# ATRITO INTERNO EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS ABNT 304<sup>1</sup>

Leandro Ferreira Machado<sup>2</sup> Ana Luiza Resende de Castro<sup>3</sup> Margareth Spangler Andrade<sup>4</sup>

#### Resumo

Este trabalho teve por objetivo estudar o comportamento do amortecimento de vibrações mecânicas em um aco inoxidável austenítico tipo ABNT 304 com adição de cobre. Ensaios de tração foram realizados em corpos de prova do aco em temperaturas no intervalo de -50 ℃ a 20ºC e guantidades de deformação verdadeira de 3% a 12%, com a finalidade de se obterem diferentes quantidades de fases martensíticas dos tipos de ε e α'. As martensitas induzidas foram investigadas por meio de ensaios de atrito interno em um pêndulo de torção invertido na faixa de temperatura de 40 a 400°C. Ensaios dilatométricos foram realizados para apoiar a interpretação de resultados. Os ensaios de atrito interno revelaram a presença de martensita ε em quantidades crescentes com a deformação e para temperatura mais baixas. A influência de  $\varepsilon$  no atrito interno do aço ficou bem estabelecida pela ocorrência de um pico nas temperaturas de reversão desta martensita em torno de 100 °C. A presença de  $\alpha$ ' foi associada a picos de atrito interno em torno de 140 °C e 320°C em amostras deformadas nas temperaturas de -30°C e -50°C. Nas temperaturas de -10 e 20°C, praticamente não foi observada ocorrência de  $\alpha$ '. Palavras-chave: Acos inoxidáveis austeníticos; Dilatometria; Atrito interno.

#### INTERNAL FRICTION IN AUSTENITIC STAINLESS STEELS ABNT 304

#### Abstract

This work aimed to study the damping behavior of an AISI 304 austenitic stainless steel containing copper. Tensile tests were performed on samples of the steel in temperatures in the range -50 to 20 °C and true deformation of 3-12%, with the aim of obtaining different amounts of martensitic phases of the types  $\varepsilon$  and  $\alpha$ '. The induced martensites were investigated by internal friction in an inverted torsion pendulum in the temperature range of 40 to 400°C. Dilatometry tests were conducted to support the interpretation of the results. The internal friction tests revealed the presence of  $\varepsilon$  martensite increasing with deformation for lower temperatures. The influence of the internal friction of the steel was well established by the occurrence of a peak at temperatures of  $\varepsilon$  martensite reversal around 100°C. The presence of  $\alpha$ ' is linked with peaks of internal friction around 140 and 320°C in samples deformed at temperatures of -30 and -50°C. At the temperatures of -10 and 20°C, the presence of  $\alpha$ ' was hardly observed.

Key words: Austenitic stainless steel, Dilatometry, Internal friction.

- <sup>2</sup> Graduando, Engenharia Metalúrgica e de Materiais UFMG, Bolsista IC/Fapemig/CETEC.
- <sup>3</sup> Dr., Pesquisadora em C&T, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais CETEC.
- <sup>4</sup> Dr., Pesquisadora, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais CETEC.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64 ° Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

#### 1 INTRODUÇÃO

A utilização de cromo para fabricar aços resistentes à corrosão data de 1912. Dependendo dos elementos de liga usados, os aços inoxidáveis podem ter microestrutura ferrítica, martensítica ou austenítica que, por sua vez, lhes dá propriedades físicas específicas. Seu crescimento tem sido da ordem de 6% ao ano e hoje representa 10% da produção mundial.<sup>(1)</sup>

Dentre os tipos de aços inoxidáveis disponíveis, os austeníticos se destacam como os mais utilizados.<sup>(2,3)</sup> Isto se deve a uma combinação favorável de propriedades, tais como: resistência à corrosão e à oxidação, resistência mecânica a quente, trabalhabilidade e soldabilidade.

Os aços inoxidáveis austeníticos são paramagnéticos e quando deformados a baixas temperaturas ocorre considerável aumento de resistência mecânica, sem contudo diminuir sua ductilidade.<sup>(3)</sup> Este efeito tem grandes implicações nos processos de conformação, usinagem e em aplicações criogênicas e está associado à ocorrência de transformações de fase austenita  $\rightarrow$  martensita. As fases martensíticas podem ser do tipo  $\alpha$ ', de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), e do tipo  $\epsilon$ , de estrutura hexagonal compacta (HC). A quantidade e o tipo destas fases dependem da temperatura e da quantidade de deformação.<sup>(4)</sup>

Além disto, pequenas alterações na composição química destes aços levam a alterações consideráveis em seu comportamento mecânico.<sup>(5)</sup> Persistem muitas dúvidas, sobretudo no que se refere às transformações martensíticas induzidas por deformação neste aço, quando aparecem e qual sua influência nas propriedades mecânicas.

O Atrito Interno surgiu na década de 1940 relacionado a estudos de difusão intersticial e pode ser definido como a capacidade de um material em amortecer vibrações mecânicas. As causas do amortecimento são várias: interações solutodiscordâncias, dissipação de energia vibracional, redistribuição de átomos intersticiais, transformações de fase. O Atrito Interno permite determinar fatores que modificam o comportamento mecânico do aço, como transformações de fases, envelhecimento após deformação, movimento de interfaces e níveis de impureza no material. O coeficiente de amortecimento em função da temperatura ou do tempo, o atrito interno, pode ser medido em um pêndulo de torção. O coeficiente de amortecimento logarítmico natural da razão entre as amplitudes sucessivas de oscilação de uma amostra submetida a uma tensão cíclica de torção no regime elástico. O método de medida de atrito interno está relacionado pela Equação:

$$Q^{-1} = \frac{1}{n\pi} \ln \left( \frac{A_i}{A_{i+n}} \right)$$

na qual Q<sup>-1</sup> é o atrito interno, i é a i-ésima amplitude de oscilação da amostra e n é a n-ésima amplitude de oscilação após a oscilação i.<sup>(6)</sup>

Foi objetivo deste trabalho determinar o comportamento de atrito interno em um aço inoxidável austenítico do tipo ABNT 304 contendo cobre submetido a diferentes deformações em diferentes temperaturas.

#### 2 MATERIAL E MÉTODOS

Foi utilizado um aço inoxidável do tipo ABNT 304 com adição de cobre, denominado 304N, fornecido pela ArcelorMittal Inox Brasil na forma de chapa de 0,6mm de espessura. O material foi submetido ao processamento padrão de indústria: lingotamento contínuo, laminacão a quente, laminação a frio e recozimento final para eliminar a martensita induzida por deformação a frio durante o processo. A Tabela 1 apresenta a composição química deste aço.

Tabela T. Composição química do aço 30410 (% em peso).										
Aço	С	Si	Mn	Cr	Ni	Мо	Cu	Р	S	N <sup>(1)</sup>
304N	0,026	0,31	0,957	18,04	8,07	0,187	1,556	0,026	0,001	320

00414

Obs.: "N em ppm.

Com o objetivo de obter diferentes quantidades de martensita no material, foram realizados ensaios de tração em corpos de prova retirados das chapas fornecidas na direção paralela à direção de laminação. Esses corpos de prova foram confeccionados com seção reduzida e furo na cabeça, de acordo com a norma ASTM646 (Figura 1).



Figura 1. Desenho esquemático do corpo de prova de tração com as medidas em milímetros.

Os ensaios foram realizados em uma máguina universal de ensaios mecânicos da marca Instron, modelo 1125, dotada de câmara para condicionamento de temperaturas, modelo 3111. Para tal, a câmara possui resistências elétricas, responsáveis pelo aquecimento e sistema de injeção de CO<sub>2</sub> para resfriamento do recinto.

Foram realizados ensaios nas temperaturas de 20°C, -10°C, -30°C e -50°C com deformações verdadeiras de 3%, 6%, 9% e 12%, totalizando dezesseis corpos de provas com diferentes características. A temperatura dos corpos de prova durante os ensaios foi monitorada através de um termopar soldado em seu centro. A velocidade de deslocamento do cabecote para temperaturas de -10°C, -30°C e -50°C foi de 2 mm/min e a 20°C, a velocidade foi de 1 mm/min. Testes preliminares indicaram que esses valores não causariam uma variação significativa de temperatura durante o ensaio.

Amostras para os ensaios de atrito interno e de dilatometria, medindo 50x3x0,6 mm e 12x2x0,6 mm, respectivamente, foram cortadas na direção paralela à do ensaio de tração. Foi utilizada uma cortadeira da marca Struers com disco de diamante, que pode realizar um corte preciso e sem deformações. Possui uma velocidade variável de rotação do disco. O corte foi feito de modo a evitar indução de martensita durante o processo.

O equipamento utilizado para os ensaios dilatométricos foi o dilatômetro do tipo Adamel Lhomargy LK02, programado para varrer a faixa de temperaturas de  $50^{\circ}$ C a  $1.000^{\circ}$ C, com taxa de aquecimento de  $1,00^{\circ}$ C/s.

A amostra é fixada ao dilatômetro, sendo colocada dentro de uma câmara para aquecimento, com sua extremidade inferior apoiada a uma base fixa. A extremidade superior da amostra é apoiada por uma haste, ligada a um dispositivo capaz de perceber pequenas variações lineares de comprimento. O sistema de posicionamento da haste é calibrado de modo a eliminar possíveis esforços de compressão sobre a amostra. É feito vácuo na câmara de aquecimento e inicia-se o processo de elevação da temperatura ambiente até 1.000°C. Durante o processo de aquecimento, dados de comprimento e temperatura da amostra no interior da câmara são coletados e armazenados em um arquivo eletrônico para posterior tratamento. Respostas dos ensaios são convertidas em gráficos de dilatação em função da temperatura de aquecimento, evidenciando as temperaturas onde ocorrem os picos das transformações de fases. Neste caso, as transformações correspondem à reversão das fases induzidas por deformação, martensitas  $\epsilon e \alpha'$ , em austenita ( $\epsilon \rightarrow \gamma e \alpha' \rightarrow \gamma$ ).

Para a análise microestrutural, amostras do aço 304N foram preparadas e analisadas de acordo com os seguintes procedimentos:

- 1. Corte em um equipamento com refrigeração;
- 2. Embutimento em resina epóxi;
- 3. Lixamento em lixas de 320#, 400#, 600#, 800#, 1500#;
- 4. Polimento em pasta de diamante de 3 µm e 1 µm;
- Polimento eletrolítico por imersão com duração de 50 segundos; Composição da solução de polimento: 950 ml de Álcool Metílico e 50 ml de Ácido Perclórido.
- 6. Ataque químico por imersão durante 1 minuto utilizando como reagente Água Régia ou Vilella. Composição dos reagentes:

Água Régia: Água, Ácido Clorídrico, Ácido Fluorídrico e Ácido Nítrico na proporção 2:2:1:2;

Vilella: 5 ml de Ácido Clorídrico, 1 grama de Ácido Pícrico, 100 ml de etanol.

7. Análise Microestrutural por microscopia ótica.

Foi realizada a análise microestrutural do aço 304N deformado de 6% e 9% na temperatura de -50°C com o objetivo de observar a microestrutura do material após a deformação, a morfologia e a distribuição das martensitas induzidas durante o ensaio de tração.

Os espectros de atrito interno foram obtidos no pêndulo de torção invertido, no intervalo de temperaturas de 40 °C a 400 °C, com uma taxa de aquecimento de aproximadamente 0,17 °C/s (10,0 °C/min) e com freqüência de vibração de aproximadamente 1 Hz.

O pêndulo de torção invertido do tipo Kê utilizado possui sistemas de refrigeração, de aquecimento e de vácuo, dispositivo para aplicação de campo magnético para condicionamento das amostras e plataforma de aquisição e tratamento de dados. Seu ajuste depende de um rigoroso equilíbrio mecânico do sistema de pesos, que contrabalanceiam a amostra com o prato suporte do LVDT, "Linear Variable Diferential Transducer". A Figura 2 apresenta o esquema de montagem do pêndulo de torção invertido. A Figura 3 mostra uma visão geral do laboratório de atrito interno.



Figura 2. Esquema de montagem do pêndulo de torção invertido do tipo Kê do CETEC.

O ensaio dura cerca de 3 horas e configura-se pela emissão de pulsos eletromagnéticos que giram o conjunto pratos e haste, acoplados à amostra, submetendo-a a esforços de torção em várias temperaturas durante o aquecimento do sistema. Cessada a emissão dos pulsos eletromagnéticos, o LVDT capta e envia para um computador as informações de amplitude da resposta da amostra, em decaimento livre, à solicitação imposta. A medida de atrito interno é proporcional à razão entre uma dada amplitude de resposta da amostra com sua sucessiva, durante o decaimento livre. A aquisição de dados é feita por um sistema de controle automatizado para o pêndulo de torção, através do qual é realizado o monitoramento dos ensaios, a aquisição dos dados e cálculos dos valores de atrito interno.



Figura 3. Visão geral do laboratório de Atrito Interno instalado no CETEC-MG.

#### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Os resultados dos ensaios de atrito interno, dilatométricos e das análises metalográficas mostraram que os corpos de prova submetidos aos ensaios de tração em temperaturas e deformações descritas anteriormente, apresentaram a formação de diferentes quantidades de martensitas  $\epsilon e \alpha$ '.

Os ensaios dilatométricos possibilitaram determinar a ocorrência de duas transformações martensíticas reversas nas amostras deformadas, identificadas como  $\epsilon \rightarrow \gamma$ , no intervalo 50°C-200°C, e  $\alpha' \rightarrow \gamma$ , no intervalo 500°C a 800°C. Estes ensaios permitiram, ainda, avaliar a quantidade relativa das martensitas induzidas na amostra. Quanto maior a área sob o pico na curva dilatométrica, maior a quantidade de transformação reversa, ou seja, maior a quantidade da martensita correspondente.

Uma curva dilatométrica típica das amostras deformadas é apresentada na Figura 4. Neste gráfico, a curva (a), em preto, mostra a variação da dilatação do material em função da temperatura e a curva (b), em roxo, representa a derivada de (a), em função da temperatura, para uma amostra deformada de 9% a -50°C.



**Figura 4**. Curva de dilatação em função da temperatura para uma amostra do aço 304N deformada de 9% a -50°C (em preto), e sua derivada (em roxo).

Observa-se a presença de duas transformações de fase, relacionadas, respectivamente, com as reversões  $\varepsilon \rightarrow \gamma \in \alpha' \rightarrow \gamma$ , acontecendo nos intervalos de temperatura de 50 °C a 200°C, com pico em torno de 100 °C, e de 500 °C a 800°C, e pico em torno de 680 °C.

A Figura 5 apresenta a superposição das curvas dilatométricas obtidas para o aço deformado nas temperaturas de -30°C e -50°C.

Observa-se que a quantidade de martensita  $\alpha$ ' aumenta à medida que a deformação aumenta em ambas as temperaturas. Nas amostras deformadas na temperatura de -30°C a quantidade de martensita  $\epsilon$  permanece constante. Por outro lado, a -50°C esta relação direta não é observada para a quantidade de  $\epsilon$  transformada em  $\gamma$ . Este resultado é uma indicação clara de que podem ocorrer, durante as deformações de 3%, 6%, 9% e 12%, transformações martensíticas na seqüência  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ '. Observa-se em -50°C a presença de maior quantidade de martensita  $\epsilon$  nas amostras deformadas de 3% e 6% em relação às deformações de 9% e 12%.



**Figura 5**. Curvas das derivadas das dilatações em função da temperatura das amostras do aço 304N deformadas de 3%, 6%, 9% e 12% a  $-30^{\circ}$ C (a) e  $-50^{\circ}$ C (b).

A Figura 6 apresenta micrografias representativas das amostras do aço 304N submetidas a tração na temperatura de -50°C com deformações de 6% e 9%.



Figura 6. Micrografias de amostras do aço 304N tracionadas na temperatura de -50ºC com deformações de 6% (a) e 9% (b). Ataque: Água Régia (a) e Vilella (b).

Na Figura 6, a fase  $\varepsilon$  se apresenta como placas paralelas escuras interceptando a superfície da amostra (exemplo de  $\varepsilon$  na Figura 6a, região circulada de vermelho). A martensita  $\alpha$ ' se apresenta cinza clara, como mostrado na região circulada em vermelho na Figura 6b. As regiões claras nas Figuras correspondem à matriz austenítica. Observa-se que as regiões de martensita  $\varepsilon$  não são muito bem definidas pelo ataque utilizado, confundindo-se com a matriz. Esta ineficiência do ataque está associada às reduzidas dimensões desta fase (placas extremamente finas) e à alta densidade de defeitos internos (falhas de empilhamento).<sup>(7)</sup>

Na Figura 6 observa-se, ainda, uma maior quantidade de  $\varepsilon$  para a deformação de 6% em relação à de 9%, ambas na temperatura de -50°C. Porém, a presença de  $\alpha$ ' é maior na deformação de 9%. A dilatometria nessa temperatura (Figura 5b) comprova o observado, com maior pico de  $\varepsilon$  para deformação de 6% e maior pico de  $\alpha$ ' para a deformação de 9%.

A Figura 7 mostra uma curva do coeficiente de amortecimento em função da temperatura para o aço 304N no estado como recebido. Não são observados picos definidos, mas nota-se uma pequena elevação do coeficiente de amortecimento nas temperaturas próximas a 100 °C e 360 °C. Este fato indica a possibilidade de pequena indução de martensita durante o processo de corte.



Figura 7. Espectro típico de atrito interno de uma amostra do aço 304N no estado como recebido.

A Figura 8 apresenta a curva de atrito interno do aço deformado de 9% na temperatura de -50°C (Figura 8a) e a deconvolução desta curva (Figura 8b).



Figura 8. Espectro de atrito interno da amostra do aço 304N deformado de 9% em -50°C (a) e a deconvolução deste espectro (b).

A deconvolução da curva de atrito interno permite visualizar três picos (Figura 8b). O primeiro é referente à reversão da martensita  $\varepsilon$  e ocorre em torno de 85°C. O segundo e terceiro picos são relacionados à presença de  $\alpha'^{(8)}$ . O segundo acontece na temperatura de 140°C, possivelmente por efeito da deformação na rede, e o terceiro ocorre por movimento das interfaces  $\alpha' / \gamma$ , na temperatura de 320°C.

A Figura 9 apresenta curvas de atrito interno para amostras deformadas a  $20^{\circ}$ C e  $-10^{\circ}$ C.



Figura 9. Curvas de atrito interno em função da temperatura das amostras do aço 304N deformadas de 3%, 6%, 9% e 12% a 20°C (a) e -10°C (b).

Os ensaios realizados nessas temperaturas revelaram picos de atrito interno referentes à reversão de martensita  $\varepsilon$  em temperaturas em torno de 85ºC. Observase que sua quantidade aumenta com a deformação. Praticamente não há picos relacionados à  $\alpha$ '. Observa-se pouca presença de martensita  $\alpha$ ' nas amostras.

A Figura 10 apresenta curvas de atrito interno para deformações em temperaturas de -30  $^{\circ}$ C e -50  $^{\circ}$ C.



**Figura 10**. Curvas de atrito interno em função da temperatura das amostras do aço 304N deformadas de 3%, 6%, 9% e 12% a -30 (a) e -50°C (b).

Para as deformações de 9% e 12%, observa-se que o primeiro pico de atrito interno se desloca para maiores temperaturas. Este fenômeno é explicado pelo aumento da quantidade de  $\alpha$ ' e conseqüente crescimento do segundo pico. O terceiro pico, aproximadamente em 320°C, também é influenciado pela quantidade de  $\alpha$ ' induzida. À medida que a quantidade de  $\alpha$ ' aumenta este pico se eleva.

A análise da Figura 10 revela a elevação da curva de atrito interno entre os dois picos já descritos com o aumento da deformação. Resultados semelhantes foram observados para aços inoxidáveis do tipo 304.<sup>(8,9)</sup> No aço 304N não foi possível distinguir um terceiro pico em 140°C. Este pico, no entanto, torna-se visível

por meio da decomposição da curva de atrito interno em seus componentes básicos (Figura 8b).

## 5 CONCLUSÕES

- Os ensaios de dilatometria mostraram a ocorrência das transformações reversas ε→γ e α'→ γ nos intervalos de temperatura de 50 °C a 200°C e de 500 °C a 800°C, respectivamente.
- As análises metalográficas mostraram coerência com os ensaios dilatométricos ao determinar a ocorrência de martensitas ε e α' nas amostras deformadas.
- A quantidade de martensita α' cresce com o aumento da quantidade de deformação no aço 304N.
- A deconvolução das curvas de atrito interno do aço 340N revelou a ocorrência de três picos nas temperaturas de aproximadamente 85ºC, 140ºC e 320ºC.
- O aço 304N mostrou-se mais estável que o aço ABNT 304 com relação à formação de martensita α'.
- O deslocamento do primeiro pico de atrito interno para temperaturas mais elevadas está relacionado ao aumento da quantidade de martensita α'.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais (FAPEMIG) pelo apoio financeiro, L.F.M. e M.S.A. agradecem pelas bolsas concedidas. À Arcelor Mittal Inox Brasil pela cessão das chapas de aço inoxidável.

## REFERÊNCIAS

- 1 ARAÚJO, L.A. Manual de Siderurgia. Ed. Arte & Ciência: São Paulo, 1996.
- 2 PADILHA, A.F.; GUEDES, L.C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos**: Microestrutura e Propriedades. Ed. Hemus: São Paulo. 170p, 1994.
- 3 PECKNER, D.; BERNSTEIN, I.M. Handbook of Stainless Steels. USA: McGraw-Hill Book Company, 1977. p. 1.1-1.9.
- 4 GUY, K.; BUTLER, E.P.; WEST, D.R.F. ε and α' Martensite Formation and Reversion in Austenitic Stainless Steels. **Journal de Physique**, v. 43, p. 575, 1982.
- 5 GONZALEZ, B.M.; CASTRO, C.S.B.; BUONO, V.T.L.; VILELA, J.M.C.; ANDRADE, M.S.; MORAES, J.M.D.; MANTEL, M.J. The Influence of Copper Addition on the Formability of AISI 304 Stainless Steel. Materials Science and Engineering A, v. 343, n. 1-2, p. 51-56, 2003.
- 6 SHEWMON, P. **Diffusion in Solids**. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 1989.
- 7 VILELA, J.M.C.; OLIVEIRA, N.J.L., ANDRADE, M.S., GONZALEZ, B.M.; SANTOS, C.E.R.; MORAES, J.M.D.; MANTEL, J.M. Análise Metalográfica em Aço Inoxidável Austenítico após Deformação em Diferentes Temperaturas. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 55, 2000, Rio de Janeiro. **Anais**... São Paulo: ABM, 2000. I CD.
- 8 SANTOS, T.F.A. Atrito Interno em Aços Inoxidáveis Austeníticos contendo Martensita Induzida por Deformação. Belo Horizonte: REDEMAT/CETEC/UFOP. 2007. 84p. (Dissertação de Mestrado).
- 9 SIMÕES, M.S.; CASTRO, A.L.R.; ANDRADE, M.S. Atrito Interno em Aços Inoxidáveis Austeníticos Contendo Cobre. In: SEMINÁRIO BRASILEIRO DO AÇO INOXIDÁVEL, 9, 2008, São Paulo. Anais... São Paulo: Núcleo Inox, 2008. p. 80-85.