

CARACTERÍSTICAS DA MARTENSITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS EM OPERAÇÕES DE EMBUTIMENTO¹

Marta Ribeiro dos Santos²
Hélio José Batista Alves³
Robson Guimarães Lopes⁴
Berenice Mendonça Gonzalez⁵

Resumo

Operações de embutimento e reembutimento de aços inoxidáveis austeníticos foram divididas em estágios, cinco para ambas as operações de embutimento e reembutimento, com a finalidade de se avaliar o efeito da fração volumétrica de martensita α' e a evolução microestrutural dos aços durante a conformação. Os estudos foram conduzidos em copos embutidos e reembutidos com *blanks* de 56mm de diâmetro em dois aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 cujo teor de nitrogênio foi a principal diferença existente entre eles. Pastilhas foram cortadas das zonas de maiores deformações de cada etapa estabelecida durante as operações de conformação e nelas foram realizadas avaliações microestruturais e determinação da fração volumétrica de martensita induzida por deformação. Foi observado que o aço com maior teor de nitrogênio apresentou maior resistência à deformação e menores frações volumétricas de martensita α' . Em ambos os aços, a quantidade de martensita α' aumentou da base dos copos até o topo, ocorrendo tanto no embutimento quanto no reembutimento. A martensita formada nucleou-se em forma de ripas.

Palavras-chave: Fenômeno de *Delayed Cracking*; Aços inoxidáveis austeníticos com adição de nitrogênio; Martensita induzida por deformação; Embutimento.

DEFORMATION-INDUCED MARTENSITE CHARACTERISTICS IN AUSTENITIC STAINLESS STEELS DURING DEEP-DRAWING PROCESSES

Abstract

The effect of the deformation on the strain induced martensite (α') in an AISI 304 stainless steel which showed the Delayed Cracking Phenomenon on deep drawing operations was evaluated. The double forming of this metastable austenitic stainless steel (which was broken into five stages) was performed with a 56mm initial *blank* diameter. Round samples of each stage have been cut to characterize the microstructure and determine the volume fraction of α' martensite formed during the flow of the metal toward to the die. It was found that the amount of α' martensite has increased with the strain in the deformation zone of the forming operations. The volume fraction of martensite has increased from the bottom towards the cup edge. The formed martensite has shown lath type morphology.

Keywords: Delayed Cracking Phenomenon; Strain induced martensite; Deep drawing operation; Austenitic stainless steel.

¹ Contribuição submetida ao 44º Seminário de Laminação da ABM, 16 a 19 de outubro de 2007, Campos do Jordão, São Paulo.

² Aluno de doutorado - Pesquisador da Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais – CETEC.

³ Mestre, Pesquisador do Centro de Pesquisa da Acesita S.A.

⁴ Técnico do Centro de Pesquisa da Acesita S.A.

⁵ Doutor, Professor do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

1 INTRODUÇÃO

O aumento do teor de nitrogênio nos aços inoxidáveis austeníticos além de estabilizar a austenita também promove o aumento de sua resistência mecânica e melhora a sua ductilidade. A presença de nitrogênio em maior quantidade nesta classe de aços também exerce efeito sobre a energia de falha de empilhamento do material e na estabilidade da fase austenítica em relação à transformação martensítica.⁽¹⁾ Dependendo dos elementos presentes na composição química das ligas inoxidáveis, a adição de nitrogênio pode diminuir ou aumentar a energia de falha de empilhamento. A literatura relata redução da energia de falha de empilhamento em aços Cr21Ni6Mn9 quando o teor de nitrogênio passou de 0,2 para 0,24% em massa e apresentou elevação em aços inoxidáveis austeníticos Cr13Mn19 quando seu teor passou de 0,05 para 0,23% em massa.⁽²⁾ Adições de nitrogênio aos aços inoxidáveis também levam à diminuição da transformação martensítica induzida por deformação, fato que exerce forte influência sobre processos de conformação mecânica, principalmente, no que concerne ao embutimento profundo.

A transformação da austenita em martensita em aços inoxidáveis austeníticos é uma conseqüência direta da deformação plástica e a martensita resultante apresenta a forma de ripas.⁽³⁾ Está bem estabelecido na literatura, que interseções de bandas de cisalhamento podem ser sítios de nucleação para a martensita α' .⁽³⁻⁷⁾ As bandas de cisalhamento efetivas podem ser maclas de deformação, falhas de empilhamento e martensita ε .⁽⁸⁾ O aumento da fração volumétrica de martensita causado pelo aumento do nível de deformação pode ser atribuído ao aumento dos sítios de nucleação.⁽³⁾

A formação da martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis melhora sua resistência mecânica e aumenta a sua ductilidade, propriedades desejáveis para que se tenha boa aptidão ao estiramento em operações de conformação mecânica. No entanto, a transformação martensítica afeta desfavoravelmente as operações de embutimento profundo em razão do surgimento do fenômeno de *Delayed Cracking* em peças que foram estampadas com sucesso.

Com o objetivo de estudar o efeito da transformação martensítica sobre o fenômeno de *Delayed Cracking*, operações de embutimento e reembutimento foram divididas em estágios e estudos foram realizados nas regiões de maiores deformações de cada etapa formada. No embutimento, a região de maior deformação se encontra no flange dos copos semi-embutidos. As tensões nesta área são compressivas na direção circunferencial e trativas na direção radial.⁽⁹⁾ A distribuição de tensões na zona de deformação do reembutimento são qualitativamente as mesmas que ocorrem no embutimento.⁽¹⁰⁾

Existe um limite de redução de diâmetro que pode ser alcançado por um material durante o embutimento. Para materiais considerados isotrópicos, a razão entre os diâmetros do *blank* e do punção é considerada o limite para o qual o material pode ser embutido com sucesso. As razões de embutimento podem ser expressas da seguinte maneira:

$$DR = \frac{d_b}{d_p} \quad (1)$$

na qual d_b é o diâmetro do *blank* e d_p é o diâmetro do punção.⁽⁹⁾ Quando o material atinge o seu limite de embutimento, a razão de embutimento nesta condição é denominada Razão Limite de Embutimento (LDR).

Neste trabalho, procurou-se avaliar a variação da fração volumétrica da martensita induzida por deformação e suas características microestruturais durante as etapas nas quais foram divididos os processos de embutimento e reembutimento em aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 que manifestaram o fenômeno de *Delayed Cracking*.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

As composições químicas e temperaturas Md_{30} dos aços inoxidáveis austeníticos A e H usados neste trabalho são apresentadas na Tabela 1. Os aços foram recebidos na forma de chapas de 0,6mm de espessura, laminadas a frio e recozidas durante 30s a 1100°C em atmosfera oxidante, apresentando grãos com tamanho de 19 μ m. As temperaturas Md_{30} dos aços A e H foram obtidas calculadas segundo Nohara *et al.*⁽¹¹⁾

Tabela 1: Composição química (% em peso) e temperatura Md_{30} (C°) dos aços inoxidáveis austeníticos A e H.

Aço	C	N	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	Nb	Md_{30}
A	0,0637	0,0373	0,382	1,329	18,27	8,03	0,06	0,039	0,006	4,0
H	0,0538	0,054	0,481	1,089	18,3	8,11	0,084	0,106	0,007	-3,7

Observa-se da tabela que a principal diferença existente entre os aços A e H reside no teor de nitrogênio cujo valor, no aço H, aumentou em 0,016% em peso em relação ao aço inoxidável A. Também se observa uma pequena diferença nos teores de carbono, mais elevado para o aço A. Além destes dois elementos, as composições químicas dos aços podem ser consideradas semelhantes.

A microestrutura apresentada pelos aços antes da conformação às quais foram submetidos era a de policristais 100% austeníticos com grãos equiaxiais como se observa na Figura 1 para o aço A. Não se verificou a presença de martensita nos dois aços como recebidos.

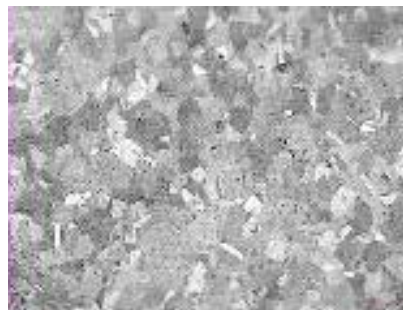


Figura 1: Microestrutura do aço inoxidável austenítico A como recebido. Aumento: 200X. Ataque: Ácido Oxálico.

2.2 Testes Mecânicos

Para serem avaliados em relação à susceptibilidade ao fenômeno de *Delayed Cracking*, os aços usados neste trabalho foram submetidos às operações de embutimento e reembutimento, usando uma prensa Erichsen modelo 142-40. Os aços foram embutidos em vários diâmetros de *blank* (56, 60, 65 e 66mm) usando um punção cilíndrico de base reta de 33mm de diâmetro. Os reembutimentos foram realizados com um punção de 26mm de diâmetro com a mesma geometria do anterior. Todas as operações de conformação foram realizadas à temperatura ambiente e a uma velocidade de embutimento de 600mm/min. O enrugamento das bordas dos copos embutidos foi evitado pela aplicação de cargas de 10 a 12kN no prensa-chapa durante o embutimento e de 4 a 6kN no reembutimento. Todo o material foi lubrificado com bissulfato de molibdênio (Molycote) antes da conformação.

O fenômeno de *Delayed Cracking* foi caracterizado pelo parâmetro LDR-DC (Razão Limite de Embutimento do *Delayed Cracking*). Este parâmetro foi definido como sendo o menor diâmetro de *blank* para o qual o aço, submetido ao embutimento e ao reembutimento, tenha apresentado pelo menos uma trinca até 24h após o fim da operação de reestampagem. Foram observados lotes contendo 15 copos embutidos e 15 copos reembutidos dos aços A e H.

2.3 Determinação dos Estágios das Operações de Conformação

As operações de embutimento e reembutimento foram divididas em 5 estágios para se avaliar o efeito da deformação sobre a formação de martensita α' durante as operações de conformação. Os estágios das operações de embutimento foram obtidos por deslocamentos parciais dos punções. A cada 5mm de deslocamento, a pré-forma era retirada da prensa e um novo *blank* era introduzido e conformado com um deslocamento maior do punção

O estudo da variação microestrutural foi realizado com o *blank* de 56mm para ambos os aços do trabalho com o objetivo de se avaliar e comparar a formação da martensita nas mesmas condições de deformação para as duas ligas. Esta avaliação foi feita em amostras cortadas das zonas de maiores deformações de cada uma das etapas das operações de embutimento e reembutimento. As deformações relativas à formação de cada estágio foram medidas pelo software ASAME TARGET. O princípio de medição do software ASAME TARGET é baseado na comparação entre as dimensões de uma malha deformada, aplicada a uma pré-forma de alguma operação de conformação, e as suas dimensões originais. Pelo menos duas fotografias das malhas devem ser tiradas em diferentes posições da área deformada. Estas fotografias são utilizadas pelo programa para medir, usando trigonometria, três coordenadas dimensionais das interseções dos pontos das malhas e posteriormente calcular as deformações superficiais da área deformada.

2.4 Avaliação da Fração Volumétrica de Martensita

Devido à curvatura da parede dos copos conformados, os valores de frações volumétricas de martensita α' (magnética), obtida da austenita deformada plasticamente, apresentaram grande dispersão quando medidos com ferritoscópio. Optou-se, então, pela medição por difração de raios-X. A fração volumétrica de martensita induzida por deformação, medida de amostras cortadas das regiões de

maiores deformações das etapas das operações de embutimento e reembutimento, foi medida no plano das amostras por difração de raios-X usando a radiação $K\alpha$ (Cu) e um cristal monocromador de grafite de um difratômetro Philips PW70. A determinação da quantidade de martensita por difração de raios-X foi baseada no princípio de que a intensidade integrada total de todos os picos de difração de uma determinada fase em uma mistura é proporcional à fração volumétrica daquela fase. Para a determinação da fração volumétrica de martensita, pastilhas de 5mm de diâmetro foram cortadas ao longo das paredes dos copos em uma máquina de corte por eletroerosão *Metals Research Servomet*. A eletroerosão remove metal nas vizinhanças da ferramenta de corte, sem contato mecânico, através de uma série de centelhas controladas. Cada centelha promove a formação de uma cratera por fusão e vaporização de metal. Com o intuito de remover impurezas e efeitos do corte sobre o difratograma, cada pastilha foi atacada quimicamente de modo a causar uma redução em sua espessura. A solução usada para o ataque foi uma mistura de ácido clorídrico, ácido nítrico, glicerina e água destilada e em seguida, lavadas com detergente e etanol e secas com argônio. As pastilhas foram fixadas no difratômetro através de um porta amostra especialmente desenvolvido para este fim.

2.5 Avaliação da Variação Microestrutural Durante as Operações de Embutimento e Reembutimento

As amostras usadas para análise por difração de raios-X e as dos aços como recebidos foram embutidas transversalmente em resina de poliéster, lixadas manualmente em lixas d'água de granas #320, #400, #600, #800, #900 and #1500, e polidas em pasta de diamante de 3 e $1\mu\text{m}$. A camada deformada pelo lixamento e polimento mecânico foi removida por polimento eletrolítico em solução de ácido perclórico (HClO_4) e metanol (CH_3OH) empregando-se uma fonte de corrente contínua POLIPOWER, Struers operada a 12V. As amostras foram imersas por um período de 4s na solução eletrolítica e em seguida, lavadas com detergente e secas e secas com etanol e ar quente.

As microestruturas dos aços como recebidos foram obtidas por ataque químico com ácido oxálico, também empregando-se uma fonte de corrente contínua POLIPOWER operada a 6V. As microestruturas das amostras cortadas das zonas de deformação de cada etapa foram reveladas realizando-se um ataque com o reagente Beraha acrescido de bissulfito de potássio. As imagens das microestruturas foram obtidas pelo software de análise Image Pro Plus após observação em um microscópio ótico Leica.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Susceptibilidade ao Fenômeno de *Delayed Cracking*

O fenômeno de *Delayed Cracking* ocorreu para os copos reembutidos dos aços A e H quando conformados com *blanks* de 56 e 63mm, respectivamente. Trincas características do fenômeno de, aproximadamente, 1,0mm de profundidade foram observadas nas bordas dos copos conformados em um período de 24h após o término da conformação. Foi observado que as trincas abertas nas bordas dos copos reestampados apareceram, inicialmente, na face externa do copo e se desenvolveram em direção à face interna, atravessando a parede.

De acordo com a equação (1) estes *blanks* resultaram razões de embutimento de 2,15 para o aço A e 2,42 para o aço H. Como estes foram os menores diâmetros de *blanks* fraturados em um período de 24h, estas razões de embutimento se tornaram então as Razões de Embutimento Limites do *Delayed Cracking* (LDR-DC). Os copos embutidos do aço A apresentaram altura média de 17,7mm e os reembutidos, 25,7mm. Já os copos embutidos do aço H apresentaram altura média de 24,7mm e os reembutidos, 34,3mm. A Figura 2 mostra os copos reembutidos do aço A e H nos quais o fenômeno de *Delayed Cracking* apareceu. Na Figura 3 uma das trincas abertas na borda do copo reembutido do aço H pode ser vista com maior ampliação.



Figura 2. Fenômeno de *Delayed Cracking* nos aços A e H para as razões limite do embutimento LDR-DC=2,15 e 2,42, respectivamente.

3.2 Estágios das Operações Conformação

Os deslocamentos do punção para o estabelecimento de cada estágio e as deformações calculadas, associadas aos deslocamentos, são apresentadas nos gráficos da Figura 4. As Figuras 5 e 6 mostram os estágios nos quais as operações de embutimento e reembutimento dos aços A e H, realizadas com o *blank* de 56mm de diâmetro, foram divididas. Ambas as operações foram representadas em cinco estágios (incluindo o *blank* no caso das operações de embutimento).



Figura 3: Vista em detalhe de uma das trincas abertas na borda do copo reembutido do aço H. Ampliação: 9x.

Na operação de embutimento (Figura 4a), os valores das deformações calculadas para os aços A e H não apresentaram grandes diferenças que permitissem evidenciar o efeito do nitrogênio sobre o comportamento mecânico do aço H em relação ao aço A. No entanto, durante as operações de reembutimento, nas quais as deformações foram maiores, pôde-se observar que o aço A se deformou mais que o H em todos os níveis de solicitação empregados. Este fato pode ser atribuído à maior quantidade de nitrogênio presente na composição química da liga H que

proporcionou um aumento das propriedades mecânicas, tornando-o mais resistente à deformação.

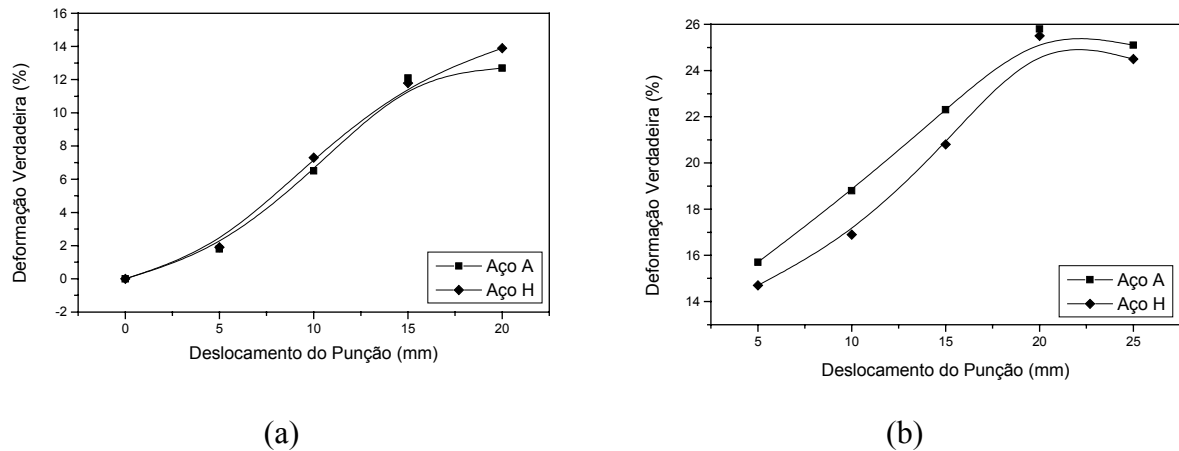


Figura 4: Deformações verdadeiras associadas a cada deslocamento do punção durante as operações de embutimento (a) e reembutimento (b) dos aços A e H.

Os estágios nos quais as operações de embutimento e de reembutimento do aço A foram divididas podem ser vistos nas Figuras 5 e 6, respectivamente. As mesmas etapas foram formadas para o aço H. Contando o *blank*, as operações de embutimento foram divididas em 5 etapas, assim como as operações de reembutimento, cuja preforma inicial foi a última etapa da operação de embutimento. Pode-se observar no embutimento que a área do flange diminui à medida que a operação evolui até que o copo esteja completamente conformado. Nas operações de reembutimento, a zona de deformação se estende da base dos copos até o topo e os copos formados apresentam paredes mais altas.



Figura 5: Estágios da operação de reembutimento do aço A.



Figura 6: Estágios da operação de reembutimento do aço A.

3.3 Fração Volumétrica de Martensita Induzida por Deformação

A Figura 7 mostra um difratograma de raios-X de uma das amostras cortadas da parede de um copo reembutido do aço H na razão limite de embutimento do *Delayed Cracking* (LDR-DC). Os planos individuais da austenita CFC e da martensita CCC

são claramente identificados na figura. Quando presentes, três picos de cada fase foram utilizados para quantificar a fração volumétrica de cada uma na amostra.

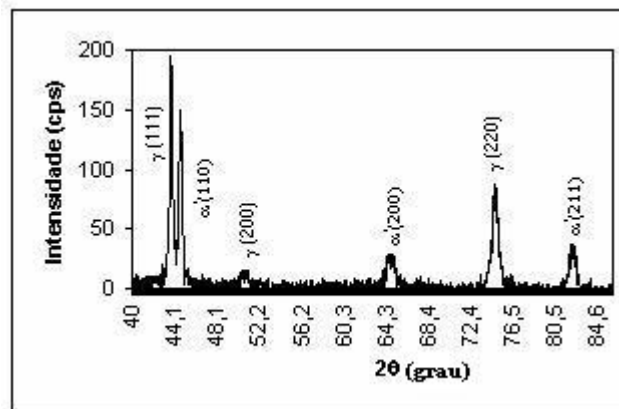
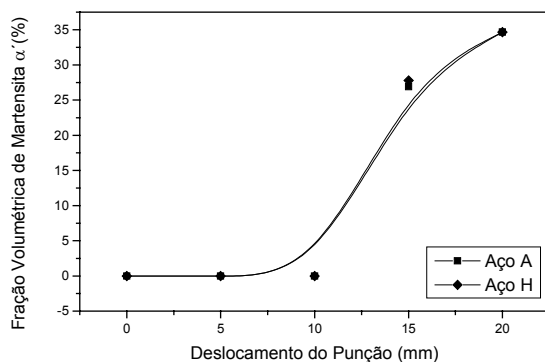


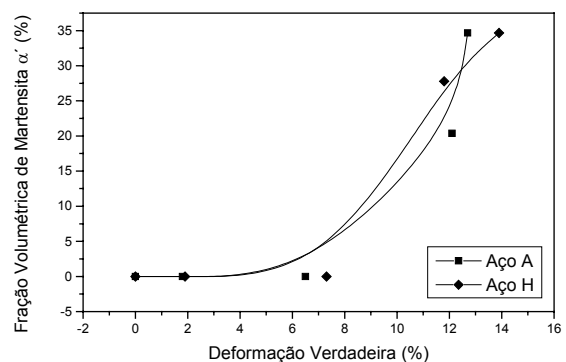
Figura 7: Difratograma de uma amostra extraída do copo reembutido do aço inoxidável austenítico H, usando radiação Cu Ka, mostrando a presença da austenita e da martensite α' .

Os resultados de fração volumétrica de martensita α' para os aços A e H, medidas nas zonas de maiores deformações das etapas que compõem as operações de embutimento e reembutimento, podem ser vistas nas Figuras 8 e 10, respectivamente. Nestas figuras foram traçados os gráficos de fração volumétrica de martensita induzida por deformação em função dos deslocamentos do punção e da deformação associada a estes deslocamentos na conformação de cada etapa.

Nas operações de embutimento dos aços A e H, até o deslocamento de 10mm do punção, ou para deformações verdadeiras de aproximadamente 7%, as frações volumétricas de martensita induzida por deformação foram de 0%, muito embora a fase martensítica tenha sido identificada nas micrografias das pastilhas cortadas das zonas de deformação desta operação de conformação, conforme se observa na Figura 9.



(a)



(b)

Figura 8: Variação da fração volumétrica de martensita induzida por deformação em função da deformação durante a operação de embutimento para os aços A e H.

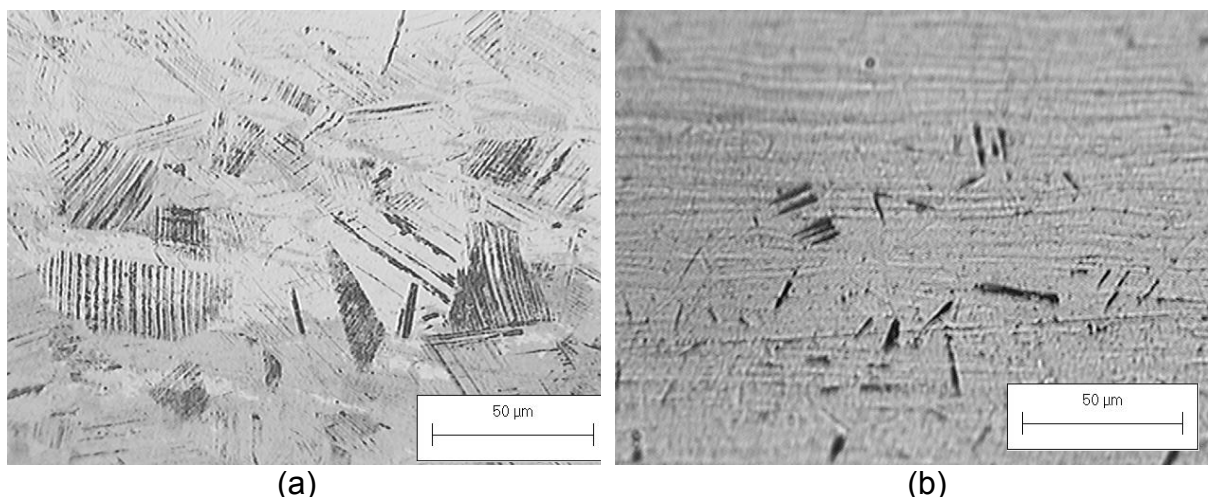


Figura 9: Micrografias óticas apresentando a nucleação da martensita α' nos aços A (a) e H (b) durante operações de embutimento para o deslocamento de 5mm do punção. Ampliação: 200X. Ataque Beraha.

Este fato está associado ao limite de detecção da técnica de difração de raios-X cuja fração mínima detectável situa-se em torno de 3%. Observa-se que a nucleação da martensita, para o mesmo nível de sollicitação, foi mais intensa no aço A. O maior teor de nitrogênio na composição química do aço H, além de melhorar suas propriedades mecânicas, também exerceu efeito estabilizador sobre a austenita reduzindo a sua transformação em martensita. O valor da temperatura Md_{30} do aço H, mais baixa que do aço A, também confirma este efeito.

A fração volumétrica de martensita α' foi visivelmente maior no aço A durante todas as etapas propostas das operações de reembutimento, conforme se constata nos gráficos da Figura 10. Como era de se esperar, a quantidade de martensita cresceu com a deformação alcançando valores próximos a 70% no topo dos copos. As Figura 11 e 12 apresentam as microestruturas desenvolvidas pelos dois aços após terem sido deformados pelos deslocamentos de 10, 15 e 20mm do punção durante o reembutimento, à temperatura ambiente

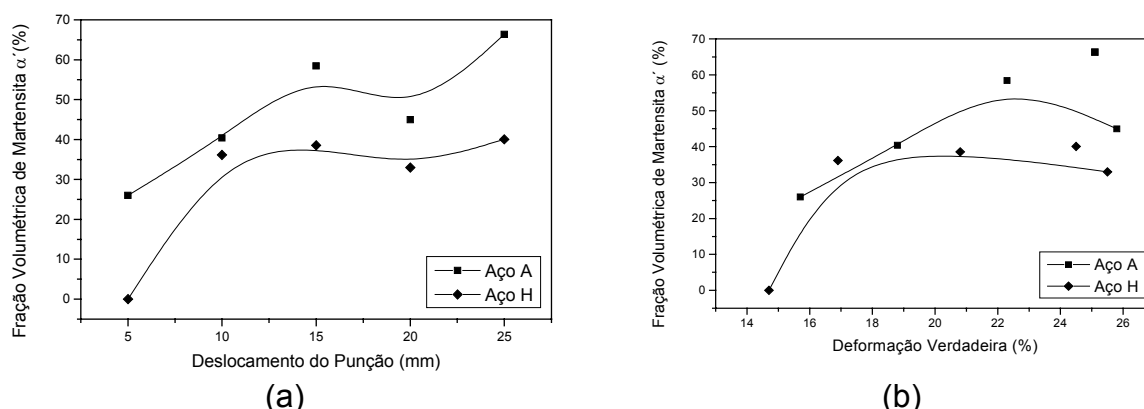


Figura 10: Variação da fração volumétrica de martensita induzida por deformação em função do deslocamento do punção (a) e pela deformação (b) durante a operação de reembutimento para os aços A e H.

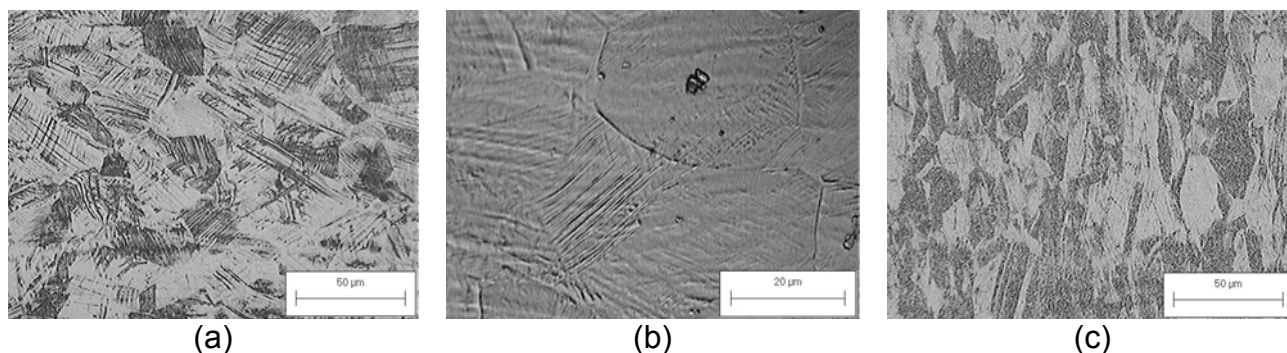


Figura 11: Micrografias óticas apresentando a martensita α' nos aços A após deformações de 19 (a), 22 (b) e 26% (c) durante operações de embutimento para o deslocamentos de 5, 10 e 15mm do punção. Ampliações: 200X para as deformações de 19 e 26% e 500X para a deformação de 22%. Ataque Beraha.

A morfologia típica da martensita formada nos dois aços foi a de ripas, como observado na literatura por vários autores⁽³⁻⁷⁾. Especula-se que as interseções de bandas de cisalhamento poderiam ter sido os principais sítios de nucleação desta fase nos aços estudados neste trabalho.

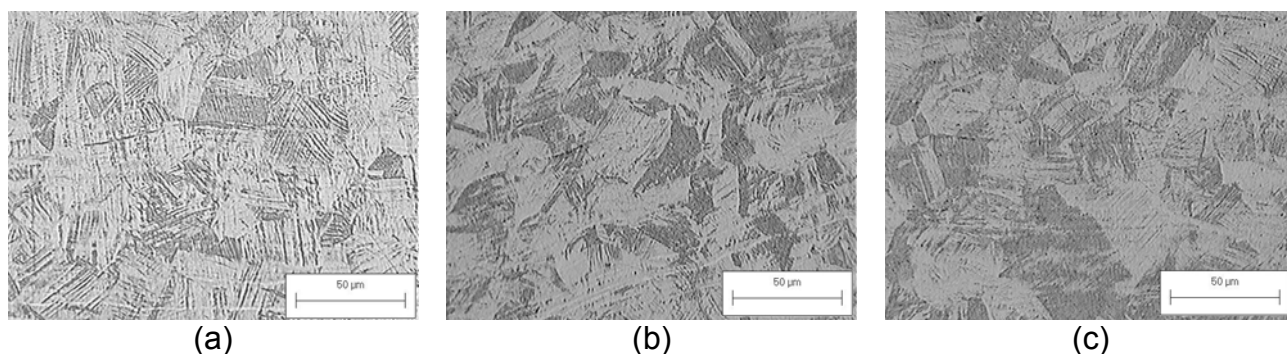


Figura 12: Micrografias óticas apresentando a martensita α' nos aços A após deformações de 17 (a), 20 (b) e 26% (c) durante operações de embutimento para o deslocamentos de 5, 10 e 15mm do punção. Ampliação: 200X. Ataque Beraha.

4 CONCLUSÕES

A fração volumétrica de martensita α' formada durante as operações de embutimento e reembutimento aumentou como resultado da elevação do nível de deformação durante as operações de conformação. Este fato pode estar relacionado ao aumento no número de interseções de bandas de cisalhamento que poderiam ser os potenciais sítios de nucleação para a martensita α' .

A forma típica de ripa da martensita encontrada nos dois aços ocorreu em todas as etapas nas quais as operações de conformação foram divididas.

A fração volumétrica de martensita induzida por deformação variou ao longo das paredes dos copos conformados, aumentando gradualmente desde a base até o topo, confirmando os relatos da literatura, alcançando valores próximos a 70% nas bordas dos copos reembutados.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pela bolsa de doutorado e pela taxa de bancada concedidas a Marta Ribeiro dos Santos, à ACESITA S.A., pela realização dos

ensaios de embutimento e a Andréia Bicalho, do departamento de Engenharia Metalúrgica da UFMG, pela realização das Difrações de raios-X.

REFERÊNCIAS

- 1 HENDRY, A., Developments in High Nitrogen Stainless Steels, *Wire Journal International*, pp. 140-144, 1994.
- 2 BRACKE, E, L., LIEBEHERR, M., AKDUŦ, N., COOMAN, B.C., *Developments and Characterization of High N, Ni Free Austenitic Stainless Steel*, Proceedings of The 7th International Conference on High Nitrogen Steels, pp. 331-341, 2004.
- 3 SHRINIVAS, V., VARMA, S.K., MURR, L.E., Deformation-Induced Martensitic Characteristics in 304 and 316 Stainless Steels During Room-Temperature Rolling, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.26A, pp. 661-671, 1995.
- 4 MAXWELL, P.G., GOLDBERG, A., SHYNE, J.C., *Metallurgical Transactions*, v. 5, pp. 1305-1318, 1974.
- 5 MANGONON, JR.P.L., THOMAS G., The Martensite Phases in 304 Stainless Steel, *Metallurgical Transactions A*, v. 1, pp. 1577-1586, 1970.
- 6 LACROISEY, F., PINEAU, A., Martensitic Transformations Induced by Plastic Deformation in the Fe-Ni-Cr-C System, *Metallurgical Transactions*, v. 3, pp. 387-396, 1972.
- 7 OLSON, G.B., COHEN, M., *Metallurgical Transactions A*, v. 7A, p. 1897, 1975.
- 8 RAMAN, S.G. S., PADMANABHAN, K.A., Tensile deformation-induced martensitic transformation in AISI 304L Austenitic Stainless Steel, *Journal of Materials Science Letters*, v. 13, pp. 389-392, 1994.
- 9 HOSFORD, W.F., *Mechanical Behavior of Materials*, Cambridge University Press., 1st edition, New York, 2005
- 10 LANGE, K., *Handbook of Metal Forming*. McGraw-Hill Book Company, first edition, New York. 1985.
- 11 NOHARA, K. ONO, Y., OHASHI, N., Composition and Grain Size Dependencies of Strain induced Martensite Transformation in Metastable Austenitic Stainless Steels, *Transactions ISIJ*, v. 17, pp. 772-782, 1977.