1A/cm^2 durante 1,5 minuto) observou, ao comparar qualitativamente as microestruturas, que o nióbio é mais eficiente que o titânio para evitar a sensitização. Nas Figuras 1.14. 1.15, 1.16 e 1.17 tem-se as micrografias na condição como recebido e sensintizadas (SILVA, 2007).

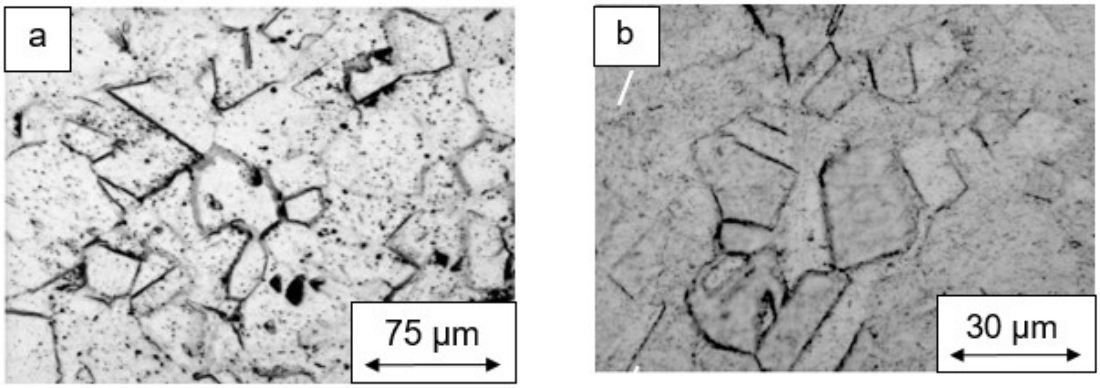


Figura 1.14 – AIA como recebido: a – AISI 321, b – AISI 347 (SILVA, 2007).

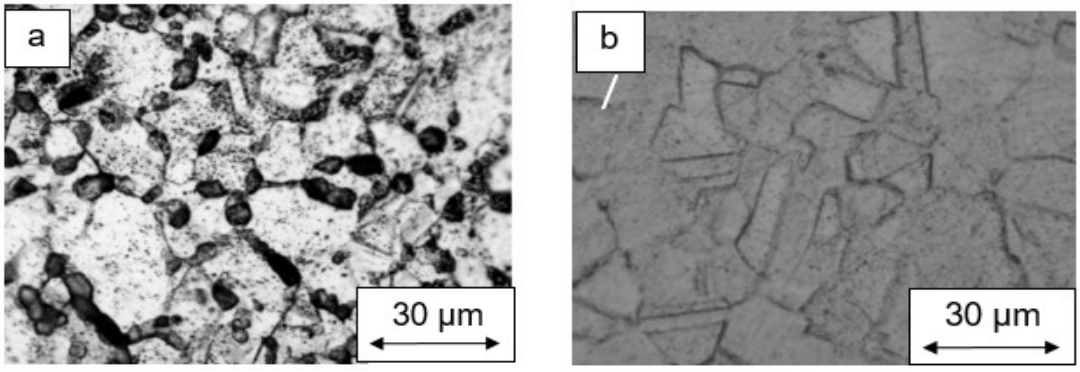


Figura 1.15 - AIA com sensitização a 600ºC por 10h: a – AISI 321, b – AISI 347(SILVA, 2007).

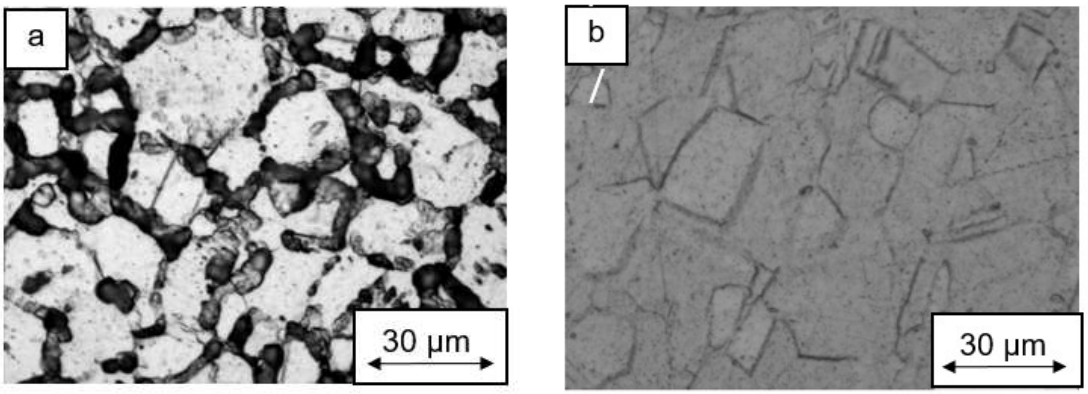


Figura 1.16 - AIA com sensitização a 600ºC por 50h: a – AISI 321, b – AISI 347(SILVA, 2007).

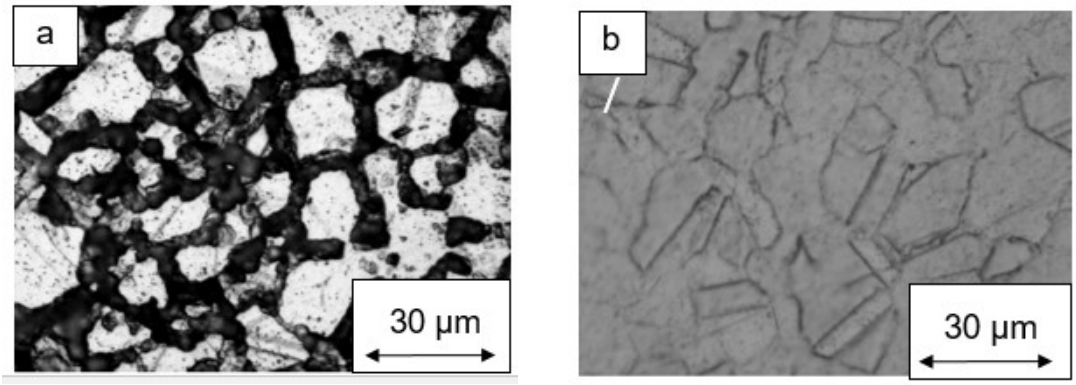


Figura 1.17 - AIA com sensitização a 600ºC por 100h: a – AISI 321, b – AISI 347(SILVA, 2007).

Silva (2007) realizou solubilização em AIA AISI 321 em três temperaturas diferentes e na sequencia tratamento térmico em temperatura de sensitização do material. A Figura 1.18a (solubilização a 800ºC por 80 min, sensitização a 600ºC por 100 horas) e Figura 1.18b (solubilização a 900ºC por 80 min, sensitização a 600ºC por 100 horas) apresentam estrutura “step”. Já a Figura 1.18c (solubilização a 1000ºC por 80 min, sensitização a 600ºC por 100 horas) apresenta estrutura “dual” que indica um maior grau de sensitização (SILVA, 2007). A formação do carbeto de titânio é favorecida para temperatura de 800ºC, diferente da cinética de formação do carbeto de cromo que tem sua formação favorecida para temperaturas em torno de 600ºC. O AIA AISI 321 quando submetido a temperatura na faixa de 800-900ºC ocorre a dissolução dos carbonetos de cromo que existem, formação de carbonetos de titânio e eliminação de todo o carbono em solução. Posteriormente quando a amostra é submetida ao tratamento de sensitização, sem carbono em solução na matriz, não ocorre formação de carbonetos de cromo (SILVA, 2007).

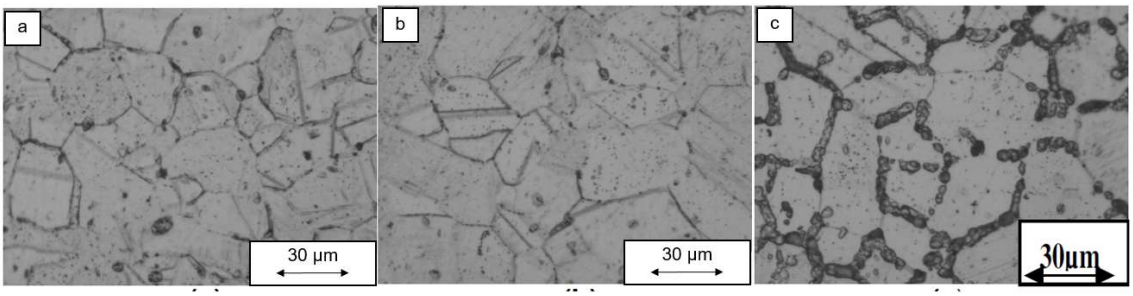


Figura 1.18 - AIA AISI 321 solubilizado e sensitização a 600ºC por 100h: a – solubilizado a 800ºC, b – solubilizado a 900ºC e c – solubilizado a 1000ºC (SILVA, 2007).

1.3 - Tratamentos térmico

A Figura 1.19 mostra diferentes tratamentos térmicos, transformações e fases que ocorrem nos aços inoxidáveis austeníticos (PADILHA et al, 2003).

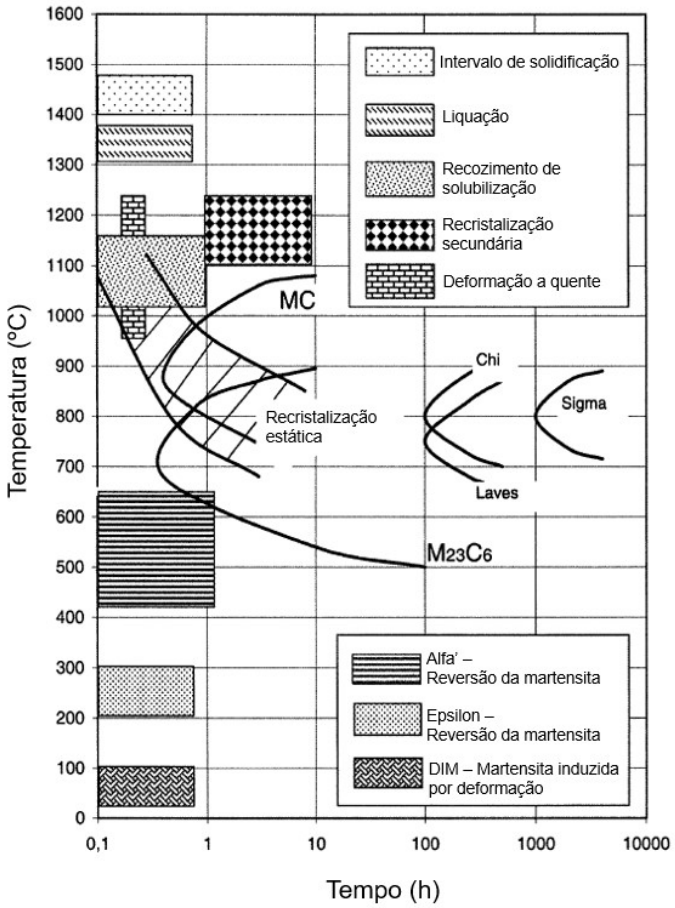


Figura 1.19 – Principais tratamentos térmicos e transformações que ocorrem em AIA (PADILHA et al, 2003).

A norma ASTM A182/182M (2023) especifica requisitos para tratamento térmico de aços inoxidáveis para serviço em altas temperaturas indicando a temperatura mínima de solubilização, meio e temperatura de resfriamento. A Tabela 1.5 mostra algumas informações dos requisitos de tratamento térmico da norma ASTM A182/182M (2023).

Tabela 1.5 – Requisitos de tratamento térmico para alguns AIA (adaptada da ASTM A182/182M, 2023)

Denominação	Tipo de Tratamento térmico	Austenitização/Solubilização Temperatura mínima ou faixa (° C)	Meio de resfriamento	Resfriamento rápido com temperatura abaixo de (° C)
F 316Ti	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1040	Líquido	260
F 317	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1040	Líquido	260
F 317L	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1040	Líquido	260
F317LNCb	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1040	Líquido	260
F 72	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1080-1180	Líquido	260
F 73	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1080-1180	Líquido	260
F 347	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1040	Líquido	260
F 347H	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1095	Líquido	260
F 347LN	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1040	Líquido	260
F 347 LNCuB	Tratamento de solubilização e forma de resfriamento rápido/brusco	1060-1170	Líquido	260

1.3.1 - Solubilização

A solubilização é um tratamento térmico no qual, por definição, todos os átomos de soluto são dissolvidos para formar uma solução sólida monofásica. No caso dos AIA, ele é utilizado para garantir a manutenção da fase austenítica à temperatura ambiente por meio de um aquecimento a uma dada temperatura, a fim de remover modificações estruturais que podem ocorrer oriundas de processos de fabricação (TOTTEN, 2006).

A temperatura de solubilização deve estar acima daquela que assegure toda a dissolução dos precipitados restaurando a resistência à corrosão do material. Para todos os efeitos deve-se manter a temperatura em 2 a 3 minutos por milímetro de espessura, sendo o suficiente para dissolver pequenas quantidades de carbetos e outras fases secundárias. Se o material apresentar fases intermetálicas previas à solubilização, tais como χ e σ, mais tempo será requerido para dissolver por completo esses elementos. Por outra parte, o limite superior desta temperatura é determinado pela taxa de aquecimento e considerações no tamanho da seção do material em questão. No entanto, deve-se evitar um tempo excessivo, pois surgirão óxidos indesejáveis na sua superfície (IMOA, 2010). A Tabela 1.6 apresenta a temperatura mínima de solubilização de alguns aços inoxidáveis austeníticos.

Tabela 1.6 – Temperatura mínima de solubilização de alguns AIA's (Adaptada de IMOA, 2010)

UNS	Denominação	Temperatura de Solubilização (ºC)
S20101	**AISI 201**	1040
S30400/S30403	**AISI 304**	1040
S30409	**AISI 304H**	1040
S31600/S31603	**AISI 316/316L**	1040
S34700	**AISI 347**	1040
N08020	**Liga 20, 20Cb-3**	1150
N08904	**904L**	1095
N08367	**AL-6XN**	1105
S31254	**254 SMO**	1150

A atmosfera utilizada para realização do tratamento de solubilização normalmente é o ar atmosférico, porém esta produz uma pequena camada de óxido que posteriormente deve ser removida para restaurar a resistência à corrosão. No entanto, são também utilizadas atmosferas de argônio (Ar), hélio (He), hidrogênio (H), vácuo, dentre outras de modo a prevenir à formação de óxidos na superfície da peça, se tornando desnecessária a limpeza posterior nesses casos (IMOA, 2010).

A Figura 1.20 mostra curva solubilidade do nióbio (Nb) em função do aumento da temperatura de solubilização da liga, indicando uma forte relação entre a temperatura de solubilização e o aumento da solubilidade do nióbio na matriz austenítica (MARSHALL, 1984).

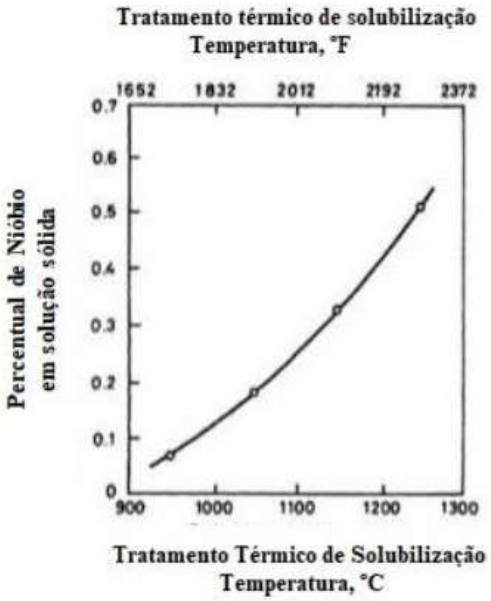


Figura 1.20 - Influência da temperatura de solubilização do nióbio na matriz austenítica (Adaptada de MARSHALL, 1984).

Foi observado também que um aumento do tempo de solubilização de 1 hora para 5 horas, promove uma alta dissolução da ferrita e melhora a redistribuição do nióbio, resultando em um decréscimo do grau de sensitização do AISI 347 (TAVARES *et.al*, 2008), (KINA *et.al*, 2008).

A Figura 1.21 mostra a microestrutura do AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.100ºC por 1 e 5 horas (TAVARES, 2008).

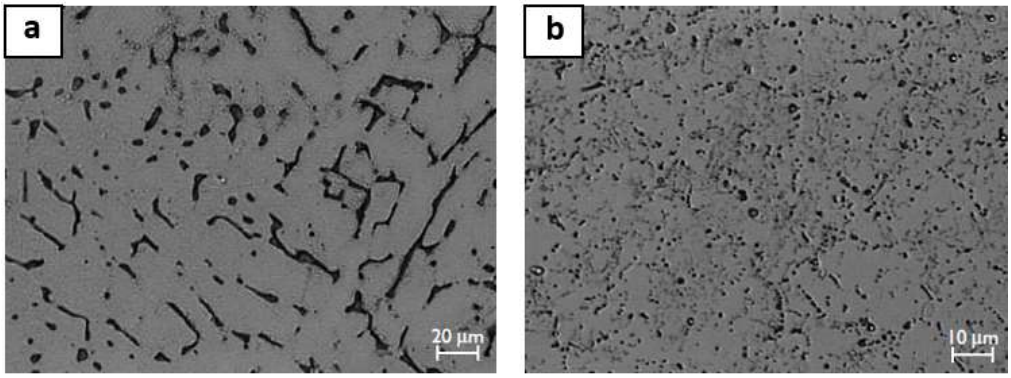


Figura 1.21 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.100ºC por: a) 1h; b) 5h (TAVARES, 2008)

Silva (2007) avaliou os efeitos do tratamento térmico de solubilização sobre o crescimento de grãos nos AIA AISI 321 e AISI 347. A dissertação apresenta a temperatura críticas de crescimento de grão (T_{cg}) que marca a mudança no comportamento do crescimento de grão e a temperatura de dissolução das partículas de precipitados (T_s). A temperatura crítica de crescimento de grão (T_{cg}) varia com o aumento do tempo de solubilização e que resulta num aumento do coalescimento das partículas de precipitados. Para um maior tempo de solubilização; as partículas de precipitados têm mais tempo para coalescer, o que resulta na diminuição de sua eficiência em ancorar os contornos de grão e na facilitação do escape das partículas em temperaturas mais baixas. Para o AIA AISI 347 a T_s é 1334ºC e na Figura 1.22 verifica-se que aumentando o tempo de solubilização resulta na diminuição da temperatura crítica de crescimento de grão (T_{cg}) e aumento do tamanho do grão (SILVA, 2007).

.

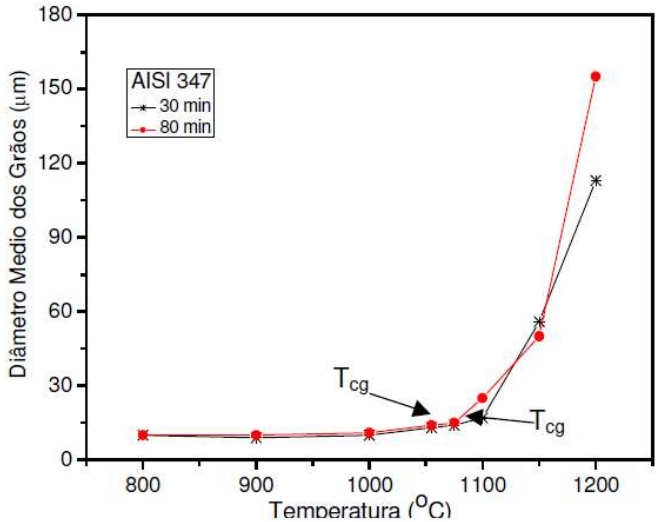


Figura 1.22 – Temperatura crítica de crescimento de grão (T_{cg}) para o AIA AISI 347: 30 min – 1075ºC; b) 80 min – 1050ºC (SILVA, 2007).

As Figuras de 1.23, 1.24 e 1.25 apresentam a microestrutura do AIA AISI 347 proveniente de tubo que foi solubilizado a 1.000ºC, 1.100ºC e a 1.200ºC por 30 minutos e 80 min respectivamente. A amostras foram atacadas com uma solução de 50% v/v (metade do volume de soluto e a outra metade é de solvente) de ácido nítrico visando observação dos contornos de grãos. (SILVA, 2007)

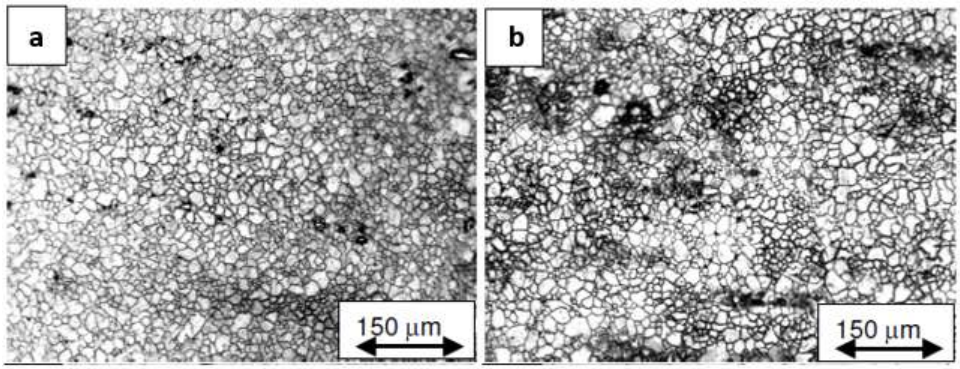


Figura 1.23 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.000ºC por: a) 30 min; b) 80 min (SILVA, 2007)

Na Figura 1.23, para temperatura menor que T_{cg}, a distribuição do tamanho de grão permaneceu homogênea e com o tamanho de grão médio aproximadamente constante, pois as partículas de carbetos de nióbio (NbC) ancoram os contornos de grão (SILVA, 2007).

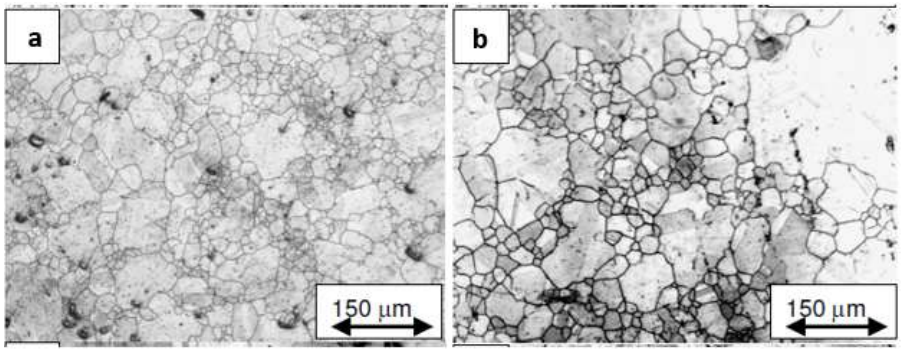


Figura 1.24 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.100ºC por: a) 30 min; b) 80 min (SILVA, 2007)

Na Figura 1.24, para temperaturas acima de T_{cg}, ocorre o fenômeno de recristalização secundária que se caracteriza por um crescimento anormal de alguns grãos, enquanto a vizinhança permanece ancorada, produzindo uma distribuição de tamanho de grão altamente heterogênea. As partículas de carbetos de nióbio sofrem um progressivo coalescimento até sua dissolução nos contornos de grão (SILVA, 2007).

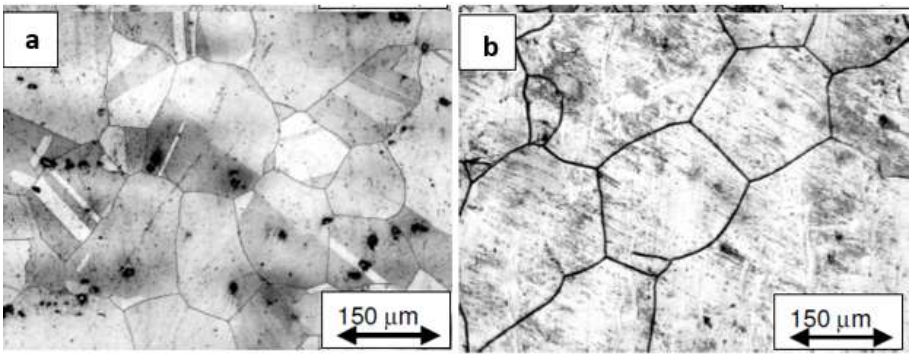


Figura 1.25 – Microestrutura de AIA AISI 347 fundido solubilizado a 1.200ºC por: a) 30 min; b) 80 min (SILVA, 2007)

Na Figura 1.25 o crescimento de grão continua com o aumento de temperatura; entretanto a distribuição do tamanho do grão fica homogêneo, assemelhando-se ao crescimento de grão normal, e torna-se grosseiro (SILVA, 2007).

1.3.2 – Estabilização

Para que os aços inoxidáveis austeníticos AISI 347 e AISI 321 possam ser utilizados em temperaturas na faixa de 500ºC a 800º C devem passar pelo tratamento térmico de estabilização.

O tratamento térmico de estabilização provoca a precipitação de carbetos NbC ou TiC; restringindo a presença de carbono livre, de forma que não fique carbono para formar com o cromo o carbeto $M_{23}C_6$. Após o tratamento térmico de solubilização, o tratamento térmico de estabilização é realizado na faixa de 850ºC a 950ºC (FREITAS, 2019). A estabilização sem prévia solubilização resulta em uma melhora pouco efetiva da resistência a corrosão intergranular. O tratamento de estabilização dissolve parte da ferrita delta e redistribui o nióbio na fase austenita. A Figura 1.26 mostra que as temperaturas de 925ºC e 950ºC promovem o menor grau de sensitização (KINA *et.al*, 2008).

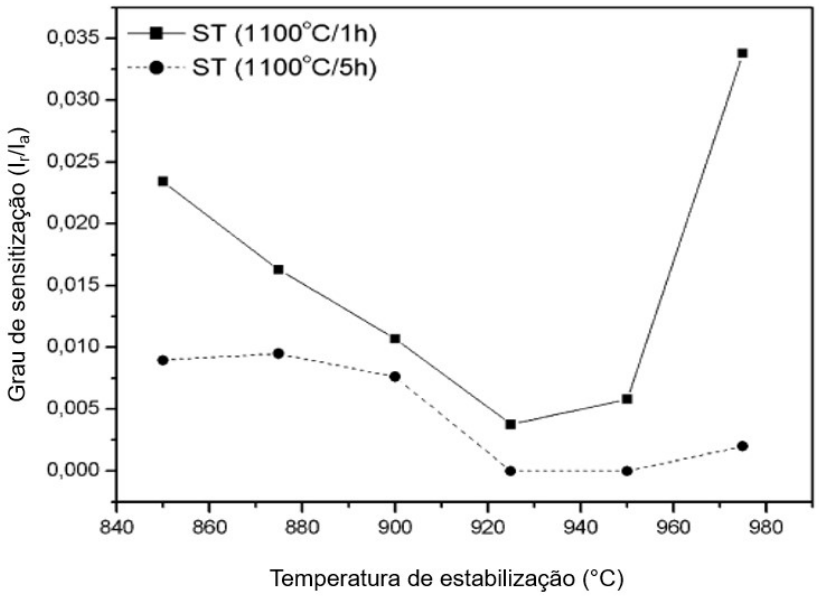


Figura 1.26 - Grau de sensitização em função da temperatura do tratamento térmico de estabilização para amostras anteriormente solubilizadas a 1100°C por 1h e 5h (KINA *et al*, 2008).

É importante ressaltar que o nitrogênio também pode estar dissolvido no AIA AISI 347 e formar partículas Nb (N, C), desta forma o teor de nióbio na liga deve apresentar 10 vezes (C + N) em peso, para que o material contenha nióbio suficiente para combinar com todo o carbono presente estequiometricamente (KINA *et al*, 2008; CHANDRA *et al*, 2013; ASM, 2008).

1.4 - Aços inoxidáveis austeníticos estabilizados

Os aços inoxidáveis austeníticos estabilizados são materiais que apresentam uma ampla variedade de aplicações, sendo as duas designações mais utilizadas o AISI 321 e o AISI 347. O AISI 321, estabilizado ao titânio, e o AISI 347, estabilizado ao nióbio, muitas vezes são utilizados em equipamentos submetidos a altas temperaturas devido a sua elevada resistência à fluência, característica atribuída aos finos carbetos de Ti e Nb precipitados nos contornos de grão de uma estrutura CFC (MOURA *et al,* 2008).

1.4.1- AISI 347

O aço inoxidável AISI 347 (18Cr – 12Ni – Nb) tem sido largamente utilizado em aplicações de alta temperatura por longo períodos de tempo de operação, como por exemplo, na fabricação de componentes da indústria aeroespacial e em sistemas de exaustão a quente, sobretudo devido a sua boa resistência à fluência, boa conformabilidade, alta resistência à corrosão e elevada dureza em temperaturas criogênicas, a quantidade de nióbio do AISI 347 é normalmente entre oito e dez vezes o teor de carbono (JHA *et al*, 2008) (KÄLLQVIST &. ANDRÉN, 1999).

Nas Tabelas 1.7 e 1.8 as propriedades físicas e mecânicas e em elevadas temperaturas, respectivamente, do AIA AISI 347.

Tabela 1.7 – Propriedades físicas e mecânicas do AISI 347 (VIRGAMET, 2024)

Limite de resistência	LR	510 - 740 MPa
Limite de escoamento	$LE_{p0.2}$	≥ 205 MPa
Dureza		≤ 230 HB
Modulo de elasticidade	*E*	200 GPa
Alongamento	AL	≥ 40%
Densidade	ρ	7,90 kg/dm³
Capacidade térmica	$c_{p20℃}$	500 J · kg^{-1} · K^{-1}
Condutividade térmica	λ	15 W · m^{-1} · K^{-1}

Tabela 1.8 – Propriedade do AISI 347 em temperaturas elevadas (VIRGAMET, 2024)

Propriedades		Temperatura				
		100℃	200℃	300℃	400℃	500℃
Coeficiente linear de expansão	α_L	$16.0 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$	$16.5 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$	$17.0 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$	$17.5 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$	$18.0 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$
Limite de escoamento	LE	≥ 175 MPa	≥ 155 MPa	≥ 136 MPa	≥ 125 MPa	≥ 119 MPa
Modulo de elasticidade	*E*	194 GPa	186 GPa	179 GPa	172 GPa	165 GPa

O aço inoxidável AISI 347 tem várias aplicações devido à combinação única de suas propriedades mecânicas e químicas, na Tabela 1.9 algumas vantagens e desvantagens (MEITUO STEEL, 2024).

Tabela 1.9– Prós e contras do AIA AISI 347 (MEITUO STEEL, 2024)

Aspecto	Vantagens	Desvantagens
Resistencia a corrosão	Excelente, especialmente em ambiente expostos a altas temperaturas	Custo relativamente alto em comparação com outros aços de propriedade mecânicas similares
Soldabilidade	Boa Soldabilidade	Requer pré-aquecimento e tratamento pós-soldagem
Estabilidade de temperatura	Mantem a resistência em altas temperaturas	Pode ser difícil de usinar.
Propriedades mecânicas	-Resistencia a tração: aproximadamente 515 MPa -Limite de escoamento: aproximadamente 205 MPa -Alongamento: de 40% em 50mm. -Dureza: Brinell de 201	Custo relativamente alto em comparação com outros aços de propriedade mecânicas similares

Na Tabela 1.10 algumas das aplicações devido à resistência a corrosão e capacidade de suportar altas temperaturas.

Tabela 1.10– Aplicações do aço inoxidável AISI 347 (MEITUO STEEL, 2024)

Setor industrial	Aplicação
Petróleo e gás	Adequado para oleodutos e plataformas off-shore.
Equipamentos de processamento químico	Usado em tanques, tubulações e trocadores de calor devido à sua resistência à corrosão.
Componentes aeroespaciais	Ideal para peças exportas a altas temperaturas.
Geração de energia	Empregado em lâminas de turbinas e outros componentes de usinas de energia.
Processamento de alimentos	Utilizado em equipamento que exigem higienização e durabilidade.
Produtos farmacêuticos	Aplicado em equipamentos onde a prevenção de contaminação é crítica.
Sistemas de exaustão automotivos	Usado para peças que devem suportar altas temperaturas e gases corrosivos

Além das aplicações mencionadas, o AIA AISI 347 demostra versatilidade como sua ampla gama de formas e produtos: folhas, placas, tubos, barras e pós para manufatura aditiva e outras aplicações. Na Tabela 1.11 os pós metálicos e seus usos específicos (MEITUO STEEL, 2024):

Tabela 1.11 – Pós metálicos do AISI 347 e aplicações (MEITUO STEEL, 2024)

Designação	Aplicação
AISI 347-LP *("Low-Particle")*	Baixa partícula: Otimizado para impressão de alta resolução com tamanho mínimo de partículas
AISI 347-HP *("High-Performance*")	Alto desempenho: Propriedades mecânicas aprimoradas para aplicações exigentes.
AISI 347-CF (*Corrosion-Resistant Fine*)	Fino resistente a corrosão: Ideal para ambientes que exigem detalhes finos e alta resistência à corrosão.
AISI 347-AP *("Additive Printing*")	Impressão aditiva: Projetado especificamente para impressão 3D e manufatura aditiva
AISI 347-TF *("Thermal Fatigue Resistant*")	Resistente à fadiga térmica: Projetados para suportar ciclos térmicos e fadiga.
AISI 347-SP ("*Surface Polished*")	Superfície polida: oferece um acabamento superior para aplicações que exigem superfícies lisas.
AISI 347-WP ("*Wear-Resistant Powder*")	Pó resistente ao desgaste: maior resistência ao desgaste para éças sujeitas a atrito.
AISI 347-HT ("High Temperature")	Alta temperatura: Desempenho ideal em temperaturas elevadas.
AISI 347-MP ("*Multi-Purpose*")	Multiuso: pó versátil adequado para uma variedade de aplicações
AISI 347-FG ("*Fine Grain*")	Grão fino: garante estrutura de grãos finos para fabricação precisa.

O AIA AISI 347 é utilizado mundialmente, conforme pode ser verificado na Tabela 1.12 que apresenta substitutos, equivalente e as designações correspondentes de cada país bem como suas respectivas normas de referência.

Tabela 1.12– Substitutos, equivalente e outras designações do aço AISI 347 em diversos países (VIRGAMET, 2024; METALDATA.INFO, 2024)

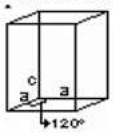
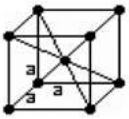
País	Norma de referência	Designação do aço							
		Composição química (peso em %)							
		C:	Mn:	Si:	P:	S:	Cr:	Ni:	Nb:
POLONIA	PN	0H18N12Nb							
		<0.080	<2.00	<0.80	<0.045	<0.03	17.00 - 19.00	10.00 - 13.00	<1.10
ALEMANHA	DIN/EN	X6CrNiNb18-10 - X 6 CrNiNb 18-10 - 1.4550							
		<0.080	<2.00	<1.00	<0.045	<0.015	17.00 - 19.00	9.00 - 12.00	<1.00
ALEMANHA	LW	1.4546 - X5CrNiNb18-10							
		<0.080	<2.00	<1.00	<0.045	<0.030	17.00 - 19.00	9.00 - 11.50	<1.00
ALEMANHA	DIN	18-10 Nb - 18-10Nb - 18/8Nb							
		<0.08	<2.00	<1.00	<0.045	<0.015	17.00 - 19.00	9.00 - 12.00	<1.00
COMITE EUROPEU DE NORMALIZAÇAO - CEN	EN	X10CrNiNb18-10							
		<0.12	<2.00	<1.00	<0.045	<0.030	17.00 - 19.00	9.00 - 12.00	<0.80
RUSSIA	GOST	08Ch18N10B - 08Kh18N10B - 08X18H10Б							
		<0.08	<2.00	<0.80	-	-	17.00 - 19.00	9.00 - 11.00	<1.00
FRANÇA	AFNOR	Z 6 CNNb 18-10 - Z6CNNb18-10							
		<0.06	<2.00	<0.75	<0.040	<0.015	17.00 - 19.00	9.00 - 11.00	<1.00
ESLOVAQUIA	ČSN / STN	S 07Cr20Ni10Nb1 - S07Cr20Ni10Nb1							
		<0.07	1.20 - 2.50	0.20 - 0.70	<0.025	<0.018	17.80 - 20.70	8.75 - 11.25	<1.25
CHINA	GB/T	06Cr18Ni11Nb - S34778							
		<0.08	<2.00	<1.00	<0.035	<0.03	17.00 - 19.00	9.00 - 12.00	<1.10
EUA	AISI	AISI 347 - TP347							
		<0.08	<2.00	<1.00	<0.045	<0.03	17.00 - 20.00	9.00 - 13.00	<1.10
EUA	SAE	347H - 347 H							
		0.04 - 0.10	<2.00	<0.75	<0.04	<0.03	17.00 - 20.00	9.00 - 13.00	<1.00
EUA	UNS	S34700 - S 34700							
		<0.08	<2.00	<1.00	<0.045	<0.03	17.00 - 20.00	9.00 - 13.00	<1.10

1.5 - Transformação martensítica por deformação a frio

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 301, 304, 316 e 321; dentre outros, são suscetíveis de transformação martensítica induzida por deformação. Esse tipo de transformação pode levar pode levar a efeitos positivos e negativos para um metal. No efeito positivo verifica-se a elevação da dureza e a indução de efeitos de plasticidade (*TRIP*) o qual aumenta a resistência. Como efeito negativo, a redução relativa da ductilidade, aumentos locais na dureza devido a deformação plástica, perda de tenacidade, gerar distorção geométrica, perda de resistência a corrosão e a corrosão sob tensão.

Na transformação martensítica induzida por deformação a austenita transforma-se em martensita via deslocamento do plano atômico. Na Tabela 1.13 tem-se a transformação dois tipos de martensita que podem ser formados a partir da austenita: a martensita ε que é paramagnética que precipita na forma hexagonal compacta (HC) e a martensita α' que é ferromagnética, precipita na forma cúbica de corpo centrado (CCC) e com a mesma configuração cristalográfica de ferrita (SMAGA *et al.,* 2008).

Tabela 1.13 – Fases da transformação martensítica induzida por deformação (BLEICHER e SASAKI, 2000; PADILHA e GUEDES, 2004)

	Estrutura	Parâmetro de rede	Propriedade magnética
Austenita γ	Cúbica de Face Centrada - CFC 	a=0,3588	Paramagnética
Martensita ε	Hexagonal Compacta - HC 	a = 0,3588 nm c = 0,4114 nm	Paramagnética
Martensita α'	Cubica de Corpo Centrado - CCC 	a = 0,2872 nm	Ferromagnética

A região transformada apresenta mudança de forma, passando a apresentar elevada resistência mecânica devido ao elevado número de discordâncias. A Figura 1.24 apresenta um modelo básico da transformação martensítica.

A ocorrência e quantidade de α' e ε dependem da composição do aço, energia de falha de empilhamento (EFE), da quantidade, temperatura, velocidade e modo de deformação (PADILHA e GUEDES, 2004):

- A composição do aço se relaciona com a ocorrência de martensitas, onde estudos geraram equações empíricas para determinar as temperaturas de transformação martensítica Ms(α') e Md(α').
- A dependência da ocorrência da fase ε com a energia de falha de empilhamento (EFE) é grande, onde ligas com EFE menor que 50 mJm^2 formam a fase α' e ε e EFE menor que 50 mJm^2 maior que 50 mJm^2 formam apenas fase α'
- Com aumento da velocidade de deformação, aumento do grau de deformação e diminuição da temperatura de deformação; a quantidade de martensita aumenta. Neste mecanismo a formação das fases α' e ε ocorrem de forma simultânea.

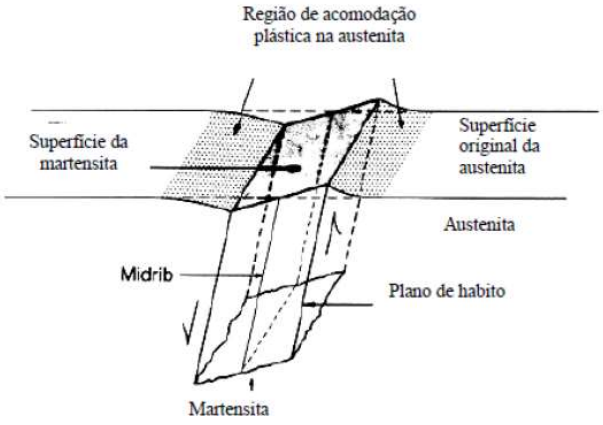


Figura 1.27 – Modelo de transformação martensítica (GILAPA, 2011)

Na Figura 1.27, o plano de hábito é a interface entre a fase original (austenita) e a fase produto (martensita). Estes planos em que as ripas de martensita se formam geralmente são considerados um plano não distorcido. Entretanto, existe uma deformação microscópica que ocorre na formação da ripa de martensita devido a movimentação dos átomos que cisalham em paralelo ao plano de hábito. Este tipo de deformação é conhecido como deformação plena invariante (GILAPA, 2011).

A transformação martensítica pode ocorrer de três maneiras (LICHTENDELD et al.,2006): transformação espontânea (térmica), nucleação assistida por tensão e nucleação induzida por deformação (*TRIP*).

1.5.1 - Temperatura de transformação martensítica Ms e Md.

A transformação espontânea por temperatura inicia-se quando o material está em uma temperatura inferior à transformação martensítica (Ms) e, se completa quando a temperatura atinge uma temperatura limite de transformação que é chamada de M_f, onde $M_s > M_f$ (GILAPA, 2011). Neste estágio, a força motriz química (ΔG) é suficiente para a formação das primeiras ripas de martensita, não sendo necessárias à aplicação de tensão (Figura 1.28b). Neste caso, a nucleação de martensita se dá preferencialmente nos defeitos do reticulado cristalino em arranjos metaestáveis que favorecem à sua formação. Nestas condições, a formação de martensita cessa se o resfriamento dor interrompido e a temperatura mantida constante. A martensita se forma neste estágio (em baixas temperaturas) mesmo na ausência de deformação plástica, já no caso da formação de martensita α' uma deformação plástica devera se imposta.

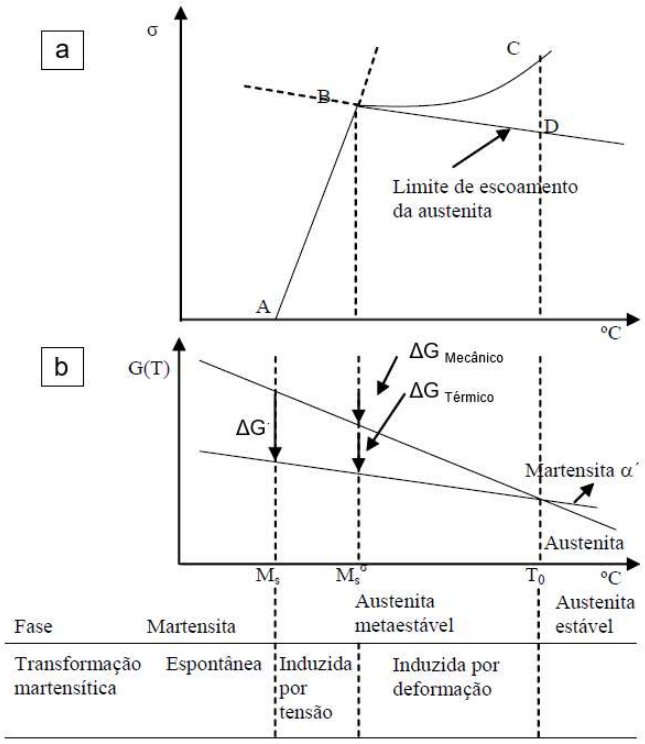


Figura 1.28 – Diagrama esquemático (a) Tensões críticas para iniciar a transformação martensítica em função da temperatura. (b) Energia livre da austenita e da martensita em função da temperatura (GILAPA, 2011)

A análise da Figura 1.28 é importante para entender os fatores que impedem a ocorrência da mudança de fase. A inter-relação da Ms é fundamental, pois é um parâmento de estabilidade da austenita em relação à transformação no resfriamento. O valor de Ms com a composição química do aço. Nos AIAs o valor de Ms pode ser obtido através das equações empíricas 5, 6 e 7, cujo elementos de liga devem ser considerados em porcentagem em peso (ABREU *et al.,* 2007; GILAPA, 2011).

$$Ms=75(14{,}6-Cr)+110(8{,}9-Ni)+60(1{,}33-Mn)+50(0{,}047-Si)+3000[0{,}068-(C+N)] \quad (1.5)$$

$$Ms=1350-1665(C+N)-28(Si)-33(Mn)-42(Cr)-61(Ni) \quad (1.6)$$

$$Ms=1302-42(Cr)-61(Ni)-33(Mn)-28(Si)-1667(C+N) \quad (1.7)$$

Em temperaturas acima da máxima em que ocorre a formação da martensita α' induzida por deformação plástica (Md), a austenita se torna mais estável dificultando a formação de martensita em decorrência do aquecimento da peça durante o processo de deformação plástica.

O grau de estabilidade da martensita é muitas vezes avaliado pelo parâmetro Md_{30}, que é a temperatura na qual 50% da martensita α' é obtida para uma deformação verdadeira de 0,3 no ensaio de tração. As equações empíricas do valor de M_{d30} são apresentados nas equações 8 e 9 (ABREU *et al*., 2007; GILAPA, 2011).

$$M_{d30}(°C)=413-462(C+N)-9{,}2Si-8{,}1Mn-13{,}7Cr-9{,}5Ni-18{,}5Mo \quad (1.8)$$

$$M_{d30}(°C)=497-462(C+N)-9{,}2Si-8{,}1Mn-13{,}7Cr-9{,}5Ni-18{,}5Mo \quad (1.9)$$

A formação de martensita à temperatura ambiente é termodinamicamente possível, mas a força motriz para iniciar a mudança de fase não é suficiente para ocorrer espontaneamente (GILAPA, 2011). A Tabela 1.14 tem os valores de Ms e $Md30(°C)$ calculadas utilizando as equações 5, 6, 7, 8 e 9 conforme informações das referências listadas.

Tabela 1.14 – Valores de Ms e $Md30$(℃) (GILAPA, 2011; TAVARES, 2014)

Ident.	Ms			M_{d30}		Ref.
	Eq. 5 (ºC)	Eq. 6 (ºC)	Eq. 7 (ºC)	Eq.8 (ºC)	Eq.9 (ºC)	
AISI 321 Baixo carbono	-100,98	-21,76	-69,81	64,84	148,84	Tavares, 2014
AISI 321 Médio carbono	-189,15	-70,49	-118,60	52,16	136,16	
AISI 321 Alto carbono	-363,80	-167,46	-215,60	24,26	108,26	
304L	----	72,3	----	40,5	----	Krupp, 2010
304L	----	-135,0	----	35,0	2	Lichtenfeld, 2006
304	----	-173,0	----	20,0	-10	
304H	----	----	----	19,0	----	Rocha, 2006
304N	----	----	----	-7,6	----	
301LN	----	----	–161,8	19,1	----	Abreu et al., 2007
316L	----	----	–179,6	–67,1	----	
304	----	-240	----	-36,0	----	Peterson, 1997

1.5.2 - Energia de falha de empilhamento (EFE)

A formação de falhas de empilhamento está representada no diagrama esquemático da Figura 1.29 (DAS, 2015). As sequências regulares de empilhamento podem ser localmente alteradas por deformação plástica; por exemplo, dando origem a defeitos de empilhamento (PADILHA, 2007). A falha de empilhamento intrínseco é uma alteração do empilhamento resultante da retirada de parte de um plano de átomos, já a introdução de parte de um plano de átomos é chamada de falha empilhamento extrínseca.

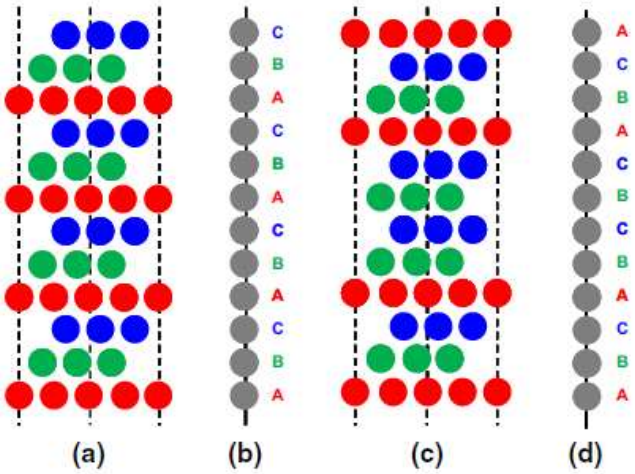


Figura 1.29 - Arranjo de empilhamento de configuração perfeita de estrutura CFC (a, b) e falha intrínseca de empilhamento (c, d) (DAS; 2015).

Como comentado, a susceptibilidade da transformação martensítica induzida por deformação aumenta com a diminuição do valor da energia de falha de empilhamento (EFE) (REICK et al., 1996). Isso explica o aço inoxidável AISI 316 (EFE ≈ 50mJ/m^2) é menos metaestável que o aço AISI 304 (EFE ≈ 18 mJ/m^2).

Várias equações foram propostas na literatura em termos de determinar a EFE em função dos elementos presentes na liga. A equação 10 foi proposta por Pickering, (1985) e a equação 11 por Scharam & Reed (1975):

$$EFE = 25{,}7 + 2.(\%Ni) + 410(\%C) - 0{,}9(\%Cr) - 77(\%N) - 13.(\%Si) - 1{,}2.(\%Mn)\ (mJ/m2) \quad (1.10)$$

$$EFE = -53 + 6{,}2(\%Ni) + 0{,}7(\%Cr) + 3{,}2(\%Mn) + 9{,}3\%(Mo)\ (mJ/m2) \quad (1.11)$$

Os AIAs têm relativamente baixas energias de falha de empilhamento, geralmente menor que 100 mJ/m2 (Yang & Spruiell, 1982).

A Tabela 1.15 apresenta as EFE calculadas pela equação proposta por Scharam & Reed (1975) de alguns aços austeníticos da classe 300 (PADILHA *et al*., 2003; TAVARES, 2014).

Tabela 1.15 – EFE de alguns AIA conforme (PADILHA *et al*., 2003; TAVARES, 2014)

UNS	Ident.	EFE (mJ/m2)	Percentual em peso do elemento (%). Fe balanço							Ref.
			C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Other	
S30100	**AISI 301**	<16	<0.15	<2.0	<1.0	16.0-18.0	6.0-8.0	---	---	Padilha, 2003
S30400	**AISI 304**	9.2 – 32.5	<0.08	<2.0	<1.0	18.0-20.0	8.0-10.5	---	---	
S30409	**AISI 304L**	9.2 – 41.8	<0.03	<2.0	<1.0	18.0-20.0	8.0-12.0	---	---	
S31600	**AISI 316**	34.6 – 80.7	<0.08	<2.0	<1.0	16.0-18.0	10.0-14.0	2.0-3.0	---	
S31603	**AISI 316L**	34.6 – 80.7	<0.03	<2.0	<1.0	16.0-18.0	10.0-14.0	2.0-3.0	---	
S32100	**AISI 321**	14.7 – 41.1	<0.08	<2.0	<1.0	17.0-19.0	9.0-13.0	---	Ti>5X%C	
S34700	**AISI 347**	14.7 – 47.3	<0.08	<2.0	<1.0	17.0-19.0	9.0-13.0	---	Nb>10X%C	
S37000	**370** * *Especificação nuclear alemã	56.4 – 73.4	0.08-0.12	<2.0	0.3-0.55	14.5-15.5	14.5-15.5	1.0-1.4	Ti=0.3-0.55	
S37000	**370**	65.0 – 76.5	0.08-0.12	1.6-2.0	0.25-0.45	14.5-15.5	15.0-16.0	1.05-1.4	Ti=0.35-0.55	
S32100	**AISI 321** Baixo carbono	19,45	0.015	0,853	0,522	17,110	9,220	0,062	**Ti:** 1,100 **N:**0,014 **S:** 0,002 **P**: 0,032	Teixeira Tavares, 2014
S32100	**AISI 321** Médio carbono	20,11	0.035	1,500	0,410	17,160	9,080	----	**Ti:** 0,380 **N:**0,016 **S:** 0,009 0,024	
S32100	**AISI 321** Alto carbono	28,23	0.064	1,654	0,303	17,527	9,793	0,317	**Ti:** 0,450 **N:**0,008 **S:** 0,006 **P**: 0,028	

1.5.3 - Influência de elementos de liga na Energia de falha de empilhamento (EFE)

Yang & Spruiell (1982) que estudaram os AIA AISI 304, 316 e cinco ligas de laboratório; encontraram uma forte dependência da EFE com o teor de carbono.

A Figura 1.30 mostra os efeitos dos elementos de liga na EFE, apresentando o resultado da adição dos elementos Cu, Cr, Al e Si em aços inoxidáveis austeníticos. Petrov (2003) deduziu que a influência do cromo é bastante fraca. Já Dumay *et al.* (2008) estudaram que o cobre e alumínio aumentam o EFE, ao contrário ao cromo. O Silício tem um efeito complexo na EFE, aumentando a EFE para pequenas quantidades e diminuindo-as em quantidades maiores de aproximadamente 4% em massa.

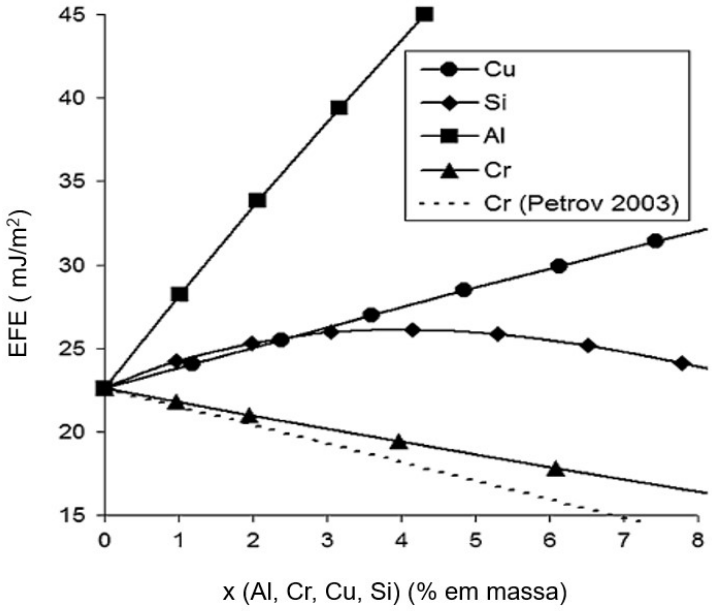


Figura 1.30 - Influência dos elementos de liga na EFE (DUMAY *et al.*, 2008)

A Tabela 1.16 mostra valores de EFE e EFEc (energia de falha de empilhamento intrínsecos do carbono), para o AIA AISI 321 com percentual diferentes de carbono, calculados respectivamente pela equação proposta por Pickering (1985) e pelo seu termo que contém o carbono. Tavares (2014) constatou a influência significativa do teor de carbono no valor da EFE e este refletiu na transformação martensítica das ligas

Tabela 1.16 – EFE e EFEc do AIA AISI 321 (TAVARES, 2014)

Identificação	EFE (mJ/m2)	EFEc (mJ/m2)	Influência do C na EFE (%)	Percentual em peso do elemento (%). Fe balanço									
				C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Ti	N	S	P
AISI 321 Baixo carbono	25,91	6,05	23,35	0.015	0,853	0,522	17,110	9,220	0,062	1,100	0,014	0,002	0,032
AISI 321 Médio carbono	34,40	14,35	41,72	0.035	1,500	0,410	17,160	9,080	----	0,380	0,016	0,009	0,024
AISI 321 Alto carbono	49,26	26,32	53,43	0.064	1,654	0,303	17,527	9,793	0,317	0,450	0,008	0,006	0,028

Das (2015) em sua revisão bibliográfica sobre efeitos do aumento do carbono em AIAs observou muitas divergências entre trabalhos publicados e; que devido à falta de dados experimentais para utilizar em sua análise estatística, indicou em seu estudo que não existe variação da EFE em função do carbono.

Bellefon *et al.* (2016) através de regressão linear e não-linear; proveniente de equações da literatura utilizadas para estimar EFE a partir da composição química, analisaram os aços austeníticos AISI 304, 316 e suas versões que contém baixo carbono. Observa-se na Figura 1.31 um efeito significativo na EFE proveniente da interação sinérgica entre Mo e C, mas que os mesmos sozinhos têm um efeito muito leve nos aços da amostra considerada.

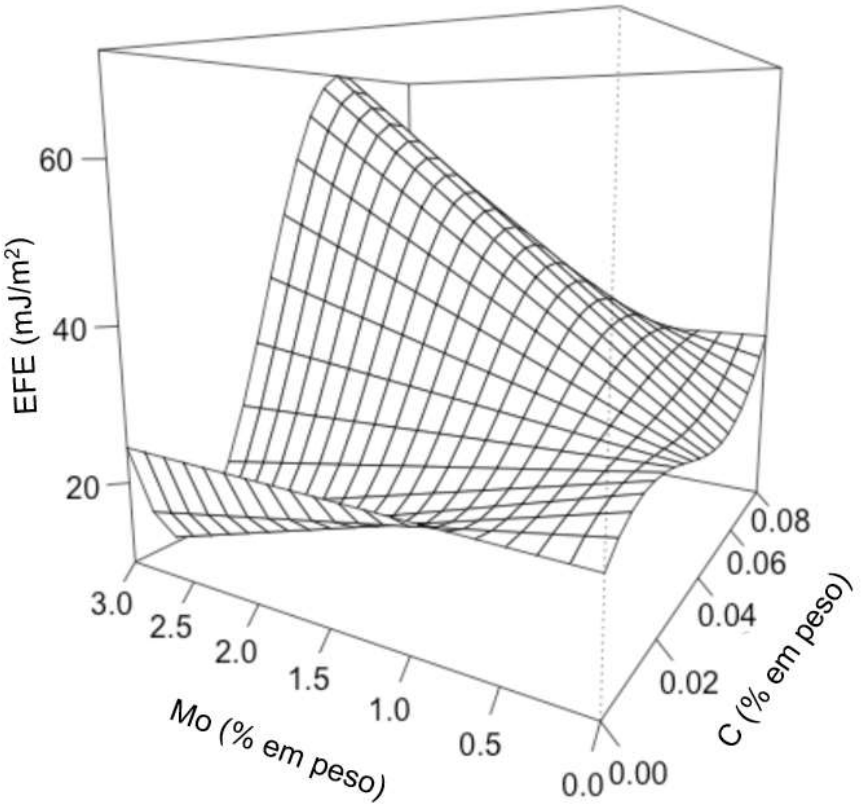


Figura 1.31 - Impacto das variações da concentração de C e Mo em EFE para um aço 316 (BELLEFON *et al*., 2016)

Ogawa *et al*. (2017) observaram em aços austeníticos que o teor de carbono afeta e estabilização da austenita e da martensita ε, aumentando a tendência de formação de martensita induzida por deformação

Pardal *et al*. (2020) concluíram que o aumento no teor de carbono em aços austeníticos estabilizados ao titânio aumenta a energia de falha de empilhamento resultando no atraso de transformação de γ → α'.

Yaji Li *et al.* (2022) observaram num AIA AISI 301 com diferentes percentuais de silício, redução da energia de falha de empilhamento como um aumento no percentual de no silício. O aumento no teor de silício propiciou uma melhor nucleação de martensita, resultando numa microestrutura martensítica com distribuição mais uniforme e de mais quantidade. Na Figura 1.32 a energia de falha de empilhamento para o AIA AISI 301-L-Si (0,58% em peso SI) e AISI 301-H-Si (1,41 % em peso de Si).

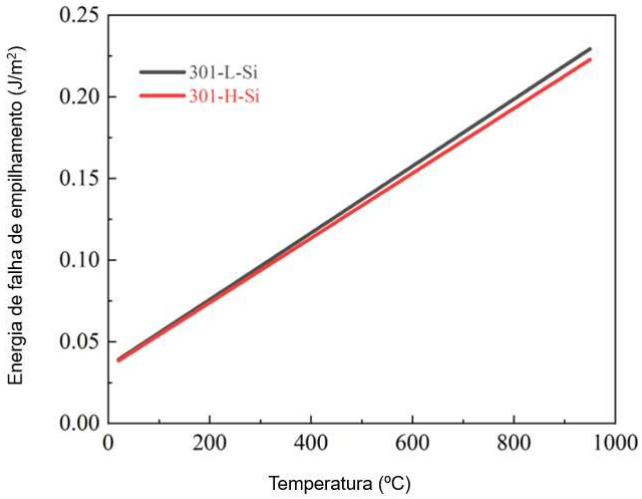


Figura 1.32 – EFE para AIA AISI 301 com baixo e alto teor de silício (YAJI LI *et al.;* 2022).

1.6 - Caracterização por medida de dureza.

Tavares *et al.* (2006) avaliaram comparativamente a susceptibilidade de transformação martensítica no AIA AISI 304L e no AID UNS S31803 por meio do incremento do valor de microdureza na austenita em função da deformação plástica imposta.

Os valores de microdureza obtidos assim como o percentual de martensita presente no material são apresentados de forma conjunta na Figura 1.33, destacando-se que a microdureza da fase austenítica do AID é significativamente maior quando comparada com o AIA AISI 304L para a condição de ε_v igual a zero.

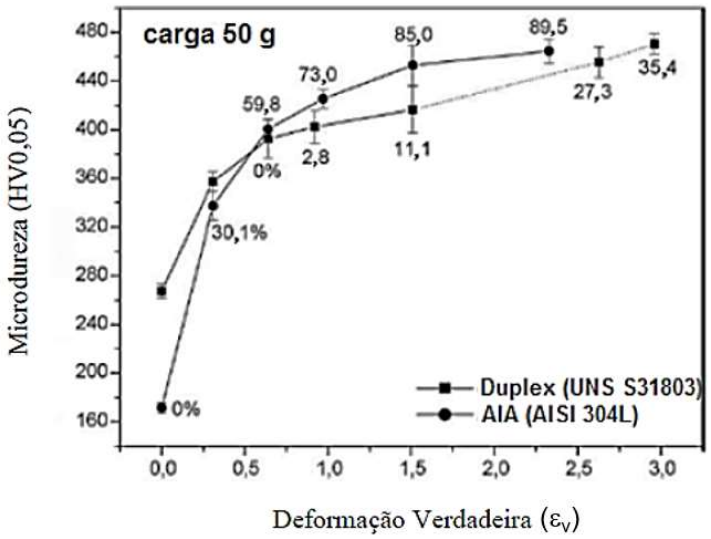


Figura 1.33 - Evolução da microdureza e percentual de transformação da martensita em função da deformação verdadeira imposta (Adaptada de TAVARES *et al.,* 2006).

Através da análise comparativa da Figura 1.33, fica evidente que o aço AISI 304L apresenta uma maior taxa inicial de endurecimento por trabalho a frio devido a uma maior metaestabilidade da fase austenítica. Enquanto o AID não experimentou transformação martensítica alguma em estágios iniciais de deformação, o AISI 304L teve transformação para martensita de 59,8% conduzindo a valores de dureza próximos em ambos os materiais de estudo (TAVARES *et al.*, 2006).

Herrera Pulgarín (2006) estudou os aços 304L e AISI 316L solubilizados a 1100°C por uma hora, tratados termicamente antes da laminação em temperaturas subzero (-196°C por 2 horas em nitrogênio líquido) e morno (100ºC por 1 hora em água fervente; 200ºC por 40 minutos em forno tipo mufla) e deformados em várias temperaturas (25°C, -196°C, 100°C e 200°C). Materiais com estrutura CFC e baixa energia de falha de empilhamento (EFE) apresentam maior endurecimento por deformação e maior susceptibilidade para formação da martensita α' que materiais com alta EFE e isto foi observado nos aços 304L (EFE = 17,095 mJ/m^2) e 316L304L (EFE = 44,635 mJ/m^2), com baixa e média EFE respetivamente (Herrera Pulgarín, 2006). A Figura 1.34 apresenta a microdureza versus a redução de espessura em percentual.

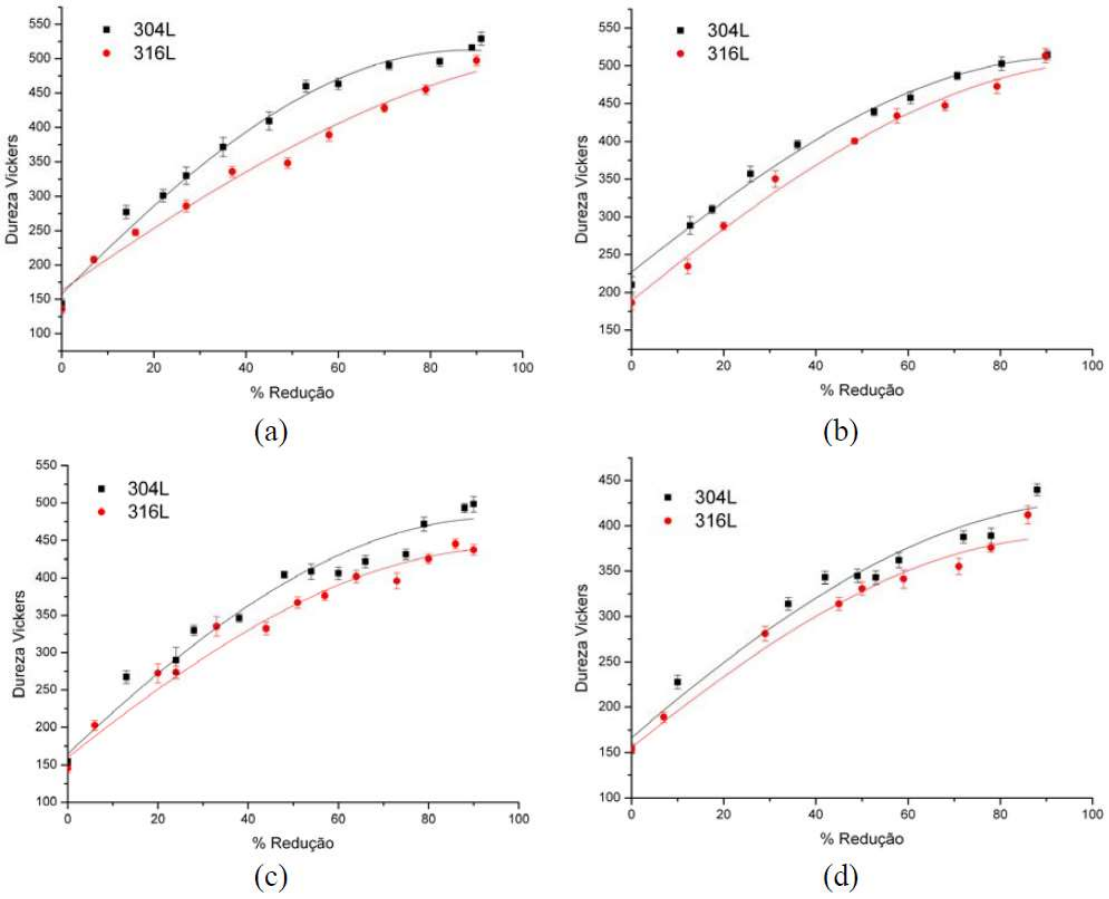


Figura 1.34 – Evolução da microdureza versus redução percentual da espessura dos aços 304L e 316L: (a) -196ºC (b) 25ºC (c) 100ºC (d) 200ºC (Herrera Pulgarín, 2006).

1.7 - Determinação da fração de martensita por medição em ferritoscópio

Os trabalhos de Talonen *et al.* (2004) Beese (2008) Beese & Mohr (2011) ressaltam a ferritoscópia como um ensaio simples e direto de caracterização, cuja medida é baseada na permeabilidade magnética (depende da fase ferromagnética) do material, sendo apenas afetado por um fator de correção de 1,7 na leitura da medida percentual após a realização da calibração com blocos padrões do próprio equipamento. Este valor foi obtido por Talonen et al. (2004) correlacionando o percentual de austenita transformada em martensita (α') obtida pelas técnicas de balanço magnético com a leitura percentual obtida no ferritoscópio (LF) em amostras dos aços AISI 304 e 301LN deformadas a frio por tração e laminação à temperatura ambiente. A Figura 1.35 exibe a forte correlação linear de avaliação até valores de leitura de 55% do ferritoscópio.

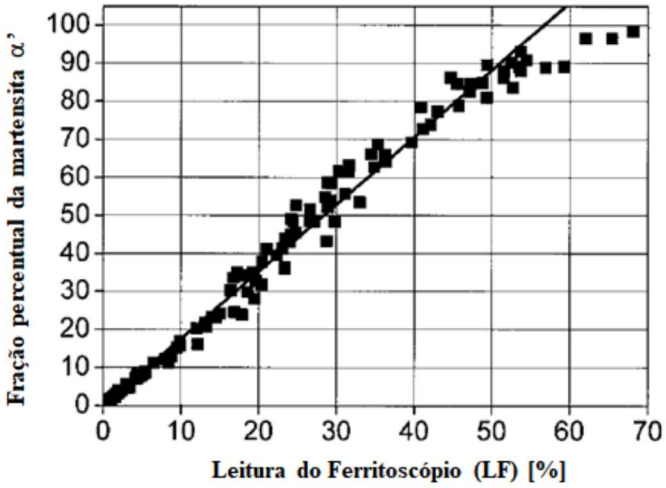


Figura 1.35 - Leitura do Ferritoscópio (LF) em função do teor de martensita obtida por balanço magnético (Adaptada de TALONEN *et al.*, 2004).

Beese (2008), Beese & Mohr (2011) ainda destacam as vantagens da caracterização volumétrica da transformação obtida pela ferritoscopia quando comparada com a técnica de difração de Raios-X (DRX) que se limita apenas à caracterização superficial da transformação influenciada ainda por fatores de preparação da superfície da amostra que podem afetar significativamente nos resultados assim obtidos em virtude da metaestabilidade da liga analisada.

1.8 - Caracterização por difração de raio-X (DRX)

O método de caracterização de difração de raio-X baseia-se na lei de Bragg, onde um feixe monocromático é gerado por um tubo de raio-X e incidido em uma direção na amostra a qual pode ser monocristalina, policristalina ou em pó.

Para a equação da Lei de Bragg tem-se estabelecido uma condição necessária, mas não suficiente, para que um feixe de raio X com comprimento de onda λ seja difratado, após incidir sobre um conjunto de plano (hkl), cuja distância interplanar é d_{hkl}, e fazendo ângulo θ em relação a esse plano a esse plano (RODRIGUES, 2018).

Equação da Lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\, sen\theta \qquad (1.12)$$

Onde:

n: número inteiro conhecido como ordem de reflexão;
λ: comprimento de onda;
d_{hkl}: distância entre os planos cristalino refletores;
θ: ângulo de incidência dos raio-X.

Considerando o esquema de um difratômetro da Figura 1.36, verificar-se que está chegando algum sinal difratado no detector de raio-X em função do ângulo 2θ e sua respectiva intensidade ao se colocar um detector da direção do feixe incidido e racioná-lo (B CULLITY, 1978; CALLISTER e RETHWIS, 2016). Caso a Lei de Bragg seja satisfeita, o feixe irá difratar. Entretanto pode ocorrer dispersão fora de fase em certos ângulos de Bragg, resultando na ausência de alguns feixes difratados (CALLISTER e RETHWIS, 2016).

Na literatura consultada o símbolo θ foi utilizado de dois formas, uma representando o ângulo segundo o qual a o critério de Bragg para difração é satisfeito e outra as posições angulares no difratômentro tanto da fonte de raio X como do contador em relação ao plano da superfície da amostra.

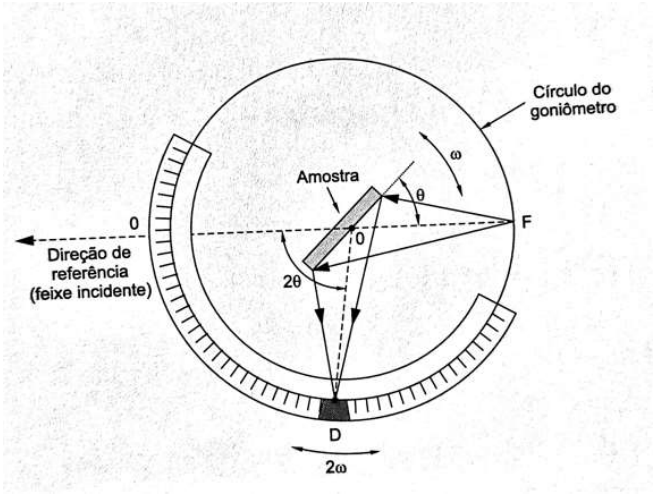


Figura 1.36 – Esquema de um difratômetro de raio X (RODRIGUES, 2018).

Um difratômento de raio X tem quatro partes principais: A fonte de raio X, o detector de raio X, o goniômetro e mesa do porta-amostra.

A difração de raio X tem sido utilizada na análise de quantificação de fase onde os difratogramas obtidos relacionam as posições de picos de difração com suas respectivas intensidades (CULLITY, 1978)

A caracterização pela técnica de difração por raios-X (DRX); quando comparada com a caracterização por técnicas magnéticas, possibilita a quantificação de fase paramagnéticas.

1.8.2 – Análise qualitativa

A análise qualitativa é a etapa onde as fases que compõe as amostras são identificadas e foi realizada utilizando o software que dispõe de bancos de dados com padrões de referência comerciais e livres (PDF2, ICSD, COD, etc.).

1.8.3 – Analise quantitativa pelo método de Refinamento de Rietveld

Após identificação das fases, os arquivos “CIF” (“Crystallographic Information Framework”) com a informação cristalográfica mais apropriadas são pesquisados visando realizar a etapa de quantificação das fases.

A técnica de refinamento de Rietveld é um método de quantificação que ocorre a comparação da difração de raio X coletada experimentalmente com um padrão de difração simulado a partir de um modelo cristalográfico, sendo este ajustado interativamente até que o padrão simulado se ajuste ao padrão experimental (SPEAKMAN, 2023).

1.8.3.1 - Indicadores numéricos para quantificar a qualidade do refinamento

O software ao realizar o refinamento de Rietveld informa indicadores numéricos para quantificar a qualidade do modelo adotado e o refinamento realizado como: R_p, R_{wp}, R_{exp} e o GOF (YOUNG, 1993).

Para o programa HihgScore, sugere-se de GOF ≤ 5 e o valor RWP ≤ 10 para que o refinamento seja considerado satisfatório (GAMA *et al.*, 2022)

O R_{wp} quantifica o resíduo ponderadamente, de modo que os pontos de dados de maior intensidade sejam mais relevantes do que os pontos de dados de baixa intensidade. O mesmo torna-se necessário devido ao ajuste dos picos serem mais importantes do que o ajuste do background. Entretanto, o R_{wp} é desfavorável em análises onde a informação importante está contida nos picos mais fracos (YOUNG, 1993).

O R_p quantificar a diferença entre os pontos de dados experimentais e os calculados, ponto a ponto; logo é o resíduo do refinamento por mínimos quadrados (YOUNG, 1993).

O R_{exp} é uma medida da qualidade do ajuste entre os dados experimentais e o modelo teórico, considerando a incerteza experimental. Os dados com intensidades de picos baixas ou com mais ruído terão um R_{exp} maior (YOUNG, 1993).

O GOF *(abreviação do inglês "goodness off it")* é uma medida global da qualidade o ajuste, que leva em consideração tanto a diferença entre as intensidades observadas e calculadas quanto o número de parâmetros livres no modelo, comparando o R_{wp} e R_{exp} (YOUNG, 1993).

1.8.4 – Difratrogramas de AIA

A técnica de caracterização por DRX possibilita quantificar a presença da martensita ε (paramagnética) que aparece em baixas deformações verdadeiras (baixo percentual de deformação) e da martensita α' (magnética). Nas Figuras 1.37, 1.38, 1.39, 1.40 e 1.41 tem-se difratogramas de aços inoxidáveis austeníticos provenientes da difração de raio-X.

O difratograma da Figura 1.37 é de um AIA AISI 201 modificado e com deformação verdadeira (ε_v) de - 0,0723, neste verifica-se a presença de picos de austenita e de martensita ε e α' (TAVARES et al, 2009).

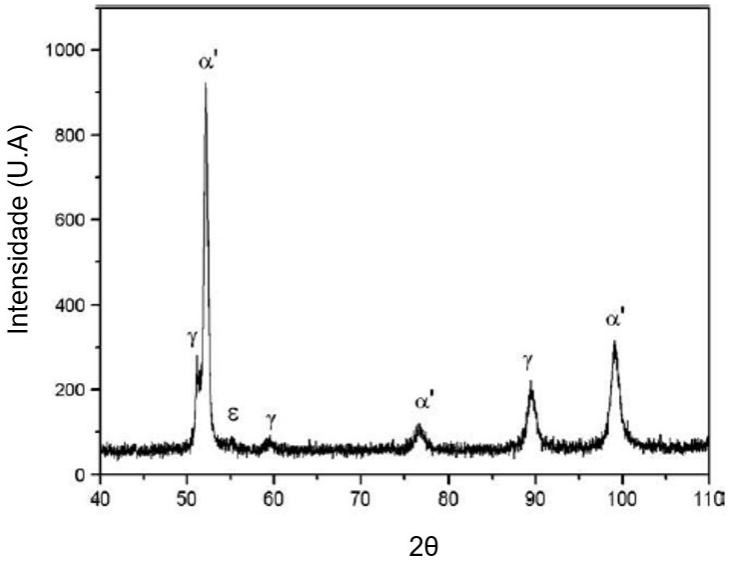


Figura 1.37 – Difratograma de AIA AISI 201(TAVARES *et al.*, 2009).

Os difratogramas da Figura 1.38 são de AIA AISI 304N e 304H no estado como recebido e tem-se: predominantemente picos de austenita, picos de martensita α´ (ferromagnética) e ε (paramagnética) (ROCHA, 2006).

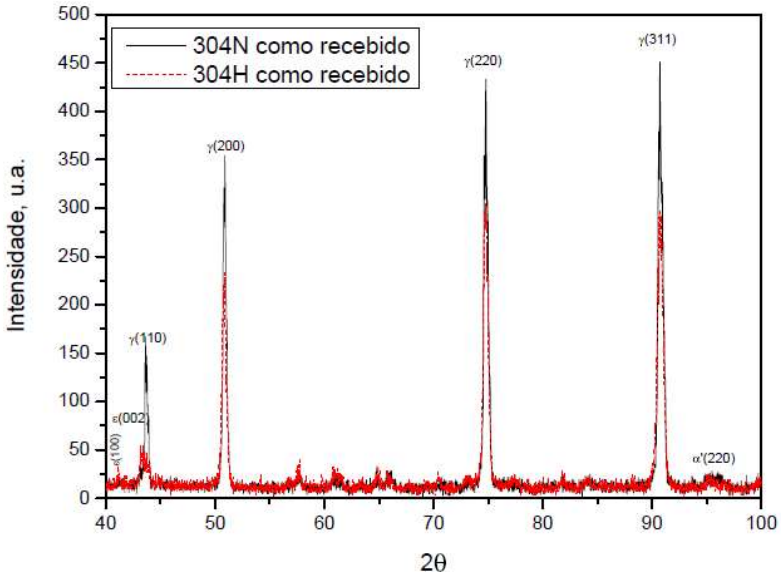


Figura 1.38 - Difratogramas de AIA AISI 304N e 304H na condição de como recebido (ROCHA, 2006)

Os difratogramas da Figura 1.39a e 1.39b são de AIA AISI 304N e 304H respectivamente, nestes verifica-se a presença de picos de austenita e de martensita ε e martensita α' (GILAPA, 2011).

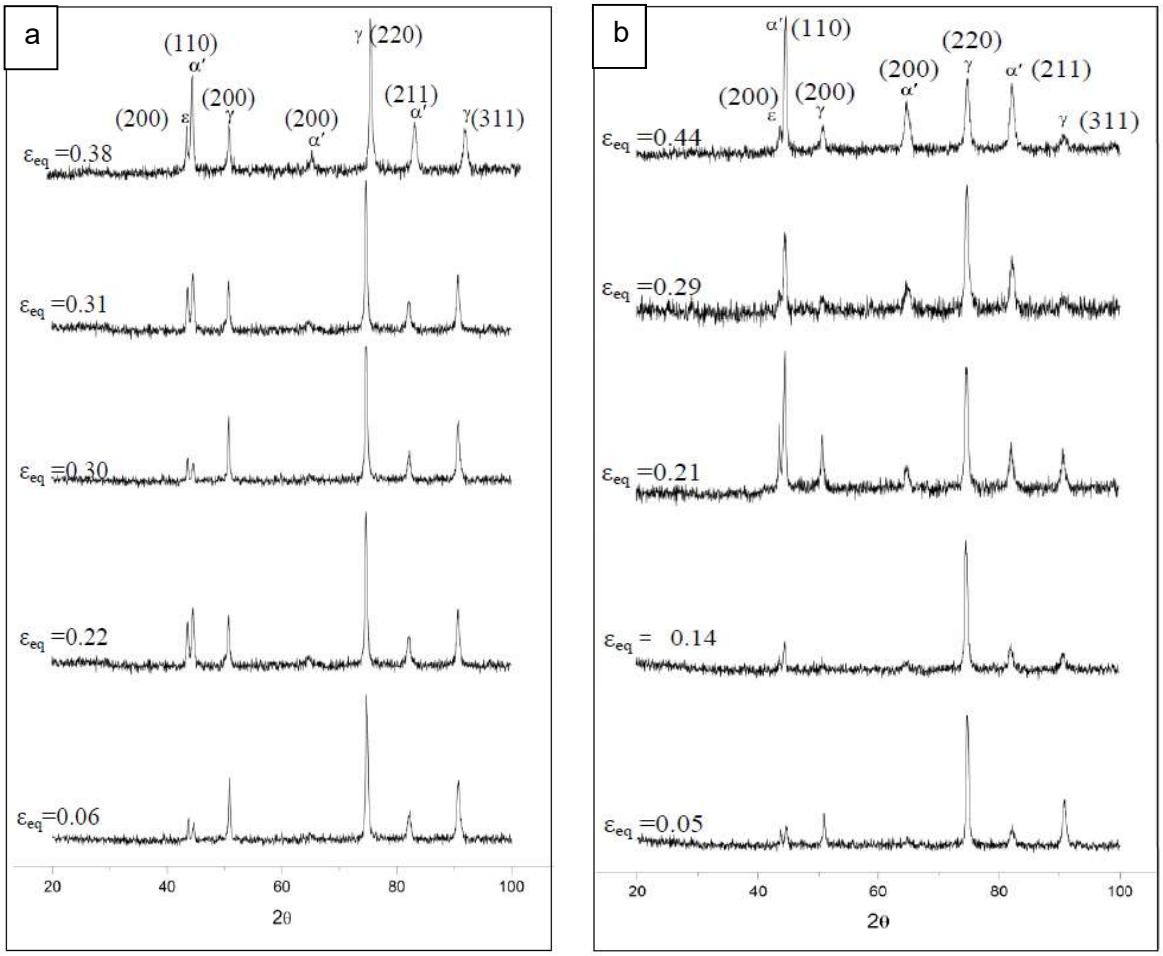


Figura 1.39 –Difratogramas: a) para o AIA 304 N, b) AIA 304 H (GILAPA, 2011)

Os difratogramas da Figura 1.40 são de AIA AISI 321 com alto teor de carbono (AC; 0,0642%C), com tratamento de solubilização à temperatura de 1100ºC durante 40 minutos e com de deformação verdadeiras (ε_v) de -0,33 e -2,29. Nestes observa-se a presença de picos de austenita e de martensita α'.

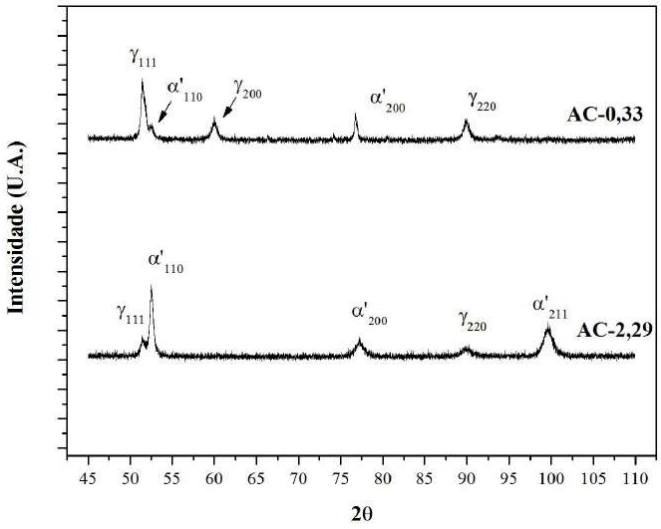


Figura 1.40 – Difratogramas de AIA AISI 321AC (TAVARES, 2014)

Já os difratogramas da Figura 1.41 são de AIA AISI 321 com baixo teor de carbono (BC; 0,0148%C), com tratamento de solubilização à temperatura de 1100ºC durante 40 minutos e com de deformação verdadeiras (ε_v) de 0,00, -0,33 e -2,29. Observa-se a presença de picos de austenita e de martensita ε e α (TAVARES, 2014).

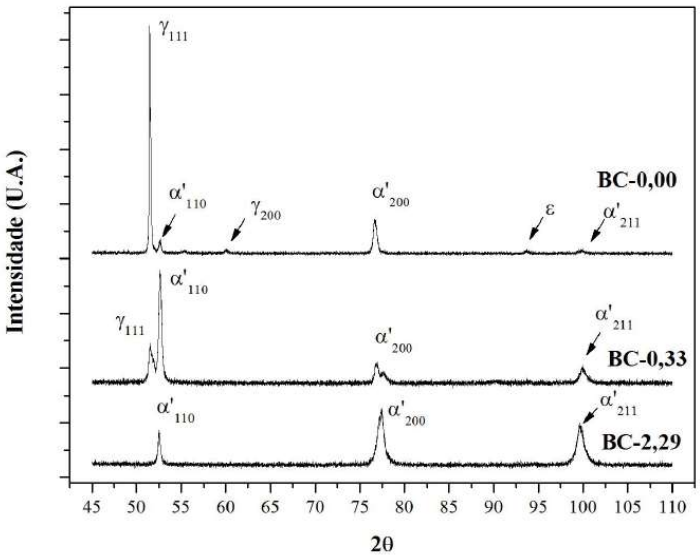


Figura 1.41 – Difratogramas de AIA AISI 321BC (TAVARES, 2014)

2- Materiais e Métodos

2.1 - Material

Foi utilizada uma placa laminada de aço inoxidável AISI 347, com dimensões 290 mm x 143 mm x 6 mm. A composição química, conforme o certificado do fabricante, é apresentada na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Composição química das placas como recebidas (%Fe em balanço).

Percentagem em Peso do elemento (%)									
Cr	**Ni**	**Mn**	**Si**	**Nb**	**C**	**S**	**P**	**Mo**	**Ti**
17,4153	9,0109	1,9279	0,3841	0,4791	0,0424	0,0006	0,0308	0,0515	0,0031

Al	**Cu**	**Co**	**V**	**Pb**	**B**	**Sn**	**W**	**N**	**Nb≥10C**
0,0035	0,0451	0,1989	0,044	0,0022	0,0006	0,003	0,0178	0,0165	0,4791

2.2 - Preparação das Amostras

Em função das características da entrada do laminador, foi realizado fresamento da superfície até a espessura próxima de 3,6 mm. Posteriormente foi realizado processo de corte para a produção de 22 amostras com as dimensões aproximadas de 10 mm x 10 mm x 3,6 mm.

2.3 - Tratamentos Térmicos

2.3.1 - Solubilização

O tratamento térmico de solubilização das amostras foi realizado em forno tubular em atmosfera controlada com gás argônio pertencente ao Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos (LABMETT), do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminense. O material foi dividido em dois grupos para execução do procedimento de solubilização em duas temperaturas diferentes (11 amostras à temperatura de 1100°C por 40 minutos, 11 amostras à temperatura de 1200°C por 40 minutos), já resfriamento posterior de todas as amostras foi feito na água à temperatura ambiente.

2.3.2 - Estabilização

Utilizando o mesmo forno descrito no item 2.3.1, foi realizado tratamento de térmico de estabilização à temperatura de 950°C por duas horas em 22 amostras, sendo 11 amostras solubilizadas a 1100°C e 11 amostras solubilizadas a 1200°C. O objetivo do tratamento de estabilização foi formar precipitados de nióbio no material estudado.

Objetivando a manutenção da rastreabilidade, após os tratamentos descritos acima (itens 2.3.1 e 2.3.2), as amostras foram identificadas de acordo com a Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Resumo dos tratamentos e identificação das amostras

Descrição dos tratamentos	Quantidade de amostras	Identificação
Solubilização a 1100ºC por 40 minutos + Estabilização a 950ºC por 2 horas	11	S11E
Solubilização a 1200ºC por 40 minutos + Estabilização a 950ºC por 2 horas	11	S12E

2.4 -Deformação a Frio das Amostras

As amostras solubilizadas e estabilizadas (grupos S11E e S12E) foram laminadas a frio na direção longitudinal utilizando o laminador elétrico LE 200, da CM Indústria de Máquinas Operatrizes Ltda, pertencente ao Laboratório de Usinagem (LABUS) do CEFET/RJ

Nas Tabelas 2.3 e 2.4 estão os valores das espessuras inicial e final para cada amostra que compões os grupos. Os valores de deformação verdadeira e percentual foram calculados utilizando a Equação 2.1 e 2.2, respectivamente.

$$\varepsilon_v = ln\frac{t_f}{t_i} \tag{2.1}$$

Sendo:
ε_V: Deformação verdadeira (adimensional);
t_i: Espessura inicial (mm);
t_f: Espessura final (mm).

$$\varepsilon_{\%} = \frac{(Tf - Ti)}{Ti} \qquad (2.2)$$

Sendo:
$\varepsilon_{\%}$: Deformação percentual (%);
t_i: Espessura inicial (mm);
t_f: Espessura final (mm).

Tabela 2.3 – Espessuras inicial e final para grupo S11E

Amostra	Espessura inicial (T_I)	Espessura final(T_F)
2	3,67	3,32
3	3,68	3,17
4	3,68	2,67
5	3,68	2,23
6	3,58	1,64
7	3,68	1,35
8	3,74	1,00
9	3,72	0,73
10	3,68	0,50
11	3,68	0,36

Tabela 2.4 - Espessuras inicial e final para grupo S12E

Amostra	Espessura inicial(T_I)	Espessura final(T_F)
2	3,54	3,20
3	3,56	3,06
4	3,56	2,56
5	3,56	2,10
6	3,55	1,66
7	3,53	1,29
8	3,52	0,92
9	3,54	0,69
10	3,44	0,47
11	3,62	0,37

2.5 - Análise Microestrutural

2.5.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

As amostras foram analisadas por MEV (Scanning electron microscopy – SEM) através dos microscópios FEI modelos Inspect S50 e Quanta FEG 450, pertencentes ao Instituto Nacional de Tecnologia (INT). A preparação da superfície das amostras consistiu na técnica convencional de lixamento e polimento mecânico, seguido do emprego de diferentes ataques químicos com os reagentes apresentados na Tabela 2.5. As microestruturas foram avaliadas nas amostras com e sem deformação por laminação, em todas as condições de tratamentos térmicos avaliadas neste trabalho.

Tabela 2.5 – Reagentes utilizados para revelar características microestruturais.

Ataque	Composição	Objetivo
Água Régia	Três partes de HCl concentrado para uma parte de HNO3	Revelar a precipitação de carbetos e ferrita (δ). Caracterizar as mudanças microestruturais das amostras
Ácido Oxálico	10g de Ácido Oxálico em 100 ml de H_2O destilada. Ataque eletrolítico: amostra no anodo, aplicação de 9V durante 1 min	Revelar carbetos

2.5.2 - Permeabilidade Magnética

Leituras por meio de Ferritoscopia foram levantadas em todas as condições de deformação verdadeira impostas. Para tal, foi empregado um ferritoscópio, modelo FMP30 da marca Helmut Fischer® pertencente ao Laboratório de Materiais (LAMAT)) do CEFET/RJ. Este equipamento apresenta a vantagem de ser portátil, o que permite realizar as medições de maneira não destrutiva *in situ*. O mesmo consta basicamente de duas bobinas e uma fonte de corrente elétrica externa. Como apresentado na Figura 2.1, o princípio de funcionamento baseia-se quando uma corrente elétrica é imposta na bobina primaria. Esta corrente produz um campo magnético que por sua vez, interage com a(s) fase(s) magnética(s) da amostra. Esta (s) fase(s), por sua vez, são excitadas e com isso, geram um novo campo magnético. Esse campo, denominado de campo magnético induzido (B), é detectado por uma segunda bobina, situada na parte inferior do núcleo de ferro da Figura 2.1.

O campo magnético (B) é quantificado pela voltagem fornecida pela segunda bobina. Este sinal de saída é avaliado pelo aparelho e, com isso, o teor percentual da fase ferromagnética ou Ferrite Number (FN) é então registrado no painel LCD do aparelho (HELMUT FISCHER, 2017). Neste trabalho foram levantadas 24 (vinte e quatro) medições por face na região central de cada amostra.

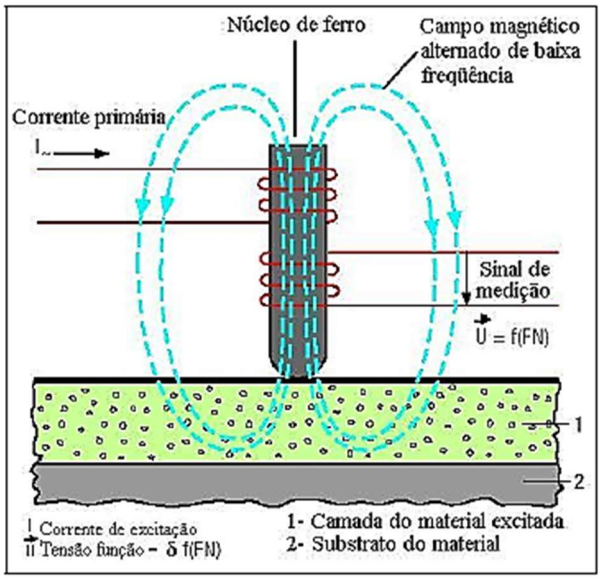


Figura 2.1 – Princípio de funcionamento do ferritoscópio (HELMUT FISCHER, 2017).

2.6 - Difração de raios-X (DRX)

Visando caracterizar as fases presentes do material e a evolução da microestrutura, as amostras foram analisadas por difração de raio X.

As medidas de difração de raios X foram realizadas através de um difratômetro com radiação de Co Kα (1,789 Å) da marca PANalytical modelo X'PERT PRO MR localizado no laboratório de Difração de Raios X do Instituto Militar de Engenharia (IME).

Na Tabela 2.6 são descritas as condições instrumentais aplicadas para a geração dos difratogramas de cada amostra.

Tabela 2.6 – Parâmetros utilizados no DRX.

Parâmetros	Valores
Radiação	Co (λ1 = 1,789 Å)
Filtro	Fe
Voltagem do tubo	40 kV
Corrente do tubo	45 mA
Passo	0,03°
Tempo por passo	100s
Varredura angular	45° - 120°

Os difratogramas assim obtidos foram analisados no software X'Pert Highscore Plus® através do qual foi possível realizar a caracterização dos picos (análise qualitativa) e também a quantificação de fases através de refinamento pelo método de Rietveld, utilizando arquivos CIF da martensita e da austenita obtidos através da ICSD - Inorganic Crystal Structure Database. Na Figura 2.2 as etapas realizadas.

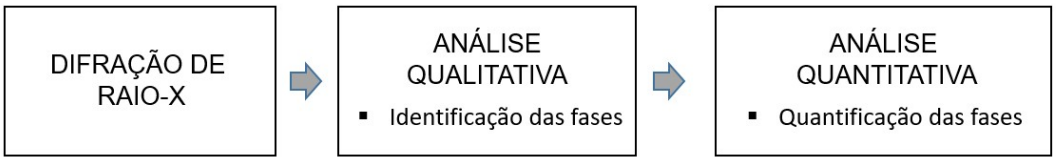


Figura 2.2 - Etapas para análise dos dados

2.7 - Ensaios de Microdureza

As medidas de microdureza foram realizadas em todos os grupos de amostras e condições de deformação, utilizando um microdurômetro da marca Instron Wilson modelo 422MVD do Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ, pelo método Vickers, aplicando a carga de 0,5 kgf durante 15 segundos, conforme a norma ASTM E384-1.

Foram executadas 4 medições de dureza em cada amostra. Deste modo, foi possível avaliar a influência da precipitação de martensita mediante a comparação dos valores de microdureza obtidos nas amostras com os valores de deformação verdadeira.

2.8 – Técnicas de caracterização

Nas figuras abaixo apresenta-se as técnicas utilizadas no desenvolvimento deste trabalho.

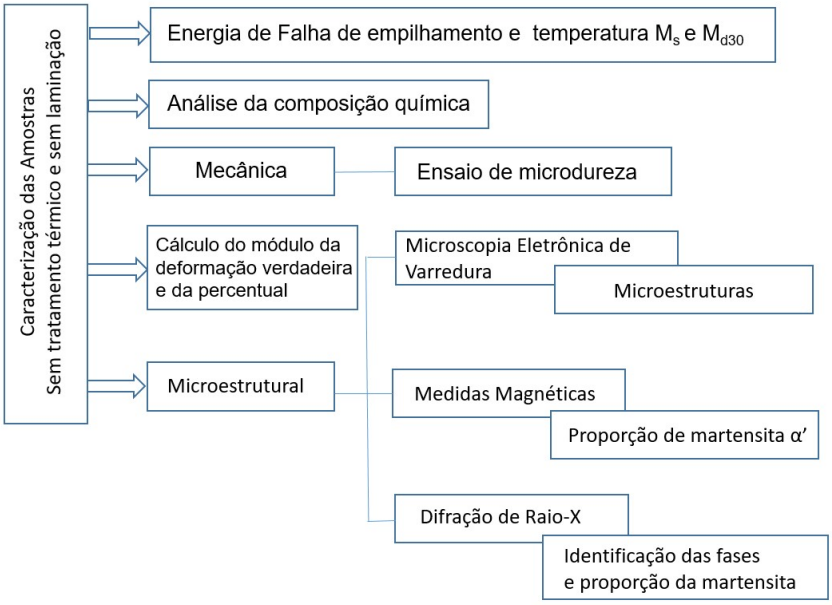


Figura 2.3 – Caracterização das amostras sem tratamento térmico e sem laminação

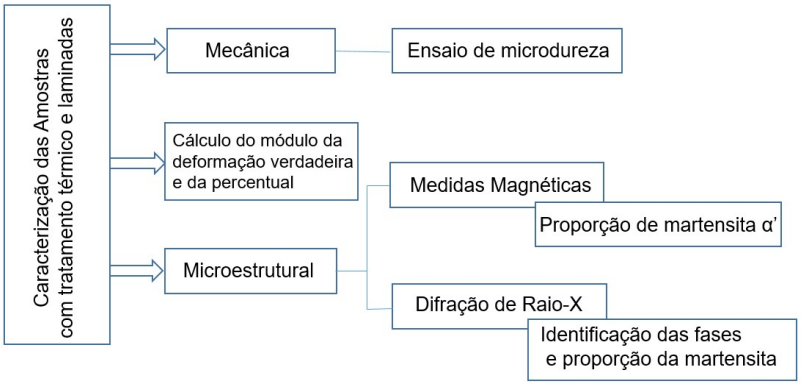


Figura 2.4 – Caracterização das amostras com tratamento térmico e laminação

3. Resultados e discussão

3.1 Análise da composição química

A especificação AISI 347, deve estar de acordo com o descrito nas normas ASTM A 312 e ASTM A 240, devendo apresentar sua composição química dentro de determinado padrão. O teor de nióbio presente, deve atender a equação abaixo, em questão, para ser classificado como Tipo 347.

$$10x(\%C) \leq Nb \leq 1.0\% \qquad \text{Equação 3.1}$$

Tabela 3.1 – Composição química das chapas de AIA AISI 347 como recebida

Percentagem em Peso do elemento (%)									
Cr	**Ni**	**Mn**	**Si**	**Nb**	**C**	**S**	**P**	**Mo**	**Ti**
17,4153	9,0109	1,9279	0,3841	0,4791	0,0424	0,0006	0,0308	0,0515	0,0031

Al	**Cu**	**Co**	**V**	**Pb**	**B**	**Sn**	**W**	**N**	**Nb≥10C**
0,0035	0,0451	0,1989	0,044	0,0022	0,0006	0,003	0,0178	0,0165	0,4791

Os valores apresentados na Tabela 3.1 obedecem aos valores nominais da Tabela 1 da ASTM A 240, inclusive o teor do elemento nióbio (estabilizador) respeita o exposto na equação acima, ou seja, 0,4791 maior que 0,424 e ao mesmo tempo menor do que 1%. Sendo, portanto, o aço em questão o AISI 347 pelo descrito nas normas acima citadas.

3.2 Energia de Falha de Empilhamento e Temperatura M_s e M_{d30}

Os valores calculados utilizando as Equações 1.5, 1.6, 1.7, 1.8 e 1.99 das temperaturas M_s e M_{d30} para o AIA AISI 347 estão nas Tabelas 3.2 e 3.3. Já dos valores calculados de EFE (Energia de Falha de Empilhamento) do AIA AISI 347, utilizando as equações 10 e 11, estão na Tabela 3.4.

O AIA AISI347 é suscetível a transformação martensítica quando resfriado as temperaturas Ms calculadas na Tabela 3.2. A M_s calculada para o AIA AISI 347 é maior que a do AISI 321 de alto carbono (0,0642%C), estão na Tabela 1.14 (TAVARES, 2014).

Tabela 3.2 – Temperatura M_s

M_s (ºC)		
Equação 1.5	Equação 1.6	Equação 1.7
-146,23	-103,54	-151,66

As temperaturas M_{d30} representam que quando o AIA AISI 347 atingir as temperaturas calculadas, 50% da martensita α' será produzida após 30% de deformação. A M_{d30} calculada para o AIA AISI 347 é maior que a do AISI 321 de alto carbono (0,0642%C) (TAVARES, 2014).

Tabela 3.3 – Temperatura M_{d30}

M_{d30} (ºC)	
Equação 1.8	Equação 1.9
41,51	125,51

Os materiais que têm baixa energia de falha de empilhamento (EFE) demonstram possuir maior densidade de discordâncias, maior energia armazenada da deformação, maior uniformidade no arranjo das discordâncias e maior facilidade para formação de martensita induzida por deformação nas mesmas condições (PADILHA, 2007). A Tabela 3.4 exibe os valores calculados da energia de falha de empilhamento (EFE), obtidos a partir das equações 1.10 e 1.11 propostas por Vitos et al., (2006) e Scharam & Reed (1975), respectivamente. Na Tabela 3.4 também foram estimados os valores da EFE intrínseco do carbono (EFEc), utilizando apenas o termo que contém o C da expressão 1.10. Logo, em seguida, foi determinada a influência que o carbono possui em relação ao valor da EFE total em valores percentuais.

O valor calculado da EFE está dentro da faixa indicada na revisão bibliográfica (PADILHA, 2003). Comparado ao AIA AISI 321 de alto carbono (0,0642%C), o AIA AISI 347 apresenta menor EFE calculada, indicando, desta forma, que é mais suscetível a formação da martensita induzida por deformação. Quando comparado com os AIA AISI 321 de baixo (0,0148%C) e médio carbono (0,0350%C) (TAVARES, 2014) o AISI 347 tem maior EFE, logo menor suscetibilidade a formação de martensita induzida por deformação.

Tabela 3.4 – Valores de EFE dos AIAs AISI 347

Identificação	%C	EFE (mJ/$m2$)		EFEc (mJ/$m2$)	Influência do C na EFE (%)
		Equação 1.10	Equação 1.11	Termo do C da Equação 1.10	
AISI 347	0,0424	36,85	21,71	17,38	47,16

A influência do C na EFE; razão entre o termo do C em relação ao valor total da equação 1.10, é de 47,16% para o AISI 347. O valor para o AISI 347 ficou menor que o AISI 321 de alto carbono (53,43%), e maior que o de baixo (23,35%) e médio carbono (41,72%) (TAVARES, 2014).

3.3 Análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

3.3.1. - Material na condição como recebido

As Figuras 3.1 e 3.2 mostram o aspecto microestrutural da amostra para a condição como recebida (CR), observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV), no modo de elétrons secundários (SE). O reagente utilizado foi a água régia para revelar a precipitação de carbetos e ferrita (δ). Observa-se que o material na condição como recebido (CR) apresenta uma microestrutura com características de matriz austenítica com poucos precipitados

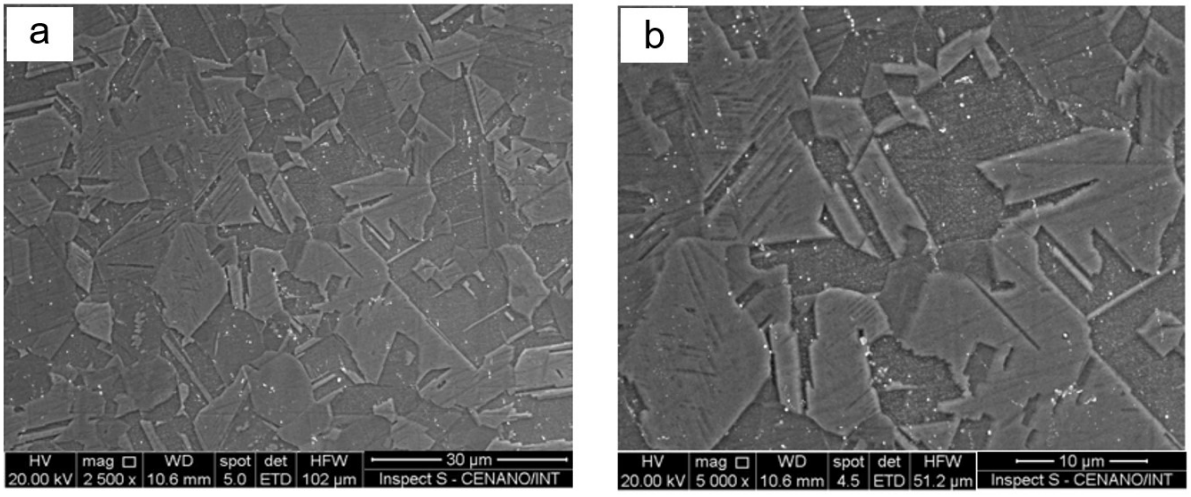


Figura 3.1 – Material como recebido: a - aumento de 2500X, b - aumento de 5000X; Ataque: Água Régia.

3.3.2 - Material Solubilizado

A Figura 3.2 apresenta o aspecto microestrutural do material solubilizado a 1100°C por 40 minutos (S11). Nas análises por MEV se utilizou o ataque eletrolítico por ácido oxálico 10% para revelar a presença de carbetos. A Tabela 3.5 mostra as composições químicas, obtida de forma qualitativa por microanálise, através de *EDS*, dos pontos de referência indicados nas Figura 3.3.

Observa-se que a microestrutura ainda apresenta precipitados, identificando presença majoritária de nióbio nos precipitados destacados (pontos 1,2 e 3). A partir da análise de EDS (análise semiquantitativa) é possível afirmar que se trata de partículas de NbC. Provavelmente por temperatura ou tempo insuficiente, ou até mesmo uma combinação dos dois fatores, não foram dissolvidas no tratamento de solubilização. O ponto 4 apresenta valores majoritários de Fe-Cr-Ni, indicando ser referente à matriz austenítica (γ) do material.

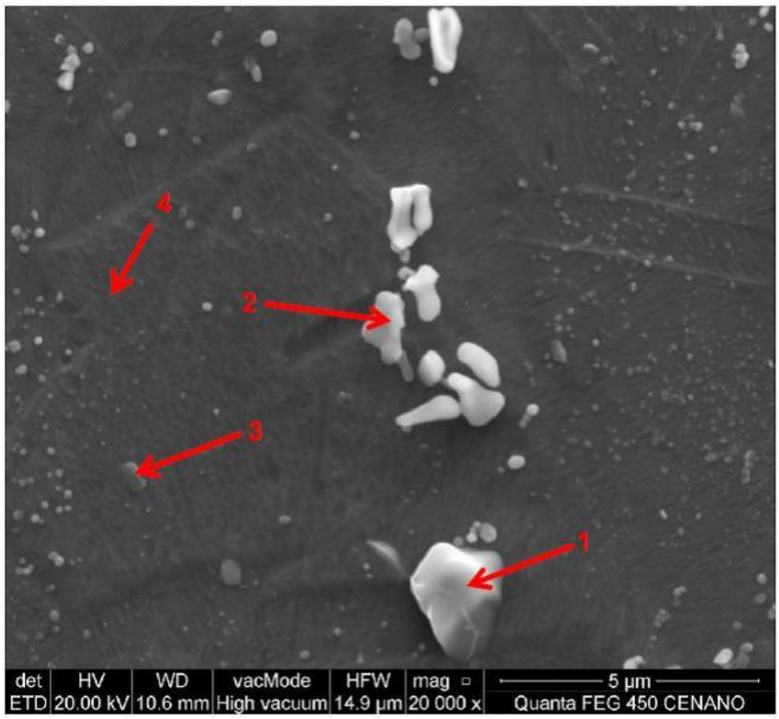


Figura 3.2 – Amostra solubilizada a 1100ºC por 40 minutos. Ataque: Ácido Oxálico 10%.

Tabela 3.5 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.3 (% em peso)

Pontos	Fe	C	Al	Si	Cr	Mn	Ni	Nb	Fase
1	2,80	17,40	0,08	0,19	1,22	0,10	0,27	77,93	NbC
2	51,43	7,18	0,12	0,59	14,56	1,56	6,44	18,12	NbC
3	62,63	4,58	0,15	0,80	17,40	1,93	7,77	4,75	NbC
4	67,86	2,65	-----	0,65	18,51	2,01	8,36	------	γ

A Figura 3.3 mostra o aspecto microestrutural do material solubilizado a 1200°C por 40 minutos (S12). Também com a utilização do ataque eletrolítico por ácido oxálico 10% para revelar a presença de carbetos. A Tabelas 3.6 apresenta as composições químicas, obtida de forma qualitativa por microanálise, através de EDS, dos pontos de referência indicados nas Figura 3.4. É possível constatar que o aumento na temperatura de solubilização foi efetivo na dissolução dos precipitados. Observa -se que os precipitados possuem menor tamanho. No entanto, devido às mesmas características de morfologia e brilho que estes possuem, nas imagens obtidas, são correspondentes à precipitados do tipo NbC (pontos 1,3 e 4). É importante salientar que a análise por EDS nos precipitados de menor tamanho (pontos 3 e 4) pode ter sofrido a influência da parte da matriz, que também foi caracterizada pelo raio de incidência no exame de espectroscopia.

Verifica-se que a solubilização à temperatura de 1200°C promove a dissolução dos precipitados grosseiros de NbC conforme se observaram na amostra solubilizada à temperatura de 1100ºC. Com isso, um comportamento intrínseco da temperatura de solubilização será determinante na cinética da transformação da austenita em martensita induzida por deformação à frio tal, principalmente em virtude de haver uma maior quantidade de carbono, contido na solução sólida na matriz à temperatura de 1200ºC quando comparado com à temperatura de 1100ºC. Além disso o efeito de refino de grão também afeta acelerando a cinética da transformação, tal como observado por Tiamiyu et al. 2016 ao estudar um AIA AISI 321.

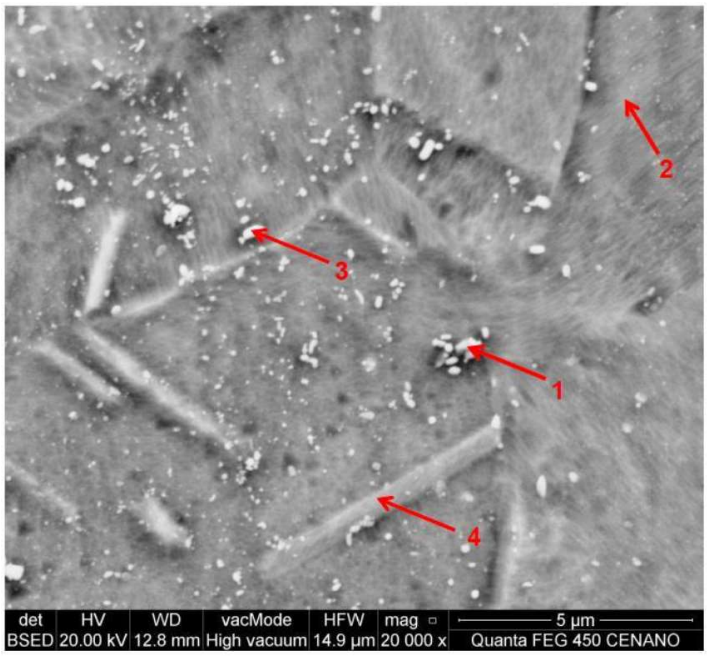


Figura 3.3 – Amostra solubilizada a 1200ºC por 40 minutos. Ataque: Ácido Oxálico 10%.

Tabela 3.6 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.4 (% em peso)

Pontos	Fe	C	Al	Si	Cr	Mn	Ni	Nb	Fase
1	64,61	4,96	----	0,50	17,05	1,88	7,99	3,02	NbC
2	66,98	3,88	----	0,51	17,63	2,10	8,38	0,52	γ
3	66,62	3,88	0,26	0,53	17,46	1,91	8,68	0,67	NbC
4	66,94	3,92	----	0,49	17,45	2,00	8,31	0,90	NbC

3.3.3 - Material Solubilizado e Estabilizado a 950ºC

As Figuras 3.4 e 3.5 apresentam os aspectos microestruturais por MEV das amostras solubilizadas e estabilizadas S11E e S12E respectivamente. As Tabelas 3.7 e 3.8 mostram a composição química, obtida de forma qualitativa por microanálise, através de EDS (análise semiquantitativa), dos pontos de referência indicados nas Figuras 3.4 e 3.5. Observa-se que a amostra solubilizada anteriormente a 1100°C (S11E) apresenta partículas com teor de nióbio relativamente baixo e maior presença de precipitados, provavelmente resultante a baixa taxa de dissolução na solubilização. Todavia na amostra solubilizada anteriormente a 1200°C (S12E) a concentração de nióbio nas partículas é considerável, o que indica que a temperatura de 1200ºC é mais efetiva para o tratamento de solubilização.

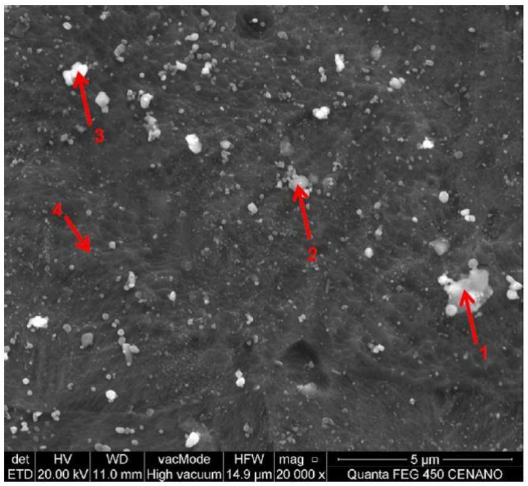


Figura 3.4 – Material solubilizado a 1100ºC e estabilizada a 950ºC.Ataque: Ácido Oxálico 10%.

Tabela 3.7 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.5 (% em peso)

Pontos	Fe	C	Al	Si	Cr	Mn	Ni	Nb	Fase
1	54,29	10,25	0,65	0,54	15,07	1,70	7,00	10,50	NbC
2	56,44	7,91	0,20	0,39	15,69	1,70	7,10	10,58	NbC
3	54,29	10,31	0,27	0,50	15,20	1,68	6,82	10,92	NbC
4	66,56	4,73	----	0,47	17,66	2,07	8,51	----	γ

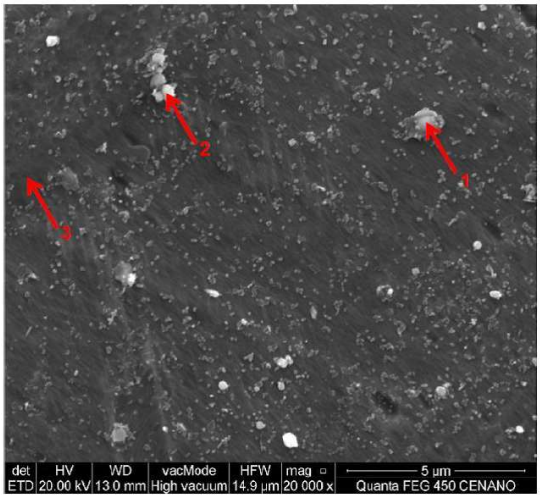


Figura 3.5 – Material solubilizado a 1200ºC e estabilizada a 950ºC. Ataque: Ácido Oxálico 10%.

Tabela 3.8 - Composição química das fases identificadas por *EDS* na Figura 3.6 (% em peso)

Pontos	Fe	C	Al	Si	Cr	Mn	Ni	Nb	Fase
1	49,10	9,23	0,28	0,52	14,03	1,39	6,22	19,24	NbC
2	41,24	15,72	0,33	0,46	12,08	1,17	4,81	24,19	NbC
3	67,33	3,55	----	0,54	17,92	1,95	8,70	----	γ

3.4 Deformação Verdadeira e Percentual das Amostras

As Tabelas 3.9 e 3.10 mostram os módulos das deformações verdadeiras e percentuais das amostras S11E e S12E, respectivamente. Para os cálculos foram utilizadas as Equações 2.1 e 2.2.

Tabela 3.9 – Deformação verdadeira e percentual para grupo S11E

Amostra	Modulo da Deformação verdadeira - $\|\varepsilon\|$	Modulo da Deformação percentual - $\|\varepsilon_{\%}\|$
2	0,10	9,54
3	0,15	13,86
4	0,32	27,45
5	0,50	39,40
6	0,78	54,19
7	1,00	63,32
8	1,32	73,26
9	1,63	80,38
10	2,00	86,41
11	2,32	90,22

Tabela 3.10 - Deformação verdadeira e percentual para grupo S12E

Amostra	Modulo da Deformação verdadeira - $\|\varepsilon\|$	Modulo da Deformação percentual - $\|\varepsilon_{\%}\|$
2	0,10	9,60
3	0,15	14,04
4	0,33	28,09
5	0,53	41,01
6	0,76	53,24
7	1,01	63,46
8	1,34	73,86
9	1,64	80,51
10	1,99	86,34
11	2,28	89,78

3.5 Permeabilidade Magnética

As Tabelas 3.11 e 3.12 apresentam as leituras obtidas pelo ferritoscópio nos grupos de amostras S11E e S12E, respectivamente. A Figura 3.6 mostra os resultados da leitura obtida pelo ferritoscópio versus o módulo da deformação verdadeira imposta na amostra. Como era de se esperar, se visualiza um valor crescente na leitura medida pelo ferritoscópio devido à transformação da fase austenítica em martensita (α') ferromagnética decorrente de uma maior deformação imposta nas amostras. Entretanto, se observa, de modo comparativo, uma maior cinética de precipitação nas amostras solubilizadas à temperatura de 1100ºC como consequência da maior presença de precipitados de NbC resultando em um menor teor de carbono contido em solução sólida na matriz austenítica quando comparada com a condição solubilizada à temperatura de 1200ºC. Adicionalmente, o menor tamanho de grão também contribui acelerando tal transformação, tal como exposto por Tiamiyu *et al.*, (2016). Por outro lado, atenta-se que a saturação da Leitura do Ferritoscópio atinge um valor máximo aproximado de 63,3 % na condição de solubilização prévia à 1100°C e; que a medição tem relação com a capacidade de saturação da amostra, e isto tem a ver com a composição. Talonen *et al.*, (2004) estabeleceu um fator de correção de um 71% maior nas medidas assim obtidas para a obtenção do teor de austenita transformada em martensita. Assim sendo, a Figura 3.7 exibe a representação do teor de austenita transformada em martensita em função do módulo da deformação verdadeira, salientando-se que a medida que atingem a saturação desta transformação se encontram na ordem de 100%.

Ahmedabadi *et al.* (2016) estudaram a cinética de transformação martensítica do AIA 304 SS que foi laminado a frio com redução de espessura de 20%, 40% e 60%. O percentual de martensita α' (o artigo não informa sobre uso de curvas de calibração para obtenção do volume de martensita) aumentou com o aumento do percentual de redução de espessura. Boemke *et al.* (2018) analisou o comportamento a fadiga em regime de altíssimo ciclo (VHCF – "very high cycle fatigue") dos AIA AISI 347 (solubilizado a temperatura de 1050ºC por 35 min e resfriado no He) e AISI 904 (solubilizado a temperatura de 1100ºC por 30min e resfriado em H_2O). Foi utilizada a leitura do ferritoscópio na caracterização da quantidade de martensita α' para cada condição dos corpos de prova, mas sem conversão para volume de martensita por fator de calibração (TALONEN *et al.*, 2004). Os resultados mostraram que o AIA AISI 347 apresentou transformação da austenita em martensita durante o carregamento cíclico, enquanto o AISI 904 não apresentou.

Rozo Vasquez *et al.* (2023) avaliaram a transformação de fase durante deformação plástica do AIA AISI 304L com ferristocópio, neste verificou-se que a quantidade de martensita α' aumenta com a deformação. Neste artigo foi utilizado o volume de martensita considerando o fator de correção (TALONEN *et al.*, 2004).

Tabelas 3.11 – Média da leitura do ferristocópio (%) para grupo S11E

Amostra	|ε|	|ε%| (%)	Média da leitura do ferristocópio (%)	Desvio padrão
1	Sem deformação	Sem deformação	0,4	0,1
2	0,10	9,54	6,7	0,2
3	0,15	13,86	7,5	0,3
4	0,32	27,45	19,1	0,4
5	0,50	39,40	29,7	0,5
6	0,78	54,19	39,1	0,4
7	1,00	63,32	54,4	1,4
8	1,32	73,26	56,0	2,2
9	1,63	80,38	56,5	2,9
10	2,00	86,41	61,3	2,6
11	2,32	90,22	63,3	0,4

Tabelas 3.12 – Média da leitura do ferristocópio (%) para grupo S12E

Amostra	|ε|	|ε%| (%)	Média da leitura do ferristocópio (%)	Desvio padrão
1	Sem deformação	Sem deformação	0,4	0,0
2	0,10	9,60	6,3	0,3
3	0,15	14,04	6,5	0,3
4	0,33	28,09	19,8	1,2
5	0,53	41,01	33,7	1,5
6	0,76	53,24	44,8	0,8
7	1,01	63,46	48,6	1,7
8	1,34	73,86	53,5	1,0
9	1,64	80,51	54,4	0,7
10	1,99	86,34	55,1	0,4
11	2,28	89,78	55,2	1,2

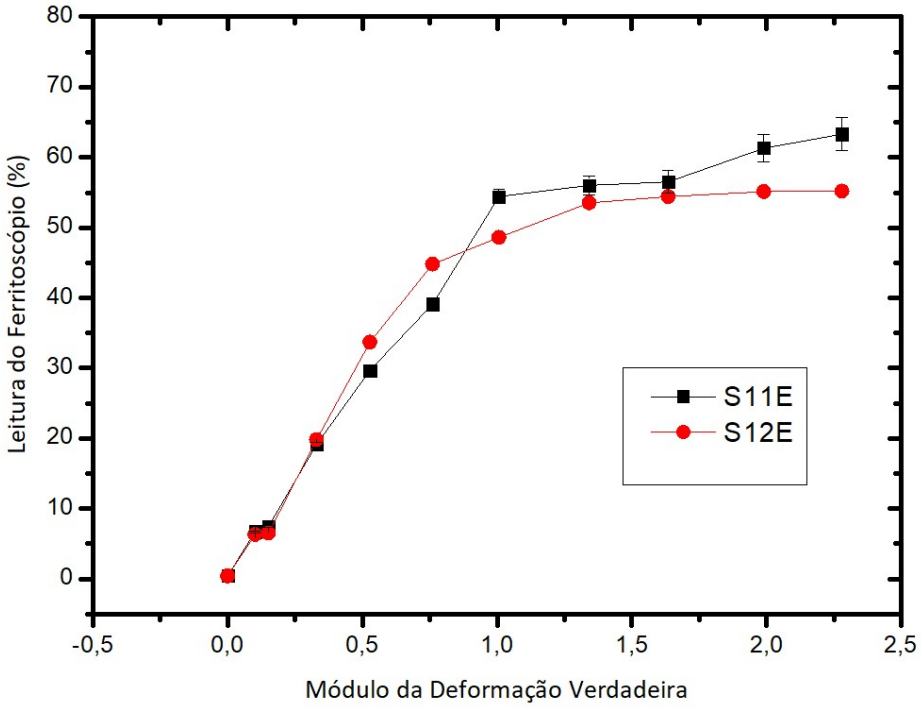


Figura 3.6 – Leitura do ferristocópio para cada deformação verdadeira das amostras dos grupos S11E e S12E.

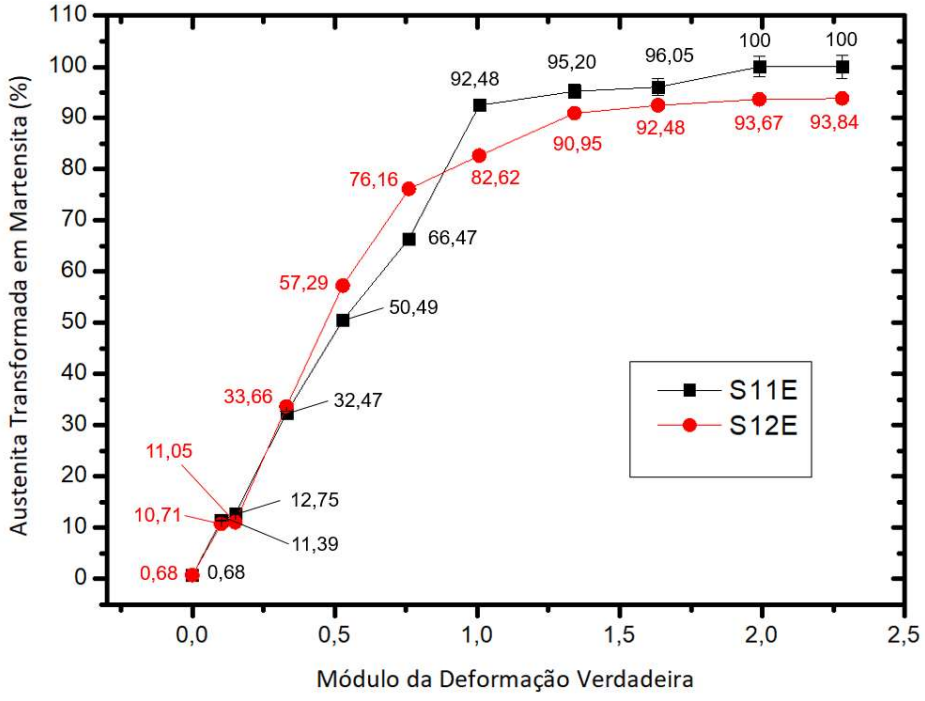


Figura 3.7 - Valor percentual da austenita transformada em martensita a partir da leitura do ferristocópio ajustado pelo fator de correção de Talonen *et al* (2004) das amostras dos grupos S11E e S12E.

3.6 - Análise da microdureza

A medição da microdureza foi realização nas amostras do grupo S11E e S12E visando avaliar a evolução da transformação martensítica induzida por deformação a frio. As Tabelas 3.13 e 3.14 apresentam os valores das médias e desvios-padrão dos pontos medidos nas amostras.

Tabela 3.13 – Microdureza em função da deformação para amostra S11E

S11E				
Amostra	$\|\varepsilon\|$	$\|\varepsilon_{\%}\|$ (%)	Média de HV	Desvio padrão
1	Sem deformação	Sem deformação	190,3	2,8
2	0,1	9,54	299	17,1
3	0,15	13,86	345,5	5,1
4	0,32	27,45	347,3	4,9
5	0,5	39,4	349,3	6,7
6	0,78	54,19	394,3	8,2
7	1	63,32	407,3	23,8
8	1,32	73,26	430,8	28,8
9	1,63	80,38	435,6	19,4
10	2	86,41	447	10,7
11	2,32	90,22	462,8	12,3

Tabelas 3.14 – Microdureza em função da deformação para amostra S12E

S12E				
Amostra	$\|\varepsilon_v\|$	$\|\varepsilon_{\%}\|$ (%)	Média de HV	Desvio padrão
1	Sem deformação	Sem deformação	188	5,2
2	0,1	9,6	263,5	16,5
3	0,15	14,04	271,3	9,7
4	0,33	28,09	296,3	48,6
5	0,53	41,01	304	16,6
6	0,76	53,24	383	3,2
7	1,01	63,46	400,5	5
8	1,34	73,86	408,3	16,9
9	1,64	80,51	420,8	5,2
10	1,99	86,34	432,3	23,9
11	2,28	89,78	440,3	4,5

A Figura 3.8 apresenta o gráfico com os resultados das Tabelas 3.13 e 3.14 para melhor visualização dos resultados obtidos. O grupo S11E apresentou maior dureza do que o S12E para maioria das amostras com aumento da deformação verdadeira.

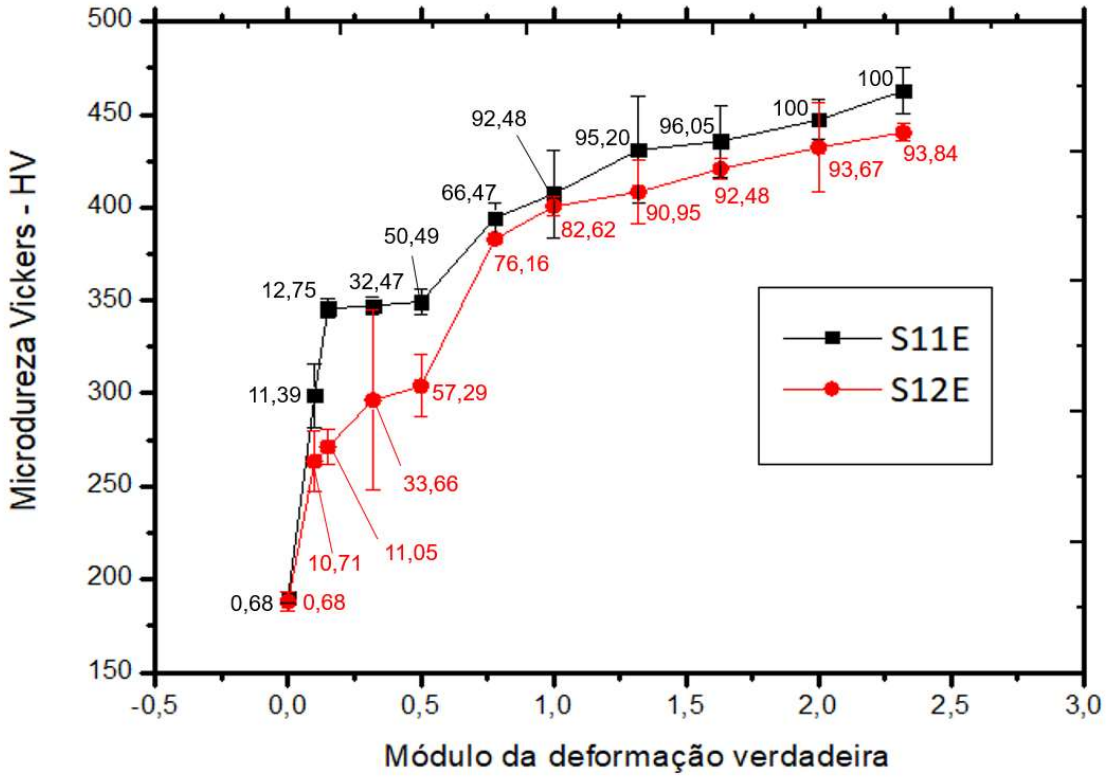


Figura 3.8 – Microdureza e valor percentual da austenita transformada em martensita a partir da leitura do ferristocópio ajustado pelo fator de correção de Talonen *et al* (2004) das amostras dos grupos S11E e S12E.

Verifica-se que a microdureza aumentou com o aumento da deformação, logo pode-se afirmar que o percentual de martensita induzida por deformação aumentou com a deformação aplicada.

Costa e Fonseca (2014) realizaram ensaio de ultramicrodureza gerando curvas de indentação em sua caracterização de amostras AIA 304L com vários percentuais de deformação de engenharia, verificaram que com a evolução da deformação o percentual de martensita aumentou e o material ficou mais endurecido impedindo a ocorrência de maior penetração do indentador na superfície. Moallemi *et al.* (2016) em estudos do aço inoxidável austenítico AISI 201 também observaram que a transformação martensítica induzida por deformação e a microdureza aumentam com o aumento do percentual da

deformação a frio. Hotz *et al.* (2020) caracterizaram um aço inoxidável austenítico AISI 347 que foi usinado com alta taxa de deformação plástica, pré-resfriado e resfriado com mistura criogênica bifásica sólida-gasosa de $CO_{2;}$ nesta observaram que nas superfícies onde houve maior aumento do teor de martensita α' (torneamento em duas etapas) a microdureza foi maior do que na superfície do processo usinagem de referência que tinha menos martensita α'. Rozo Vasquez *et al*. (2023) avalia a transformação de fase que ocorre durante a deformação plástica do AIA AISI 304L, nesta caracterização a dureza foi analisada por ensaios de micro e macrodureza e os resultados mostraram que a dureza aumenta com a quantidade de martensita α' formada devido a deformação plástica.

Ogawa *et al*. (2017) estudaram os efeitos os efeitos da concentração de carbono soluto na transformabilidade martensítica e endurecimento dinâmico em aços austeníticos metaestáveis Fe-19Cr-8Ni-0,05C e Fe-19Cr-8Ni-0,14C . Comparando os dois aços, os pesquisadores concluíram que o de baixo teor de carbono demonstrou alta taxa de endurecimento por trabalho devido a uma alta taxa de transformação por deformação. Pardal *et al*. (2020) desenvolveram um estudo sobre a influência do teor de carbono na transformação martensítica de aços inoxidáveis austeníticos estabilizados com titânio, no qual foram analisados três diferentes tipos de aços AISI 321, com composições de Ti variando em função do carbono. Neste estudo os pesquisadores observaram que quanto menor o teor de carbono, maior a fração volumétrica de martensita para um mesmo valor de deformação.

Comparando os resultados encontrados neste trabalho com as análises dos estudos supracitados, é possível salientar que existe convergência com o comportamento de outros aços austeníticos das séries 300 e 200, no que tange a transformação martensítica induzida por deformação e a evolução da dureza com o aumento da deformação a frio.

3.7 - Difração de raio-X (DRX)

3.7.1 – Análise qualitativa

As Figuras 3.9 e 3.10 mostram os difratogramas das amostras analisadas nos grupos S11E e S12E, respectivamente. Observa-se que não foram identificados picos de martensita ε, mas apenas a presença da martensita (α') e da austenita (γ). É possível verificar que quanto maior é a deformação imposta, os picos de austenita (γ) tendem a diminuir ou a desaparecer, como consequência disso, surgem picos de martensita (α´) aumentando a sua intensidade difratada com o aumento de deformação verdadeira. Nota-se nos difratogramas das amostras não deformadas por laminação a frio (|ε|=0) a presença de martensita α' na estrutura. Tal fato pode ser decorrente da deformação imposta pela usinagem das amostras na fase de preparação (TAVARES, 2014).

Rozo Vasquez *et al*. (2023) estudaram a transformação de fase durante deformação plástica do aço austenítico AISI 304L (X2CrNi18-9, 1.4307) por meio de análise de difração de raio X. Comparando a condição antes e após a deformação nos dois corpos de provas, verifica-se que variação da intensidade dos picos de austenita e martensita. Comparando as zonas com diferentes deformações do corpo de prova (IC, FZ1, FZ2 e FZ3), observa-se que a intensidade do pico da fase martensita α' no difratograma é maior conforme maior a deformação.

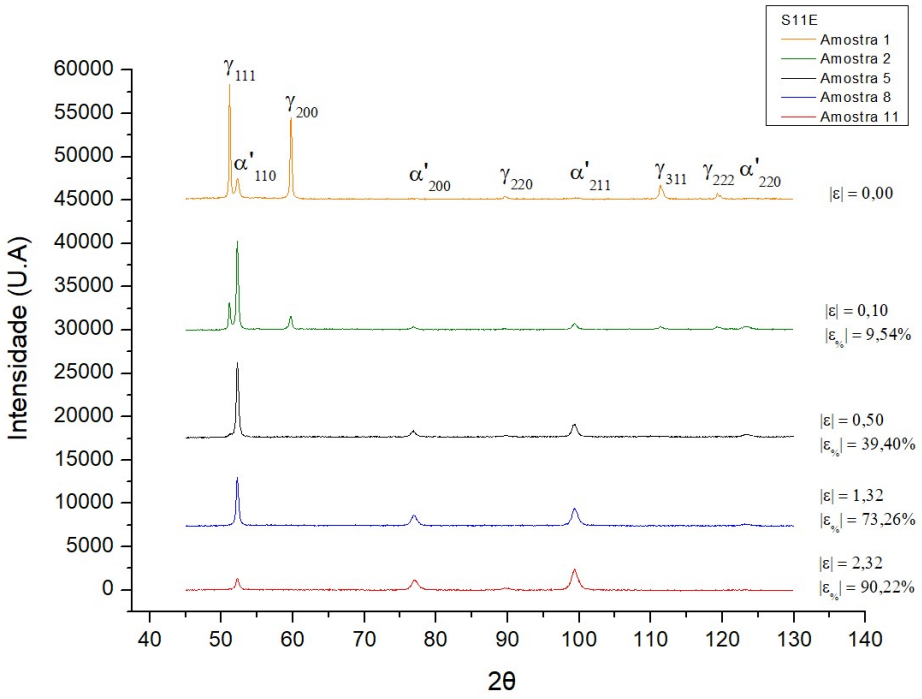


Figura 3.9 – Difratogramas das amostras S11E

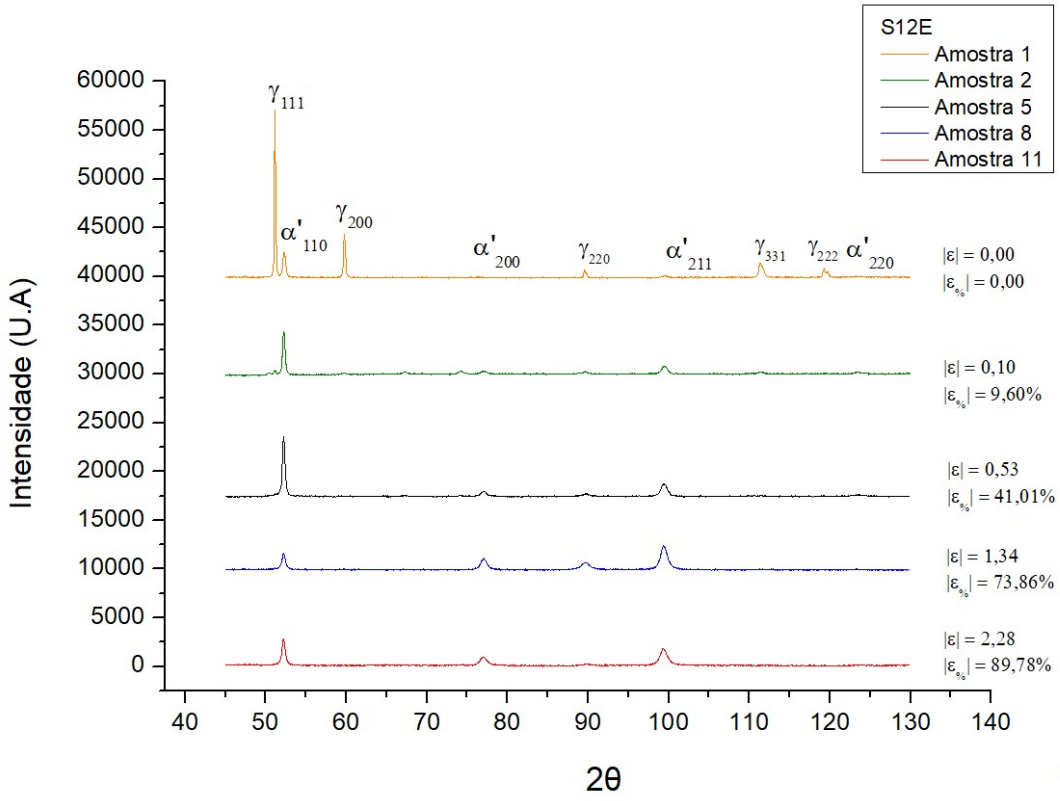


Figura 3.10 – Difratogramas das amostras S12E

3.7.2 – Analise quantitativa

As Tabelas 3.15 e 3.16 apresentam os resultados da quantificação das fases pelo método de refinamento de Rietveld, obtidos nas amostras analisadas nos grupos S11E e S12E, respectivamente, visando avaliar a evolução da transformação da fase induzida por deformação a frio de austenita para martensita. Verifica-se que com aumento da deformação verdadeira houve acréscimo da fração de martensita quando comparados com a amostra sem deformação.

Tabela 3.15 - Percentual de martensita das amostras S11E

Amostra	ε_v	$\varepsilon_{\%}$ (%)	Martensita (%)
1	Sem deformação	Sem deformação	27,70
2	0,100	9,54	87,20
5	0,50	39,40	98,60
8	1,32	73,26	99,60
11	2,32	90,22	100,00

Tabela 3.16 - Percentual martensita das amostras S12E

Amostra	ε_v	$\varepsilon_{\%}$ (%)	Martensita (%)
1	Sem deformação	Sem deformação	19,40
2	0,10	9,60	88
5	0,53	41,01	93,9
8	1,34	73,86	98,6
11	2,28	89,78	99,6

A Figura 3.11 mostra o gráfico com os resultados das Tabelas 3.15 e 3.16 para melhor visualização dos resultados obtidos. O grupo S11E apresentou maior fração de austenita transformada em martensita α' do que o S12E. Desta forma é possível evidenciar a influência do teor de carbono na transformação martensítica. As amostras de AIA 347 que podem conter maior teor de carbono em solução sólida (S12E) apresentam menor susceptibilidade a transformação martensítica, com valores de deformação verdadeira bem próximos. Os resultados assim apresentados estão em concordância com os valores da leitura do ferritoscópio ajustados com o fator de correção.

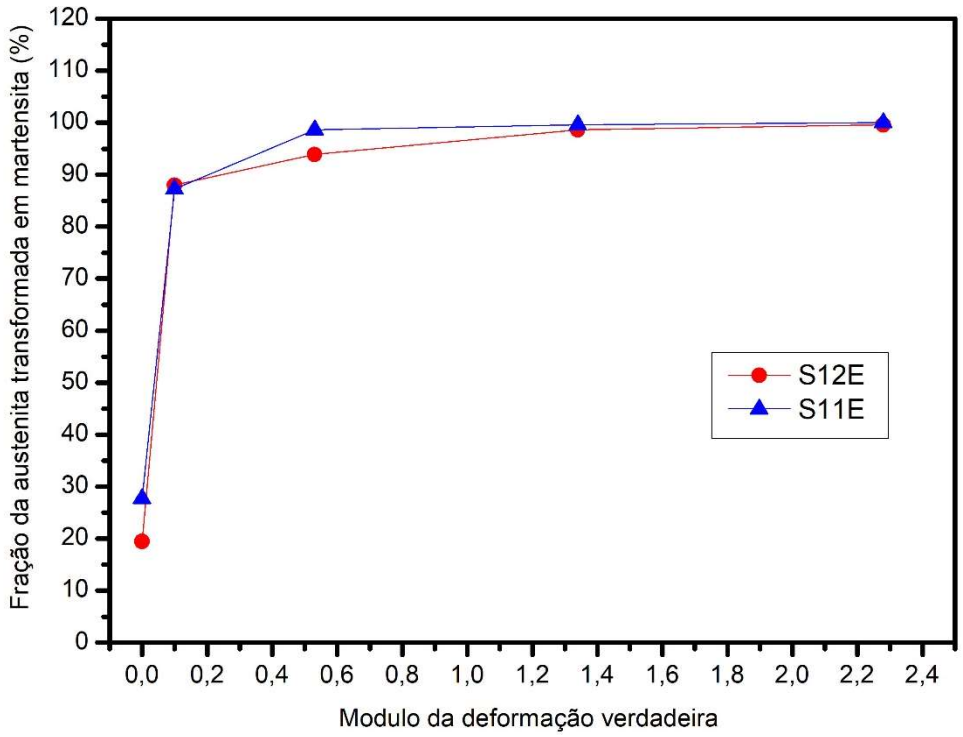


Figura 3.11 – Fração da austenita transformada em martensita

Zeng *et al.* (2022) estudaram os aços inoxidáveis austeníticos A-1 steel (Fe-8.89Cr-8.31Ni-3.80Mo-2.02Mn-1.92Si-0.31C % em peso) and A-2 steel (Fe-8.88Cr-7.60Ni-4.04Mo-2.08Mn-1.96Si-0.25C % em peso). O AIA A-1 (solubilização 1100ºC por 1h) e AIA A-2(solubilização 1100ºC por 1h, deformado com 10% de redução a quente na temperatura de 449ºC durante 2h e resfriado com nitrogênio líquido a -195,5ºC por 0,5h.). Pela análise de DRX do aço A-1 é formado apenas por austenita enquanto o A-2 é formando por austenita (60%), martensita ε (8%) e martensita α' (32%).

4. Conclusões

Nesta dissertação foram realizados estudos para avaliar a cinética da transformação martensítica do aço inoxidável austenítico estabilizado ao nióbio (AISI 347). Um grupo de amostras recebeu tratamento de solubilização a 1200ºC por 40 minuto, outro a 1100ºC por 40 minutos, em ambos foi realizado tratamentos de estabilização a temperatura de 950ºC por 2 horas e posteriormente submetidos diversas condições de deformação a frio. As transformações microestruturais e microdureza foram relacionadas a cada deformação verdadeira. A partir dos resultados obtidos as seguintes conclusões podem ser observadas:

1. O valor calculado da EFE está dentro da faixa indicada na literatura. Comparado ao AIA AISI 321 de alto carbono (0,0642%C) (TAVARES, 2014), o AIA AISI 347 apresenta menor EFE calculada, indicando, desta forma, que é mais suscetível a formação da martensita induzida por deformação.

2. A influência do termo do C na EFE de 47,16% para o AISI 347; que reflete maior influência do carbono no valor da EFE, ficou menor que o AISI 321 de alto carbono (0,0642%C) e maior que o de médio carbono (0,0350%C) e baixo (0,0148%C) (TAVARES, 2014).

3. As análises metalográficas denotaram que a amostra solubilizada anteriormente a 1100°C (S11E) apresentaram partículas com teor de nióbio relativamente baixo (analise semiquantitativa do EDS) e maior presença de precipitados; já a amostra solubilizada anteriormente a 1200°C (S12E) a concentração de nióbio nas partículas é considerável.

4. As medidas obtidas por ferritoscopia indicaram uma maior transformação martensítica (fase ferromagnética) nas amostras solubilizadas à temperatura de 1100ºC quando comparada com a condição solubilizada à temperatura de 1200ºC.

5. No que concerne ao ensaio de microdureza Vickers, com aumento da deformação verdadeira, o grupo S11E apresentou maior dureza do que o S12E para maioria das amostras, decorrente do maior percentual de martensita (α') formada pela deformação a frio. O que corrobora também que S11E é mais suscetível a formação da martensita induzida por deformação do que S12E.

6. As análises qualitativas dos difratogramas obtidos por difração de Raios-X (DRX) evidenciam que não foram identificados picos de martensita (ε), mas apenas a presença da martensita (α') e da austenita (γ). Com o aumento da deformação imposta, os picos de austenita (γ) tendem a diminuir ou a desaparecer, como consequência disso, a intensidade difratada dos picos de martensita (α´) é diretamente proporcional à deformação verdadeira.

7. A quantificação por DRX das fases martensita e austenita mostrou que o grupo S11E apresentou maior fração de austenita transformada em martensita (α)' do que o S12E. Desta forma, é possível evidenciar a influência do teor de carbono na transformação martensítica. As amostras de AIA 347 que podem conter maior teor de carbono em solução sólida (S12E) apresentam menor susceptibilidade a transformação martensítica. Mostrando convergência com os valores levantados por ferritoscopia, corroborando, desta forma, que a temperatura de solubilização influência na cinética da transformação martensítica de AIA estabilizados ao nióbio (Nb).

5. Sugestões para trabalhos futuros

O presente trabalho em seu desenvolvimento observou oportunidades de análises para maior aprofundamento ou de complemento que ficam de sugestão para trabalhos futuros:

1. Realizar o estudo de outros aços austeníticos metaestáveis de forma a relacionar diferentes EFE com diferentes percentuais de carbono.

2. Realizar medição de resistividade nas diversas condições de tratamento de solubilização assim como de deformação das amostras.

3. Caracterizar as amostras com utilização de magnetômetro de amostra vibrante (VSM) e correlacionar as medidas do ferristocópio, objetivando avalizar o fator de correção proposto por Talonen *et al.* (2004).

4. Realizar um estudo da influência da cinética de precipitação de martensita em função do tamanho de grão presente nas microestruturas do AIA AISI 347.

5. Realizar tratamento sub-zero para verificar eventual transformação espontânea pelo resfriamento abaixo da temperatura Ms.

6. Realizar tratamento térmico para causar a reversão da martensita α'.

7. Avaliar os efeitos da transformação martensítica, em amostras deformadas plasticamente em frio no AIA AISI 347, fazendo uso de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), empregando a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

8. Uso de software e banco de dados específicos do AIA AISI 347 para realizar cálculo termodinâmicos e de propriedades visando comparar com os resultados obtidos na precipitação de carbetos.

9. Avaliar o efeito da deformação a frio na resistência a corrosão, no mesmo material e condições utilizadas neste trabalho, por ensaios eletroquímicos e microanálises.

6. Referências

ABINOX – Associação Brasileira de Aço Inoxidável, consulta do site https://www.abinox.org.br em 19/11/2021.

ABREU, H.FF.G; CARVALHO, S.S; NETO, P.L.; SANTOS, R.P.; FREIRE, V.N.; SILVA,P.M.O; TAVARES,S.S.M. Deformation induced martensite in na AISI 301LN stainless stell: Characterization and influence on pitting corrosion resistance. Materials Research.Nº 4., 359-366, 2007.

AHMEDABADI, PARAG & KAIN, VIVEKANAND & AGRAWAL, ASHIKA. Modelling kinetics of strain-induced martensite transformation during plastic deformation of austenitic stainless steel. Materials & Design. 109; 2016.

APERAM. Aço Inox > Mercaods. Disponível em: www.aperam.com/pt-br. Acesso em: 12 fevereiro 2022.

ASTM; A182/A182M – 23 - Standard Specification for Forged or Rolled Alloy and Stainless Steel Pipe Flanges, Forged Fittings, and Valves and Parts for High-Temperature Service; 2023.

ASTM; A 240/A 240M – 04ae - Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications1, 2004.

ASM INTERNATIONAL. Stainless steels for design engineers. ASM International, USA, 2008.

ASTM E384-17. ASTM INTERNATIONAL. E 384: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials1, 2017.

ASTM A262-15. Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels, 2021.

BEESE, A.M. Quantification of phase transformation in stainless steel 301LN sheets. Massachusetts. Dissertação (Mestrado). Massachusetts Institute of Technology, 2008.

BEESE, A.M.; MOHR, D. Identification of the direction-dependency of the martensitic transformation in stainless steel using in situ magnetic permeability measurements. Exp. Mec,; 2011.

BELLEFON, G et al. COMPOSITION-DEPENDENCE OF STACKING FAULT ENERGY IN AUSTENITIC STAINLESS STEELS THROUGH REGRESSION ANALYSIS; 2016

BELKLY, A. et al. New developments in the Inorganic Crystal Structure Database (ICSD): Accessibility in support of materials research and design. ActaCrystallographica Section B: Structural Science, v. 58, n. 3 PART 1, p. 364–369, 2002.

BLEICHER, LUCAS e SASAKI, JOSE MARCOS; INTRODUÇÃO À DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM CRISTAIS; Universidade Federal do Ceará; 2000.

BOEMKE, ANNIKA & SMAGA, MAREK & BECK, TILMANN. Influence of surface morphology on the very high cycle fatigue behavior of metastable and stable austenitic Cr-Ni steels. MATEC Web of Conferences. 165. 20008. 10.1051/matecconf/201816520008; 2018.

B. D. CULLITY. Elements of X-ray Diffraction, 2nd ed., Addison Wesley, Reading, NY, 1978.

CARBÓ, H. M. Aço Inoxidável: aplicações e especificações. Acesita; 2001.

CALLISTER, J.W.D.; RETHWISCH, D.G. Ciência e Engenharia de Materiais, Uma introdução. 9º edição; 2016.

CHANDRA, K., KAIN, V., TEWARI, R. Microstructural and electrochemical characterization of heat-treated 347 stainless steel with different phases. Corrosion Science, vol. 67, p. 118 – 129, 2013.

CHIAVERINI, VICENTE; Aços e Ferros Fundidos. São Paulo, 2005

DAS ARPAN. Revisiting stacking fault energy of steels .The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International; 2015.

DAVIS, J.R.,ASM Internacional Handbook, Specialty Handbook: Stainless Steels.1994.

DeLong W. T. A modified phase diagram for stainless steel weld metals. Metal Progress, v. 77, 1960.

DUMAY, A.; CHATEAU, J.P.; ALLAIN, S.; MIGOT, S.; BOUAZIZ, O. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe-Mn-C steel. Materials Science and Engineering A, 2008.

FARAHAT, A.I.Z., BITAR, T.A.E. Effect of Nb, Ti and cold deformation on microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels. Materials Science and Engineering, 2010.

FERREIRA, R. C. Estudo da Formação da Fase Sigma em Aços Inoxidáveis Austeniticos - Foco nas ligas 317, 317L e 317LN. Porto Alegre - RS: UFRGS, 2009.

FREITAS, PAULO SERGIO. Tratamento térmico dos metais: da teoria à pratica/ Paulo Sergio de Freitas.São Paulo; SENAI-SP editora, 2019.

FORGAS, A.; OTUBO, J.; MAGNABOSCO, R. Ferrite Quantification Methodologies for Duplex Stainless Steel. J. Aerosp. Technol. Manag., São José dos Campos, Vol.8, Nº 3, pp.357-362, Jul.-Sep., 2016.

GILAPA; L.C.M. Efeito do teor de cobre e dos caminhos de deformação na conformabilidade e na martensita por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304. Tese (Doutorado em ciência e engenharia dos materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2011.

HELMUT FISHER. Measurement of the ferrite content in austenitic and duplex steel. Helmut Fischer – Germany. Catálogo do Feritscope MP30. Disponível em: <http://www.helmut-fischer.com/globalfiles/DE MP30Fe EN 0902.pdf>. Acesso em: 06 Dez. 2021.

HERRERA PULGARÍN, CLARA INÉS; Estudo dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento dos aços inoxidáveis austeníticos 304L e 316L deformados em várias temperaturas. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. SÃO PAULO, 2006.

Honeycombe, R.W.K, Bhadeshia, H.K.D.H, Metallurgy and Materials Science Series. Steels Microstructure and Properties. 2º ed. Edward Norton, 1995.

HOTZ, HENDRIK; SMAGA, MAREK ; KIRSCH, BENJAMIN ; ZHU, TONG; BECK, TILMANN; AURICH, JAN C.. Characterization of the subsurface properties of metastable austenitic stainless steel AISI 347 manufactured in a two-step turning process,Procedia CIRP,Volume 87, Pages 35-40, 2020.

HULL F.C. Delta ferrite and martensite fomation in stainless steel. Welding Journal, v. 52, 1973.

IMOA - INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION. Practical guidelines for the Fabrication of High Performance Austenitic Stainless Steels. Disponível em: <http://www.imoa.info/download_files/stainless-steel/Austenitics.pdf>; 2010.

JHA, A.K.; SIVAKUMAR, D.; SREEKUMAR, K.; MITTAL, M.C. Role of transformed martensite in the cracking of stainless steel plumbing lines. Engineering Failure Analysis. 15, 1042-1051, 2008.

KÄLLQVIST, J.; ANDRÉN, H.-O. Microanalysis of a stabilized austenitic stainless steel after long term ageing. Materials Science and Engineering; A270: 27-32; 1999.

KINA, A.Y.; SOUZA, V.M.; TAVARES, S.S.M.; SOUZA,J.A.; ABREU, H.F.G. Influence of heat treatments on the intergranular corrosion resistance of the AISI 347 cast and weld metal for high temperature services, v. 199, 2008.

KRUPP, ULRICH; ROTH, INGMAR; CHRIST, HANS-JU¨RGEN; KU¨BBELER, MARTIN E FRITZEN, CLAUS-PETER. In Situ SEM Observation and Analysis of Martensitic Transformation During Short Fatigue Crack Propagation in Metastable Austenitic Steel, 2010.

LEFFLER, B. ; Stainless steels and their properties. technical report, Avesta Sheffield AB Research Foundation, Stockholm, 1996

LICHTENFELD, J. A., MATAYA, M. C., VAN TYNE, CH. Effect of strain rate on stress strain behavior of alloy 309 and 304L austenitic stainless steel. Metallurgical and Materials Transactions A, vol 37A. January 2006.

LIPPOLD, J. C., KOTECKI, D. J. Welding metallurgy and weldability of stainless steels. New Jersey, USA: JohnWiley & Sons, 2005

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K.L. Recent developments in stainless steels. Materials Science and Engineering. n. R65, p. 39-104, 2009.

MARSHALL, P. Austenitic Stainless Steels: Microestructure and Mechanical Properties. UK. Elvsevier Applied Science Publishers, 1984.

MEITUO STEEL; página de internet: Special Steel Manufacturer | Meituo Steel (ss-met.com), acessada em 29/10/2024; 2024.

METALDATA.INFO. Página de internet: www.metaldata.info/eng/winsteel.htm; consulta em novembro de 2024, 2024.

MODENESI, PAULO J.; Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis – São Paulo, 2001

MOALLEMI, M.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A.; REZAEE, A.; H. SAMAEI BAGHBADORANI, P. DASTRANJY NEZHADFAR, Deformation-induced martensitic transformation in a 201 austenitic steel: The synergy of stacking fault energy and chemical driving force, Materials Science and Engineering: A, Volume 653, Pages 147-152, 2016.

MOURA, V.; YAE KINA A.; TAVARES, S.S.M.; LIMA, L.D.; MAINIER, F.B. Influence of stabilization heat treatments on microstructure, hardness and intergranular corrosion resistance of the AISI 321 stainless steel. Journal. of Material. Science, v. 43: 536-540, 2008.

MURI, P. Avaliação Crítica do Ensaio de Reativação Eletroquímica Potenciodinâmica Aplicado a Aços Inoxidáveis Austeníticos. Dissertação de Mestrado. Pós-Graduação em Engenharia de Metalúrgica, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2011

OGAWA T, KOYAMAM, TASAN CC ET AL. Effects of martensitic transformability and dynamic strain age hardenability on plasticity in metastable austenitic steels containing carbono, 2017.

PADILHA, A. F., GUEDES, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos – Microestrutura e propriedades. São Paulo: Hemus Editora, 1994

PADILHA, Angelo Fernando; Materiais de Engenharia. São Paulo: Hemus Editora, 2007.

PADILHA, A. F., RIOS, P.R.; Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels; 2002

PADILHA, Angelo Fernando; PLAUT, Ronald Lesley; RIOS, Paulo Rangel. Annealing of Cold-worked Austenitic Stainless Steels, 2003.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. Aços Inoxidáveis Austeniticos: Microestrutura e Propriedades. São Paulo: Hemus, 2004.

PARDAL, JUAN MANUEL; TAVARES, SÉRGIO SOUTO MAIOR; TAVARES, MAURO TEIXEIRA; GARCIA, PEDRO SOUCASAUX PIRES; VELASCO, JAVIER ALEJANDRO CARRENO; ABREU, HAMILTON FERREIRA GOMES; PARDAL, JUAN PABLO. Influence of carbon content on the martensitic transformation of titanium stabilized austenitic stainless steels; Published in: The International Journal of Advanced Manufacturing Technology ; 2020

PARDAL, J.M.; T.R. MONTENEGRO, M.T. TAVARES, S.S.M. TAVARES, M.P.C. FONSECA, M.R. DA SILVA, J.P. PARDAL. Influencia del Tenor de Carbono en la Transformación Martensitica por Deformación a Frio en el Acero Inoxidable AISI 321. In: 11º Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica, 2013, La Plata - Argentina. Actas do XI Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica, 2013, La Plata - Argentina: Facultad de Ingeniería - Universidad Nacional de La Plata, p. 2893-2905; 2013.

PARDAL, JUAN. M; TAVARES, SERGIO S. MAIOR; FONSECA, MARIA P. CINDRA; MONTENEGRO, TALLES RIBEIRO; DIAS, ANTONIO JOSÉ N.; ALMEIDA, SERGIO L.; CARACTERIZAÇÂO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX) DE FASES DELETÉRIAS PRECIPITADAS EM AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX. 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat; 2010

PELLICCIONE, ADRE DA SILVA; MORAES, MILTON FRANCO; GLAVÃO, JORGE LUIZ REZENDE; MELLO, LUIS ANTONIO DE; SILVA, EDISON SANTOS; Analise de Falha em equipamentos de processo – Rio de Janeiro, 2014

PETERSON, S. F., MATAYA, M. C., MATLOCK, D. K.. The formability of austenitic stainless steel. JOM, 1997.

PETROV, YU. N.. "Effect of carbon and nitrogen on the stacking fault energy of high-alloyed iron-based austenite". International Journal of Materials Research, 2003.

PICKERING, F.B.. In Stainless Steels, The Institute of Metals, London, 1985.

PICKERING, F. B. Physical Metallurgy of Stainless Steel Developments. International Metals Reviews, v. 21, n. December, p. 227–268, 1976.

PLAUT, R. L. et al. A Short review on wrought austenitic stainless steels at high temperatures:processing, microstructure, properties and performance. Materials Research, v. 10, n. 4, p.453–460, dez. 2007.

REICK W.; POHL M AND PADILHA AF., Determination of stacking fault energy of austenite in a duplex stainless steel. Steel Research International., 67: 253-256, 1996.

RODRIGUES, JOSÉ DE ANCHIETA. Raio X: difração e espectrometria. São Carlos: EdUFSCar, 2018.

ROZO VASQUEZ, J.; ARIAN, B.; KERSTING, L.; HOMBERG, W.; TRÄCHTLER, A.; WALTHER, F. Detection of Phase Transformation during Plastic Deformation of Metastable Austenitic Steel AISI 304L by Means of X-ray Diffraction Pattern Analysis. *Metals;* 2023

SCHAEFFLER, A. L., Constitution diagram for stainless steel weld metal. Metal Progress, V.56, n.11, p.680-680B,1949.

SCHARAMM R.E.; REED R.P. Stacking fault energies of austenitic stainless steels. Metall Trans 1975.

SENAI – SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INSDUTRIAL; METALURGIA GERAL; São Paulo, 2015.

SILVA, A. L. V. C.; MEI, P.R. Aços e Ligas Especiais. 3. ed. São Paulo: Blucher, 2010.

SILVA, EDEN SANTOS; Efeito do tratamento térmico de solubilização sobre o crescimento de grão e o grau de sensitização dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 321 e AISI 347, 2007.

SMAGA, M.; WALTHER, F.; EIFLER, D. Deformation-induced martensitic transformation in metastable austenitic steels. Materials Science and Engineering: A, v. 483-484, p. 394-397, 2008.

SMAGA, M; SKORUPSKI, R; MAYER, P; KIRSCH, B; AURICH, J. C.; RAIDI; SEEWIG J.; MAN, J.; EIFLER, D.; BECK T. Influence of surface morphology on fatigue behaivior of metastable austenitic stainless steel AISI 347 at ambiente temperature and 300ºC.Procedia Structural Integrity, 5, 989-996, 2017.

SMAGA, M; WALTHER, F.; EIFLER, D. Deformation-induced martensitic transformation in metastable austenitic steels. Materials Science and Engineering: A. v. 483-484, p. 394-397, 2008.

SPEAKMAN, A.S. Profile Fitting for Analysis of XRPD Data using HighScore Plus v3, Massachusetts Institute of Technology, USA; 2023.

SOURMAIL, T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels, 2001

TALITA GAMA; JUCIANE ALVEZ; JULIANNA GARCIA E THAISSA NUNES, Analise Quantitativa pelo programa HighScore Plus, 2022

TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HANNIEN, H. Comparison of different methods for measuring strain induced α'- mattensite content in austenitic steels. Materials Science and Technology. Vol 20 December 2004.

TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; GOMES DA SILVA, M.J.; ABREU, H.F.G.; SILVA, M.R. DA. Deformation induced martensitic transformation in a 201 modified austenitic stainless steel, Materials Characterization,Volume 60, Issue 8, 2009.

TAVARES, S.S.M ; J.M. Neto; M.R. da Silva; I.F. Vasconcelos, H.F.G de Abreu . Magnetic properties and alfa prime martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling. Materials Characterization. 2008.

TAVARES, S.S.M.; SOUZA, V. M., SOUZA, J. A., KINA, A. Y.,.Influência dos tratamentos térmicos de estabilização e solubilização na resistência à corrosão intergranular do aço inoxidável AISI 347 fundido. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v.4, n.3, jan.-mar. 2008.

TAVARES, S.S.M.; DA SILVA, M.R.; PARDAL, J.M.; ABREU, H.F.G.; GOMES, A.M. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. Journal of Material Processing Technology.; 180: 318-322, 2006.

TAVARES, MAURO TEIXEIRA. Avaliação da transformação martensítica por deformação a frio no aço inoxidável AISI 321; Nitório, RJ; 2014.

TIAMIYU, A.A.; ESKANDARI, M.; NEZAKAT, M. Acomparative study of the compressive behavior of AISI 321 austenitic stailess steel under quasi-static and dynamic shock loading. Mater Des. 112: 309-319, 2016.

TOTTEN, G. E. Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies. Taylor & Francis, 2006.

YAJI LI; JUN LI; JINYAO MA; PEIDE HAN. Influence of Si on strain-induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steel; Materials Today Communications,Volume 31, 2022.

VIRGAMET é uma empresa da indústria siderúrgica que atua na exportação, importação, distribuição por atacado e varejo de aço de qualidade nos mercados polonês e estrangeiro. Pagina de internet: https://virgamet.com/1-4550-x6crninb1810-aisi-347-347h-uns-s34700-stainless-steel, consulta em novembro de 2024; 2024.

YANG SW, SPRUIELL JE. Cold-worked state and annealing behaviour of austenitic stainless steel, 1982.

Young, R. A. The Rietveld Method International Union of Crystallography. International Union of Crystallography. Oxford University press, 1993