



BLOQUEIO DE DISCORDÂNCIAS POR DEFEITOS  
PONTUAIS NO AÇO AISI 304



LUIS FILIPE C. PEDROSO DE LIMA  
IPEN/CNEN - SP

PAULO EMÍLIO VALADÃO DE MIRANDA E SÉRGIO NEVES MONTEIRO  
Progr. Eng. Met. e de Materiais - COPPE/UFRJ

SUMÁRIO

Foram realizadas medidas de atrito interno em um aço inoxidável austenítico tipo AISI 304, em um pêndulo de torção invertido, a 1 Hz e até 573 K. Foram observados dois picos, que se manifestaram após deformação plástica uniaxial a 523 K. Um deles surgiu a 260 K, sendo sua magnitude dependente da quantidade de pré-deformação plástica. O outro ocorreu a 370 K, com aspecto mais difuso e apresentando-se muito sensível à recuperação induzida no material por recozimento lineares.

INTRODUÇÃO

Uma das técnicas utilizadas para detectar a existência de defeitos estruturais em metais e ligas é a da medida do atrito interno (AI). A observação de picos de AI em função da temperatura indica a existência de processos de relaxação que podem ser associados a defeitos pontuais [1], a propriedades intrínsecas das discordâncias [2,3] e à interação entre os dois tipos de defeitos [4], entre outros.

As medidas de atrito interno podem ser realizadas numa faixa ampla de frequências. Para baixas frequências é comum utilizar-se um pêndulo de torção, no qual a amostra em forma de fio é solicitada ciclicamente em torção. A atenuação da vibração é proporcional à energia absorvida por ciclo,  $\Delta W$ . Assim, o AI, definido como a energia absorvida por ciclo em relação à energia total (W), é dado pela fórmula:

$$\delta = \ln (A_i/A_j) \quad (1)$$

onde  $A_i$  e  $A_j$  são duas amplitudes de vibração sucessivas. Em casos nos quais a atenuação é suficientemente pequena, a equação (1) pode ser escrita como:

$$\delta = \frac{\Delta W}{W} = \frac{1}{2} \frac{\Delta W}{W} \quad (2)$$

É comum definir-se o atrito interno de um metal que sofre deformações cíclicas (por torção, por exemplo) como a tangente do ângulo  $\alpha$  de defasagem entre a tensão aplicada e a deformação. Pode-se mostrar [5] que para pequenas atenuações,

$$AI = \text{tg} \alpha = \frac{1}{\pi} \ln (A_i/A_j) = \delta/\pi \quad (3)$$

Essa tangente é frequentemente indicada por Q em analogia ao coeficiente de sobre tensão Q de um circuito elétrico:

$$\text{tg} \alpha = Q^{-1} = \text{Atrito Interno} \quad (4)$$

A atividade cinética de defeitos subestruturais pode interferir na absorção de energia por relaxação torcional acarretando máximos na atenuação ou seja, no AI, para determinadas frequências ou temperaturas [1], [2], [3], [4]. Vai além do escopo deste trabalho discutir em detalhes os mecanismos subestruturais relacionados com os processos de relaxação que acarretam os picos. Vale tão somente comentar que variando-se a frequência,  $f$ , obtêm-se normalmente picos em diferentes temperaturas, caracterizando-se processos termicamente ativados, para os quais o tempo de relaxação varia exponencialmente com a temperatura:

$$\tau = \tau_0 \exp (-E/KT) \quad (5)$$

sendo  $\tau_0$  uma constante e E a energia de ativação do processo associado ao mecanismo de relaxação específico do defeito subestrutural.

No caso de discordâncias, a criação de dobras ("Kinks") e o seu movimento subsequente, induzido pela tensão aplicada em sua linha, pode acarretar um pico de relaxação no AI do material, conhecido como pico de Bordoni [2]. Este mesmo processo, na presença de defeitos pontuais também pode acarretar picos de relaxação [4]. Esses tipos de picos de relaxação associados à atividade das discordâncias vêm sendo extensivamente estudados no ferro cúbico de corpo centrado, particularmente em suas ligas com carbono (aços ferríticos). Entretanto, pouco tem sido dedicado aos picos correspondentes em ferro cúbico de face centrada, principalmente nos aços austeníticos.

Investigando o AI de um aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 por método de vibração transversa (frequências médias) Igata et. al [6] observaram 3 picos após deformação plástica, cuja intensidade aumentava com a deformação. Estes autores [6] interpretaram-nos como sendo devido à liberação das discordâncias do bloqueio causado por átomos de carbono, de nitrogênio e complexos de carbono/nitrogênio.

Recentemente Lima e Miranda [7] investigando também o AI de um aço AISI 304 ensaiado num pêndulo de torção à frequência de 1 Hz, obtiveram um pico de deformação a 260 K, aparentemente correspondente ao pico denominado  $P_3$  por Igata et. al [6], com energia de ativação igual a 0,75 eV.

Por último, pode-se citar o trabalho também recente de Quiroga et. al [8], no qual o estudo do aço inoxidável 304 foi realizado a frequências baixas e médias, após pré-deformações a 80 K. Estes autores observaram entre outros um pico denominado por eles IT, que pela concordância, num gráfico de Arrhenius, com os dados de Igata et. al [6] parece corresponder ao pico  $P_3$  por eles observado. Nestes trabalhos [6], [7], [8], os espectros de atrito interno em função da temperatura apresentam a superposição de mais de um pico. A necessidade de clarificar o comportamento do aço inoxidável austenítico em AI motivou o presente trabalho, que objetiva investigar a evolução dos picos acima citados em amostras possuindo subestrutura de defeitos cristalinos diferentes. Como consequência, espera-se que esta caracterização permita contribuir para a compreensão dos mecanismos de envelhecimento (estático e dinâmico) que se manifestam neste material e cuja fenomenologia em tração uniaxial já foi descrita [9], [10].

TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

O aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 investigado foi adquirido na forma de arame trefilado com



1,2 mm de diâmetro e apresentou a seguinte composição química em percentagem em peso: C: 0,059; Cr: 17,8; Ni: 7,5; Si: 0,50; Mn: 2,0; Mo: 0,38; P: 0,022; Fe: restante. Os corpos de prova foram tratados termicamente a 1173 K durante 600 segundos (encapsulados em tubos de quartzo sob pressão de 0,13 Pa) e temperados em água, o que resultou em um tamanho de grão médio de 30  $\mu\text{m}$ .

Ensaio de tração uniaxial para pré-deformação foram conduzidos à temperatura de 523 K, em máquina rígida, que impôs uma taxa de deformação igual a  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ .

As medidas de AI foram efetuadas em um pêndulo de torção invertido a uma frequência de aproximadamente 1 Hz, em um intervalo de temperatura de 120 a 573 K e a uma taxa de aquecimento igual a 0,02 K/s. Utilizou-se o método de decaimento livre para efetuarem-se as medidas de AI e a máxima amplitude de deformação superficial por torção foi de  $1,3 \times 10^{-5}$ .

## RESULTADOS

A figura 1 apresenta a curva do atrito interno em função da temperatura para o aço AISI 304 recozido. Nessa curva observa-se um fundo que aumenta ligeiramente em torno de 220 K e, de forma acentuada, a partir de 500 K, atingindo valores próximos de  $8 \times 10^{-4}$  a 300 K.

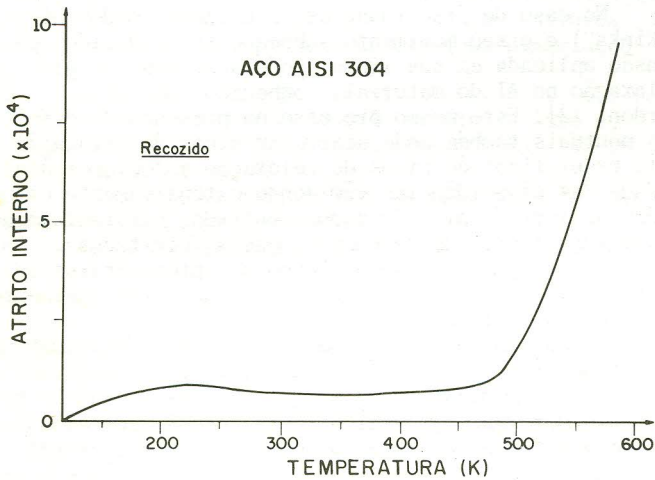


Figura 1 - Espectro de atrito interno para uma amostra recozida.

A figura 2 apresenta as curvas obtidas com uma amostra pré-deformada em tração até a tensão limite de escoamento convencional, correspondente a 0,2% de deformação plástica, à temperatura de 523 K. A curva cheia representa a primeira medida de AI em função da temperatura realizada nesta amostra e a curva tracejada foi obtida resfriando-se o corpo de prova e novamente medindo-se o AI no intervalo de temperaturas indicado. A este procedimento convencionou-se denominar recozimento linear (a temperatura cresce linearmente com o tempo durante a medida do AI). Embora a figura 2 não mostre nenhum pico de AI bem definido, observa-se que o fundo aumentou tanto a temperaturas baixas, cerca de três vezes, como a 573 K onde duplicou, comparativamente ao aço recozido da figura 1. Além disso, o recozimento linear provocou uma certa recuperação da subestrutura evidenciada pela diminuição do atrito interno em todo o intervalo de temperaturas (curva tracejada em relação à curva cheia da figura 2).

A figura 3 apresenta os espectros referentes a uma amostra pré-deformada em tração até 9% a 523 K. Como na figura anterior, a linha cheia representa o AI em função da temperatura após a montagem e a linha tracejada o espectro após o recozimento linear a 573 K. Observam-se na curva cheia dois máximos localizados aproximadamente a 260 e 370 K, respectivamente. Os valores correspondentes do atrito interno são superiores ao dobro

dos valores do fundo. Neste caso, pode-se observar que o recozimento linear provoca uma modificação importante no espectro inicial, principalmente na região do segundo máximo. O máximo a 260 K sofreu uma ligeira alteração (diminuição da altura e aumento da largura) ao passo que o máximo a temperatura superior praticamente desapareceu. Quanto à influência do recozimento linear sobre o fundo de AI, parece só ter existido a 300 K, tendo havido uma diminuição do mesmo.

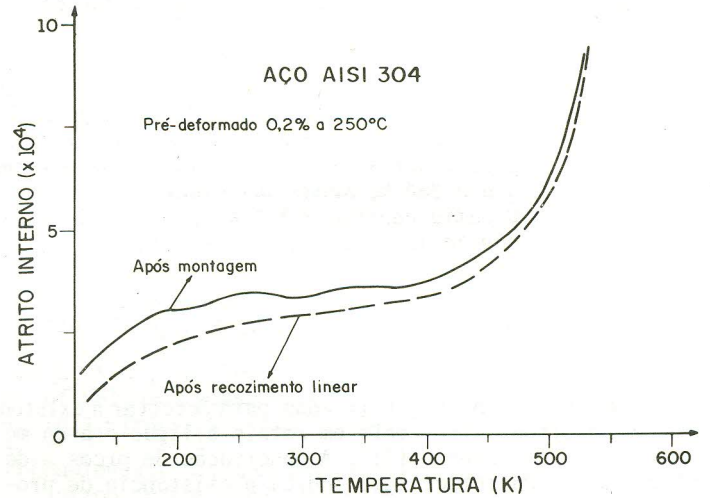


Figura 2 - Espectros de atrito interno para uma amostra pré-deformada em tração uniaxial a 523 K até a tensão limite de escoamento convencional; a) após montagem no pêndulo de torção (linha cheia); b) após realizar-se uma primeira medida, isto é, após "recozimento linear" (linha tracejada).

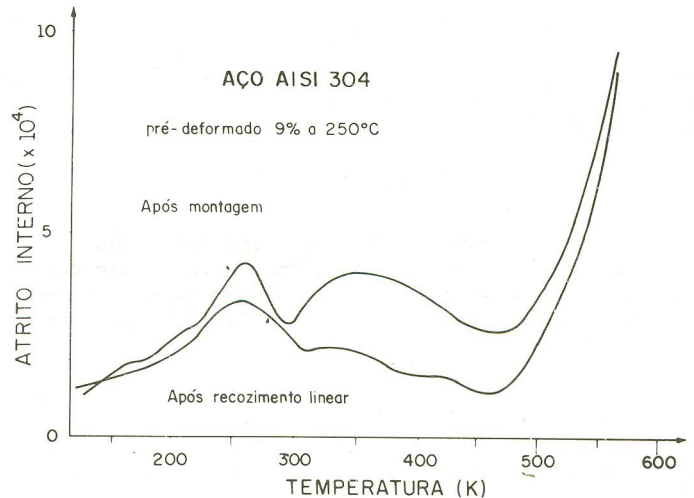


Figura 3 - Espectros de atrito interno para uma amostra pré-deformada em tração uniaxial a 523 K de 9%; a) após montagem no pêndulo de torção (linha cheia); b) após recozimento linear (linha tracejada).

## DISCUSSÃO

Os resultados apresentados nas figuras 1 a 3 evidenciam um efeito significativo da deformação plástica a 523 K sobre o atrito interno no aço inoxidável austenítico tipo AISI 304. Como já foi relatado [6], [7], [8], a deformação plástica, em quantidade suficiente, efetuada numa faixa de temperaturas de 80 a 523 K pro-



voca o aparecimento de uma série de picos no aço inoxidável austenítico, estando um deles sempre presente no intervalo de 200 a 400 K, para uma faixa de frequências de 1 a 40 000 Hz. Igata et. al [6] caracterizaram esse pico a 320 K para frequências de 1000 Hz (tendo-o denominado pico  $P_2$ ), enquanto que Lima e Miranda [7], supondo o mesmo mecanismo termicamente ativado, observaram no a 260 K a frequência de 1 Hz. Quiroga et. al [8] observaram picos (por eles denominados HT) correspondentes ao acima citado a 270 K, 285 K e 400 K para as frequências de 1,3; 30 e 40 000 Hz, respectivamente. Estes picos correspondem exatamente ao da figura 3 do presente trabalho, que foi observado a 260 K e a frequência de 1 Hz. Quanto a sua intensidade, cerca de  $2,5 \times 10^{-4}$ , ela é comparável à observada nos outros dois trabalhos citados [6], [7] porém cerca de oito vezes menor do que aquela encontrada por Quiroga et. al [8] na frequência mais baixa por eles utilizada (1,3 Hz).

Outros picos foram observados por Igata et. al [6] (por eles denominados  $P_1$  e  $P_2$ ) em temperaturas inferiores às dos picos acima citados e que parecem ter seus correspondentes no trabalho de Quiroga et. al [8], mas não no de Lima e Miranda [7]. Neste trabalho não foi possível obter comprovação conclusiva a este respeito, embora haja indícios para tal. Em temperaturas mais elevadas Lima e Miranda [7], Quiroga et. al [8] e o presente trabalho encontraram picos. Igata et. al [6] não realizou testes até esta faixa de temperaturas. Na figura 3 do presente trabalho, observa-se um pico composto cujo máximo aparente se situa na região compreendida entre 350 e 400 K, onde Quiroga et. al [8] encontraram o pico por eles denominado HT, a frequência de 1,3 Hz. Entretanto, aqueles autores afirmam que este pico só aparece após deformação plástica a baixas temperaturas e atribuem-no as fases martensíticas geradas pelo trabalho a frio. A comparação do espectro da figura 3 com o da figura 1 do trabalho de Lima e Miranda [7] mostra que o aludido pico a cerca de 370 K é bem mais desenvolvido quando a pré-deformação é feita a 523 K, embora a separação entre os dois picos (260 e 370 K) não seja tão bem definida.

Em resumo, um panorama geral das constatações feitas até o momento do comportamento do aço inoxidável austenítico em AI (assumindo-se uma frequência de medida de cerca de 1 Hz) indica a presença de dois picos de pequena magnitude em temperaturas baixas (entre 120 e 220 K) [6], um bem marcado a cerca de 260 K, [6], [7], [8] (figura 3) e outro ainda não muito bem definido e que pode estar envolvendo mais de um pico a 370 K (figura 3). As discussões sobre os possíveis mecanismos responsáveis por cada um destes picos ainda não são conclusivas, entretanto, certas constatações permitem eliminar algumas possibilidades e fazer sugestões num universo mais estreito, ao se considerar os dois picos principais observados neste trabalho (a 260 e a 370 K).

Pico a 260 K - o fato de aparecer após deformação plástica e da sua intensidade crescer (até um certo valor de saturação) com o aumento na quantidade de deformação, permite atribuí-lo ao movimento intrínscio de discordâncias ou defeitos pontuais produzidos pela deformação plástica, assim como à interação entre ambos ou entre estes defeitos e impurezas. Igata et. al [6] constataram que este não era um pico de Debye e, portanto, eliminaram a possibilidade dele ser devido a defeitos pontuais simples. A estabilidade deste pico até 550K observada por Quiroga et. al [8] além da evolução com a quantidade de deformação, levou-os a concluir que este é um pico de deformação ("CWP - cold work peak") na fase gama. Já Igata et. al [6] interpretaram-no como sendo devido ao desancoramento das discordâncias de atmosferas de defeitos complexos de nitrogênio e/ou carbono. Medidas em função da amplitude poderiam confirmar esta hipótese. Por outro lado, a sua estabilidade mesmo após recozimentos lineares a 573 K (figura 3), parece indicar uma interação entre discordâncias e defeitos pontuais. Esta interação, na realidade, apenas se daria com pares de defeitos pontuais, uma vez que um átomo intersticial ou uma lacuna por si só produz uma distorção es-

férica (hidrostática) na rede cristalina cúbica de faces centradas (como a austenita), não sendo, por isto, passível de reorientação no campo de tensões das discordâncias [9], [11]. Quanto à energia de ativação do processo, ela seria próxima daquela de migração da espécie mais móvel, no caso dos elementos do par serem diferentes. As possibilidades a serem levantadas para o par responsável pela interação com as discordâncias seriam a da formação de um complexo intersticial-intersticial, intersticial-lacuna ou mesmo lacuna-lacuna. Este último foi assumido como possível em um desenvolvimento essencialmente teórico [11], tendo-se sugerido a energia de ativação de 0,66 eV para a formação de uma bilacuna.

Pico Composto a 370 K - ainda é prematuro tentar sugerir mecanismos para este pico de temperatura mais elevada, uma vez que não foi ainda possível determinar, nem se dispõe da literatura, de valores de energia de ativação do processo. Entretanto, o fato desses picos sofrerem sensível redução ao se recuperar o material (curva tracejada da figura 3), parece motivar um efetivo rearranjo subestrutural devido ao recozimento linear. É provável que nesta faixa de temperaturas (300 a 450 K) a liberação das discordâncias esteja condicionada ao movimento dos pares carbono-lacuna ou nitrogênio-lacuna e não à sua reorientação. Isto acarretaria energias de ativação maiores do que a do pico a 260 K, podendo mesmo atingir valores da ordem daqueles sugeridos [10] para o envelhecimento dinâmico do aço inoxidável austenítico (1,05 a 1,55 eV).

## CONCLUSÕES

Medidas de atrito interno realizadas em amostras de um aço inoxidável austenítico tipo AISI 304 mostraram a existência de dois picos, que só se manifestam após deformação plástica prévia do material. Um deles é bem definido a 260 K, cuja magnitude depende da quantidade de pré-deformação introduzida na amostra e cujo mecanismo responsável está associado com a interação de discordâncias com pares de defeitos pontuais. O outro (a 370 K) apresenta-se com aspecto mais difuso, podendo eventualmente envolver até mais de um pico. Ele é bastante sensível à recuperação induzida no material ao realizarem-se recozimentos lineares, indicando poder estar relacionado com a movimentação de complexos de defeitos pontuais e não apenas com a sua reorientação nos campos de tensão das discordâncias. A exata definição dos mecanismos correspondentes a cada um destes picos ainda demanda análises adicionais.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro a esta pesquisa pela FINEP, CNPQ e CPEG/UFRJ.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] Wert, C. and Zener, C.M., Phys. Rev., vol. 76, pp. 1169, 1949.
- [2] Bordoni, P.G., J. Acoust. Soc. Am., vol. 26, pp. 495, 1954.
- [3] Seeger, A., Phil. Mag., vol. 1, pp. 651, 1956.
- [4] Groh, P. and Schultz, H., "Dislocation Relaxation Processes in Metals", J. de Physique, vol. 42, pp. C5.25-30, 1981.
- [5] Zener, C.M., "Elasticity and Anelasticity of Metals" Published by The University of Chicago Press, Chicago, U.S.A., 1948.
- [6] Igata, N., Chen, H.B., Miyahara, K. and Uba, T., "Relaxation Peaks of Cold Worked 304 L Stainless Steel", J. de Physique, vol. 42, pp. C5.193-198, 1981.
- [7] Lima, L.F.C.P. and Miranda, P.E.V., "Study of



Hydrogen Influence on the Dislocation Mobility in 304 Stainless Steel", J. de Physique, vol. 46, pp. C10.135-138, 1985.

- [8] Quiroga, J., Ghilarducci de Salva, A., Mondino, M., Lamagna, A. and Caro, J.A., "Anelastic Behaviour of Cold Rolled 304 L Stainless Steel", J. de Physique, vol. 46, pp. C10.661-664, 1985.
- [9] Monteiro, S.N., Trindade, M.B. e Miranda, P. E.V., "Caracterização Topológica do Envelhecimento Estático do Aço Inoxidável Austenítico", Anais do VI COBEM, Rio de Janeiro, pp. 133-143, Dez. 1981.
- [10] Almeida, L.H., Le May, I. and Monteiro, S.N., "Effects of Carbon and Nitrogen Levels on the Temperature Ranges for Serrated Flow in Austenitic Stainless Steel", Proceedings of the Seventh ICSMA, Montreal, Canada, pp. 337-342, 1985.
- [11] Monteiro, S.N., "Defeitos Pontuais Formados Durante a Deformação Plástica de Ligas C.F.C. - Caso do Sistema Ferro Gama - Carbono", Metalurgia ABM, vol. 35, no. 257, pp. 243-247, Abr. 1979.

#### SUMMARY

Internal friction measurements were conducted on a type AISI 304 stainless steel, using an inverted torsion pendulum, at 1 Hz and up to 573 K. Two peaks were observed only after plastic deformation was pre-applied uniaxially at 523 K. One of them occurred at 260 K and its magnitude depended on the amount of plastic deformation previously introduced. The other one was present at about 370 K with a somewhat more diffuse aspect, being highly sensitive to the lineal annealing-induced recovery.