

AVALIAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO DE FERRITA EM AUSTENITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX ATRAVÉS DE MEDIDAS DE DENSIDADE¹

Júlia Marangon²
Rodrigo Magnabosco³

Resumo

Aços inoxidáveis dúplex (AID) possuem uma estrutura de bandas alternadas de ferrita e austenita. Alguns estudos indicam que a deformação plástica a frio nestes aços reduz a fração de ferrita, o que implica numa possível transformação da ferrita em austenita induzida por deformação, similar a uma transformação martensítica reversa. Este fato motivou o estudo da influência da quantidade de deformação plástica na fração de ferrita deste material, objetivando avaliar esta transformação de fase pela medida da fração volumétrica de ferrita usando medidas magnéticas e avaliando a diferença de densidade em função do trabalho mecânico aplicado. Os resultados das medidas magnéticas levam à observação da notável queda da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica. O aumento da densidade em função do decréscimo da ferrita pode ser outro meio de comprovar a existência desta transformação, já que a austenita, cúbica de faces centradas, é mais densa do que a ferrita, cúbica de corpo centrado.

Palavras-chave: Aço inoxidável dúplex; Deformação plástica a frio; Transformação de fases; Quantificação de fases; Densidade.

INVESTIGATION OF STRAIN INDUCED TRANSFORMATION OF FERRITE IN AUSTENITE IN A DUPLEX STAINLESS STEEL

Abstract

Duplex stainless steels (DSS) present a microstructure of alternated bands of ferrite and austenite. Some studies indicate that cold plastic deformation in these steels reduces the ferrite fraction, implying in a possible strain-induced transformation of ferrite into austenite, similar to a reverse martensitic transformation. For this reason, it is necessary the study of the influence of the amount of plastic deformation in the ferrite fraction of this material. This study has as objective the evaluation of this phase transformation in DSS by the measurement of ferrite volume fraction using magnetic measurements, and evaluating the density difference due to the applied mechanical work. The results of magnetic measurements showed the remarkable decrease of ferrite volume fraction due to the increase of plastic deformation. The increase in density related to the decrease in ferrite may be another way to demonstrate the existence of this transformation, since face centered cubic austenitic phase is denser than the body-centered cubic ferrite.

Key words: Duplex stainless steel; Cold plastic deformation; Phase transformation; Phase quantification.

¹ Contribuição técnica ao 68^o Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Prof. Dr., Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Universitário da FEI, Sp, Brasil; rodrmag@fei.edu.br.

³ Engenheira de processos metalúrgicos, empresa Tupy Fundições, Brasil; ju.marangoni@gmail.com.

1 INTRODUÇÃO

Com base em estudos recentes^(1,2) nota-se que existe a evidência de que a aplicação de deformação plástica a frio em aço inoxidável dúplex leva à redução da fração de ferrita presente, o que sugere que nestes aços pode ocorrer uma transformação da ferrita em austenita induzida por deformação, similar a uma transformação martensítica reversa induzida por deformação. Sendo assim, o objetivo deste estudo é avaliar esta transformação de fase em um aço inoxidável dúplex (UNS S31803 ou SAF 2205). Através do uso de medidas magnéticas a fração volumétrica de ferrita foi mensurada, a difratometria de raios-X foi utilizada a fim de determinar as fases presentes e foi efetuada a avaliação da diferença de densidade em função do trabalho mecânico aplicado, já que a transformação de fases em estudo consiste na fase cúbica de corpo centrado (CCC) tornando-se cúbica de face centrada (CFC), o que possivelmente promoveria um aumento de densidade.

Pandi e Yue⁽³⁾ também observaram um fenômeno semelhante no qual a recristalização dinâmica é acompanhada por uma diminuição na fração volumétrica de ferrita durante a deformação intercrítica em um aço baixo carbono. Segundo os autores, o calor gerado pela deformação é responsável pela queda observada na fração da fase ferrítica.

Já no estudo de Luo, Sietsma e Zwaag,⁽⁴⁾ também com aços ao carbono e manganês, medidas dilatométricas das amostras não deformadas mostraram que a transformação termodinâmica induzida isotermicamente deve ser de austenita para ferrita. Portanto, a transformação de ferrita para austenita após deformação é possivelmente induzida pela energia de deformação introduzida. O modelo utilizado pelos autores se baseia no fato de que o aço deformado na zona intercrítica possui uma distribuição de tensão ao longo das duas fases. Os cálculos executados na modelagem sugerem que houve uma variação de energia armazenada em ambas as fases, resultante da cinética de recuperação distinta nas mesmas, e que este é o possível motivo da ocorrência desta transformação.

No entanto, foi encontrado até o momento apenas um estudo⁽⁵⁾ que indica a ocorrência desta transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aços inoxidáveis; segundo os autores Southwick e Honeycombe,⁽⁵⁾ a decomposição da ferrita ocorre por dois mecanismos: nucleação e crescimento a elevadas temperaturas (650 – 1.200°C) e por um processo martensítico a baixas temperaturas (300 – 650°C). Esta reação martensítica é isotérmica, ou seja, não ocorre durante têmpera de água a partir de 1.300°C. Entretanto, estas observações foram feitas a temperaturas acima da ambiente, justificando estudo mais detalhado como o proposto neste trabalho.

Segundo Almeida et. al.,⁽⁶⁾ a densidade da massa pode ser uma medida alternativa para a avaliação da ocorrência da transformação de fase; sendo que, teoricamente, ocorreria uma contração volumétrica na transformação da ferrita, α em austenita, γ . Esta contração ocorre em função da densidade de um aço inoxidável austenítico típico ser maior do que a do ferrítico típico. Em virtude da transformação de fases em estudo envolver uma mudança estrutura cristalina, de ferrita CCC (cujo fator de empacotamento é 0,68) para austenita CFC, haveria de ocorrer também um aumento da densidade, já que a estrutura CFC possui maior fator de empacotamento, 0,74 e, conseqüentemente, é mais densa. Logo, se a ferrita torna-se austenita é esperado que ocorra um aumento da densidade. Como esta variação é extremamente pequena utilizou-se neste trabalho dois métodos de análise:

densidade hidrostática, e medição direta das dimensões das amostras com micrômetro e balança analítica, permitindo o cálculo de sua densidade.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo é um aço inoxidável dúplex SAF 2205 que já era propriedade do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos – CDMatM-FEI – e foi adquirido como barras cilíndricas de 20 mm de diâmetro, laminadas a quente e posteriormente tratadas a 1.100°C por 30 minutos, com resfriamento em água. Amostras desta barra foram cortadas na forma de discos de aproximadamente 5 mm de espessura. A composição química deste aço é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do aço inoxidável dúplex em estudo

Cr	Ni	Mo	N	Mn	Si	P	S	bal.	
22,21	5,40	3,15	0,178	0,015	0,76	0,45	0,020	0,005	Fe

Para efetuar a quantificação de fase ferrítica, através de medidas magnéticas, foi utilizado o ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI; este aparelho é calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Primeiramente foi feita a medida da fração volumétrica de ferrita nas doze amostras a serem estudadas, antes que fosse aplicada deformação plástica a frio. Este procedimento foi efetuado apenas para confirmar que todas as amostras apresentavam a mesma porcentagem em média desta fase. Em seguida, a mesma etapa foi realizada após a aplicação de deformação plástica. É uma técnica simples de quantificação de fases, que consiste em colocar a ponta de leitura do ferritoscópio perpendicularmente sobre a superfície do corpo de prova e o valor da porcentagem volumétrica de ferrita aparece no visor do aparelho. Vinte medições foram realizadas em cada uma das amostras.

Inicialmente foi feita a difração de raios-X das amostras, na seção longitudinal, com radiação de Cu-K α e monocromador de Ni, varrendo-se ângulos de difração $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$, a velocidade de 1°/min e amostragem a cada 0,04°, sendo a fonte de raios-X excitada a 30 kV e 30 mA. Esta análise foi executada a fim de constatar quais eram as fases presentes.

A deformação plástica a frio foi aplicada no laminador de produtos planos do CDMatM-FEI. A deformação plástica na espessura foi variada de 5% a 55%, sendo que os valores foram alternados de 5% em 5%.

Para efetuar a medida volumétrica direta as amostras original, com um valor intermediário de deformação e mais deformada plasticamente, as amostras mencionadas foram cortadas em pequenos paralelepípedos, com auxílio de cut-off de alta precisão, a fim de facilitar a medida de suas dimensões. Com o objetivo de se obter paralelepípedos praticamente perfeitos foi adotada metodologia extremamente cautelosa para o corte das amostras (Figura 1). Ou seja, o primeiro corte foi realizado na direção do menor diâmetro da elipse, o segundo foi feito retirando-se a borda perpendicular a este diâmetro formando a segunda face plana, em seguida a base da *cut-off* – que possui escala micrométrica – foi deslocada para a esquerda permitindo que o terceiro corte fosse paralelo ao segundo. Feito isto, o corte posterior foi realizado perpendicularmente ao terceiro permitindo que um paralelepípedo perfeito (Figura 2) fosse obtido e os desvios padrão das dimensões deste fossem mínimos. Em seguida, com o auxílio do micrômetro digital, efetuaram-

se cinco medidas de cada dimensão das amostras e estas foram pesadas cinco vezes em uma balança de alta precisão. Feito isso, calculou-se a média dos valores e seus respectivos desvios padrões. Calculou-se o volume das amostras através da multiplicação das médias das três dimensões e, a densidade foi mensurada através da divisão da média das massas pelo volume calculado.

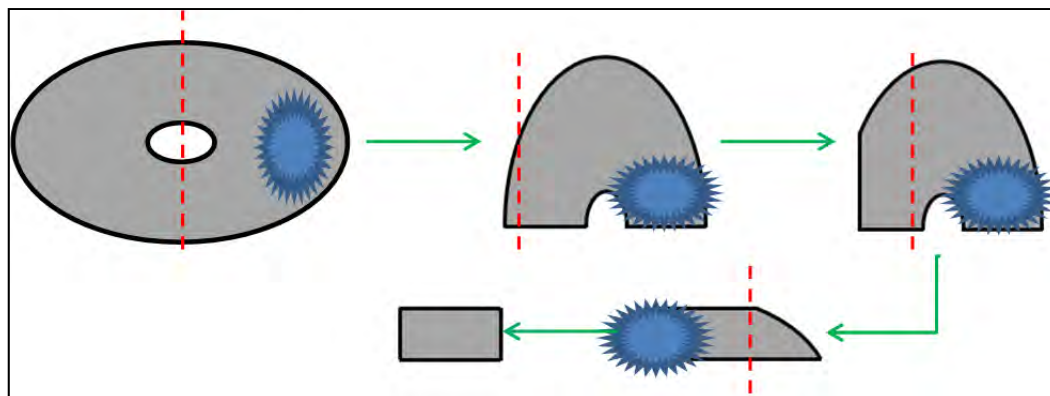


Figura 1. Sequência de cortes adotada.

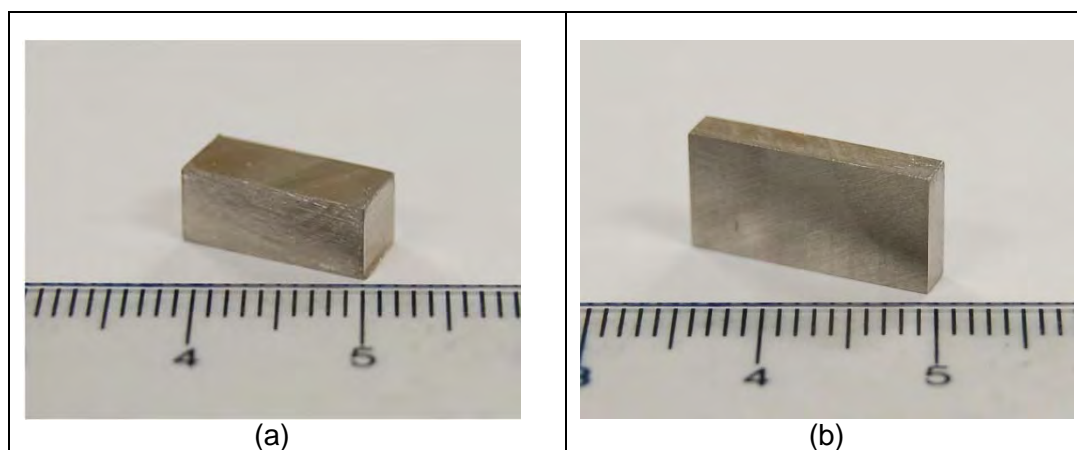


Figura 2. (a) amostra original. (b) amostra mais deformada plasticamente.

A avaliação da densidade também foi realizada através do uso de uma balança hidrostática (densímetro), cuja incerteza mínima é de $\pm 0,0001$ g. Inicialmente, as amostras foram lixadas e limpas com álcool isopropílico antes de serem colocadas no porta amostras. Em seguida a massa da amostra seca é medida e, na sequência, esta é imersa em água suspensa por outro porta amostra, o qual é ligado em um dispositivo conectado ao prato da balança. São necessárias três repetições, no mínimo, de cada medida. A densidade é fornecida automaticamente pelo densímetro. É válido ressaltar que as amostras analisadas tinham massa aproximada de 7,0 g.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 mostra o resultado obtido através do Thermo-Calc[®], usando a base de dados TCFE6, além dos dois pontos que representam a fração volumétrica de ferrita antes e após a aplicação mais intensa de trabalho mecânico a frio, mensurada com o auxílio do ferritoscópio. Estes valores foram propositalmente plotados na temperatura 1.100°C, pois foi a temperatura de solubilização utilizada no processamento prévio da amostra. O ponto interessante a ser ressaltado é que para

uma mesma temperatura de 1.100°C ambos os valores de ferrita encontrados através do uso do ferritoscópio divergem com o valor fornecido pelo Thermo-Calc, como já relatado em outro trabalho do mesmo grupo de pesquisa.⁽⁷⁾

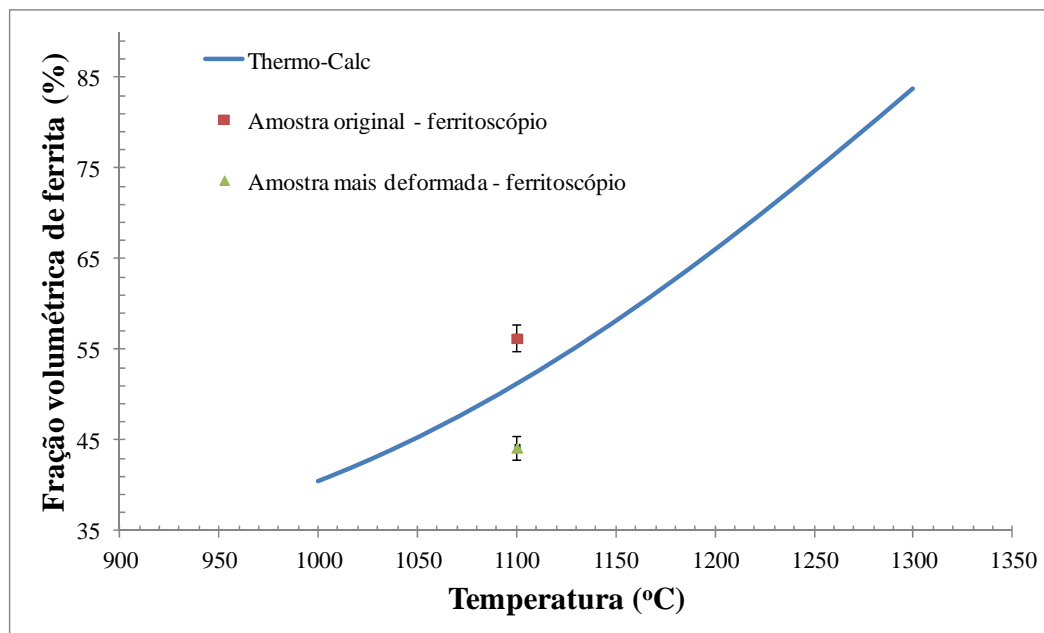


Figura 3. Frações volumétricas de ferrita (%) – mensurada através do ferritoscópio – versus temperatura.

Foram realizadas novas medidas da porcentagem volumétrica de ferrita das amostras após a deformação plástica imposta pelo laminador, através do ferritoscópio. A Figura 4 mostra a fração de ferrita das amostras em função da deformação plástica. Como esperado, o aumento da quantidade de deformação plástica diminui a fração de ferrita, o que é possível notar comparando os valores da área com o contorno vermelho (média dos valores de fração de ferrita iniciais) e os valores das curvas.

Os cálculos das deformações e do trabalho de deformação são dados pelas Equações 1 e 2, e a Figura 5 representa os eixos de deformação relacionados às dimensões das amostras.

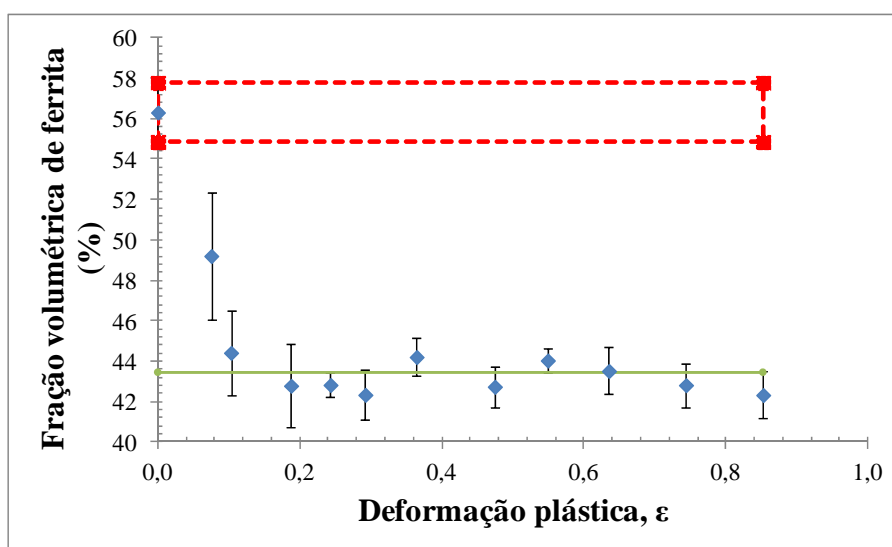


Figura 4. %α em função da deformação plástica.

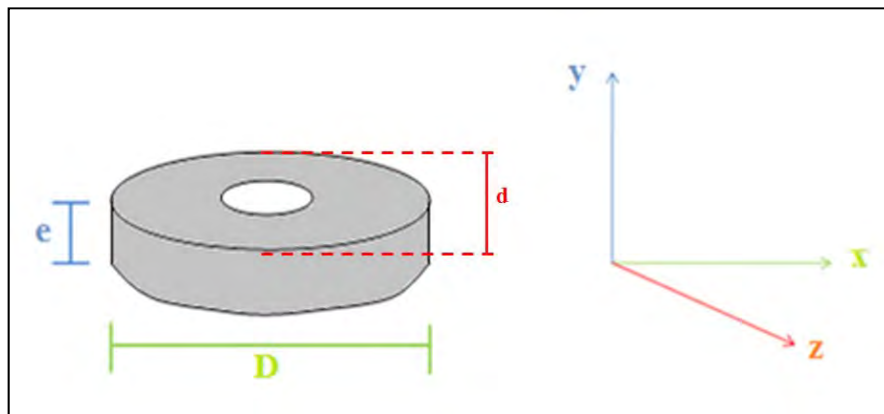


Figura 5. Ilustração das dimensões da amostra e seus eixos de deformação, onde e é a espessura, d corresponde ao diâmetro no eixo z e D ao do eixo x .

$$\varepsilon_x = \ln \frac{\pi \cdot D}{\pi \cdot D_0}; \varepsilon_y = \ln \frac{e}{e_0}; \varepsilon_z = \ln \frac{\pi \cdot d}{\pi \cdot d_0} \quad (1)$$

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3} \cdot (\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + \varepsilon_z^2)} \quad (2)$$

Os resultados das medições magnéticas permitiram análise da redução da porcentagem da fase de ferrita presente em função do aumento de deformação plástica a frio aplicada. Notou-se que em dada deformação plástica (ou após determinado trabalho de deformação) a fração da fase ferrítica passa a não decrescer mais com o aumento da deformação e é estabilizada. Então, existe a possibilidade de existir um mínimo de ferrita presente no material em estudo, de modo que mesmo introduzindo mais energia de deformação neste aço inoxidável dúplex a transformação de fases induzida por deformação passa a não ocorrer. Observou-se que este limite é de aproximadamente 0,2 de deformação plástica efetiva (reta verde da Figura 4).

Depois de aplicadas as deformações plásticas respectivas a cada amostra e feita a DRX foi notado que todas as amostras apresentaram o mesmo tipo de comportamento (Figura 6), com intensidades diferentes para cada fase, de acordo com a quantidade de deformação plástica aplicada, e as únicas fases presentes são austenita e ferrita. Esta técnica permitiu a análise de que a transformação da fase ferrítica em fase austenítica induzida por deformação realmente ocorre sem envolver a formação de qualquer outra fase.

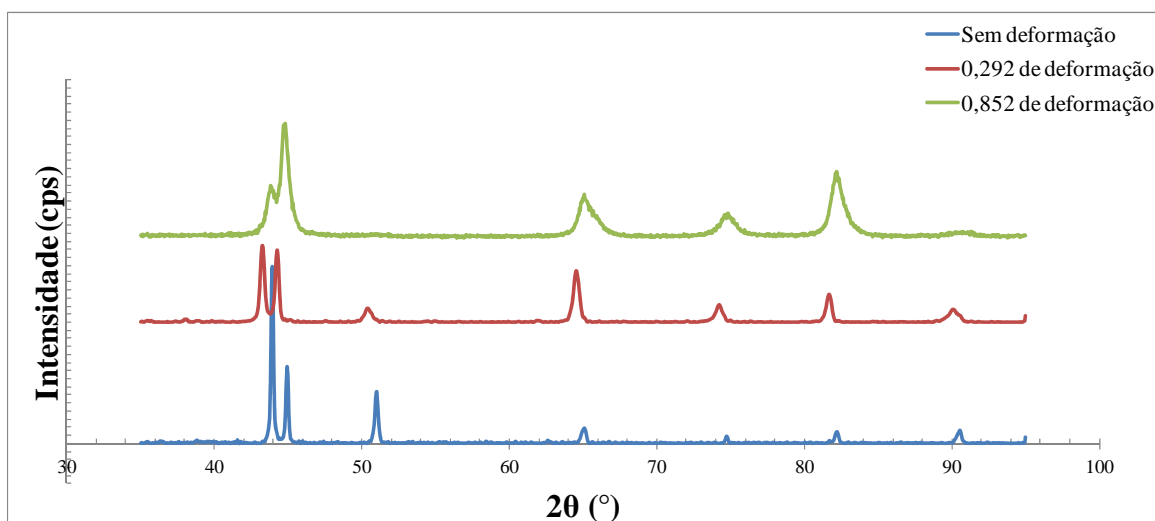


Figura 6. Comparação dos difratogramas raios-X em função da deformação plástica aplicada.

A medida volumétrica direta pode ser uma técnica relativamente trabalhosa, mas não deixa de ser uma técnica que permite a avaliação da mudança de densidade e, portanto, é válida para o estudo. Contudo, por ser extremamente trabalhosa, dado o pequeno tamanho das amostras, foram medidas apenas as amostras originais, um valor intermediário de deformação e a mais deformada plasticamente para verificar se o comportamento esperado, de aumento de densidade com o aumento da deformação plástica, também ocorria. Os resultados encontrados também comprovam a teoria de que a transformação de fase em estudo promoveria um acréscimo na densidade do material original (Tabela 2), que compara os valores obtidos de densidade destas amostras obtidas pela medição direta com os da balança hidrostática.

Tabela 2. Resultados encontrados de densidade das amostras

Deformação plástica, ϵ_p	Densidade Medida direta (g/cm ³)	Densidade Balança hidrostática (g/cm ³)
0	7,45 ± 0,03	7,59 ± 0,11
0,635	7,56 ± 0,01	7,74 ± 0,08
0,852	7,61 ± 0,01	7,74 ± 0,03

As duas técnicas utilizadas para avaliar a variação da densidade em função do acréscimo de deformação plástica aplicada, apresentaram o mesmo comportamento: o aumento de densidade ocorre como resultado da redução da fração de ferrita presente, apesar do maior desvio padrão obtido nas medições da balança hidrostática. Este mesmo método de avaliação permite a percepção de que existe uma tendência da densidade aumentar com a redução da ferrita, ou seja, com o aumento de energia de deformação imposta no sistema, e embora o desvio padrão desta técnica seja ligeiramente alto para a variação de densidade em estudo, a tendência existe (Figura 7). Já a Figura 8 permite melhor observação deste comportamento relacionando a fração de ferrita com as medidas de densidade obtidas com a balança hidrostática.

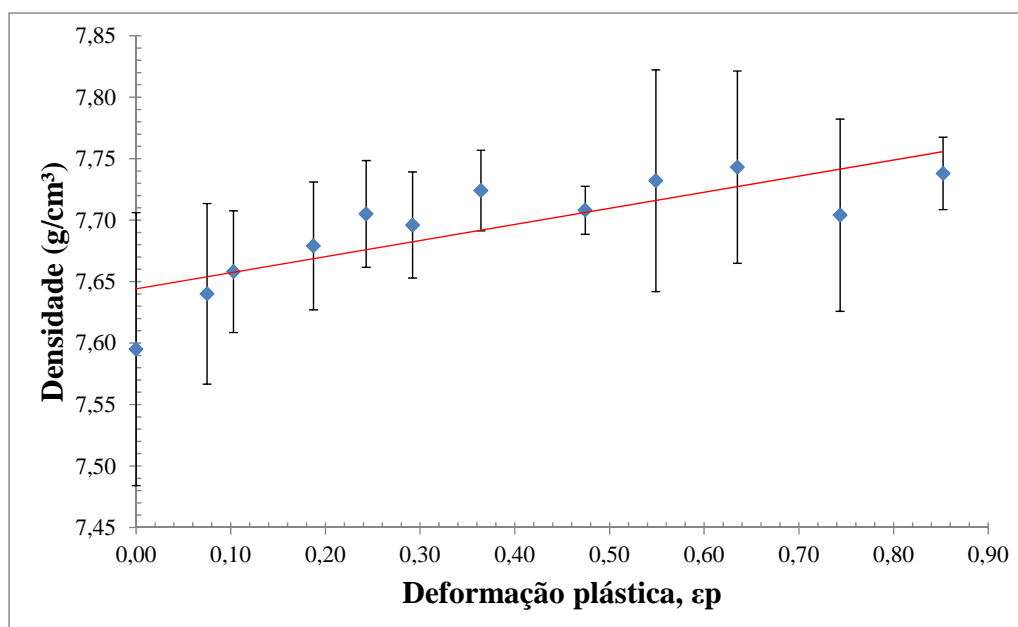


Figura 7. Densidade obtida com auxílio da balança hidrostática em função da deformação plástica efetiva.

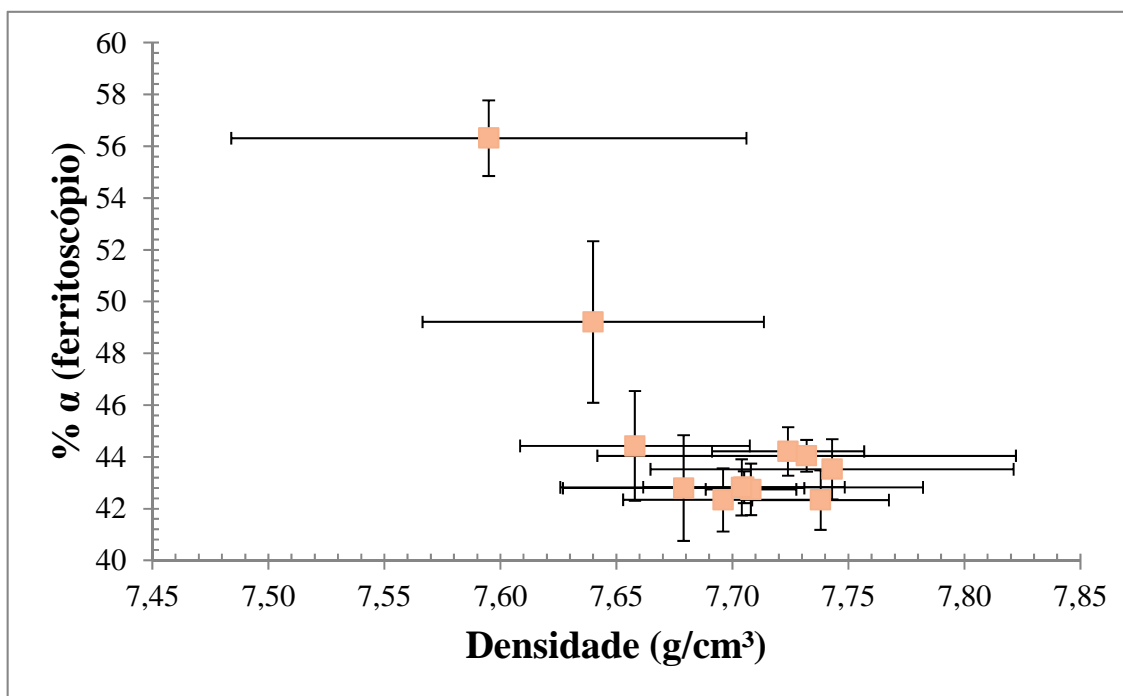


Figura 8. Fração volumétrica de ferrita (obtida pelo ferritoscópio) em função da densidade obtida pela balança hidrostática.

O acréscimo de densidade (medida com auxílio da balança hidrostática) – calculado a partir da amostra original (Equação 3) – em função da deformação plástica verdadeira (Figura 9) foi analisado com o objetivo de verificar se haveria estabilização desta propriedade num determinado valor de deformação e trabalho mecânico. Esta avaliação foi inspirada no fato de ocorrer a estabilização da ferrita mensurada com o ferritoscópio em torno de 0,2 de deformação (Figura 4), ou seja, o aumento da deformação efetiva passa a não reduzir a fração de fase ferrítica presente. Contudo, este comportamento não foi observado. Portanto, mostra-se a necessidade de maiores estudos, particularmente sobre a influência de textura na medida da fração de ferrita por ferritoscópio, para melhor quantificação do fenômeno de transformação martensítica reversa induzida por deformação da ferrita em austenita em aços inoxidáveis dúplex, como já apontado por outro estudo.⁽⁷⁾

$$\%A. D. = \left[\frac{D_i - D_1}{D_1} \right] \times 100 \quad (3)$$

Onde: D_1 é a densidade da amostra original; e D_i das demais amostras para cada cálculo.

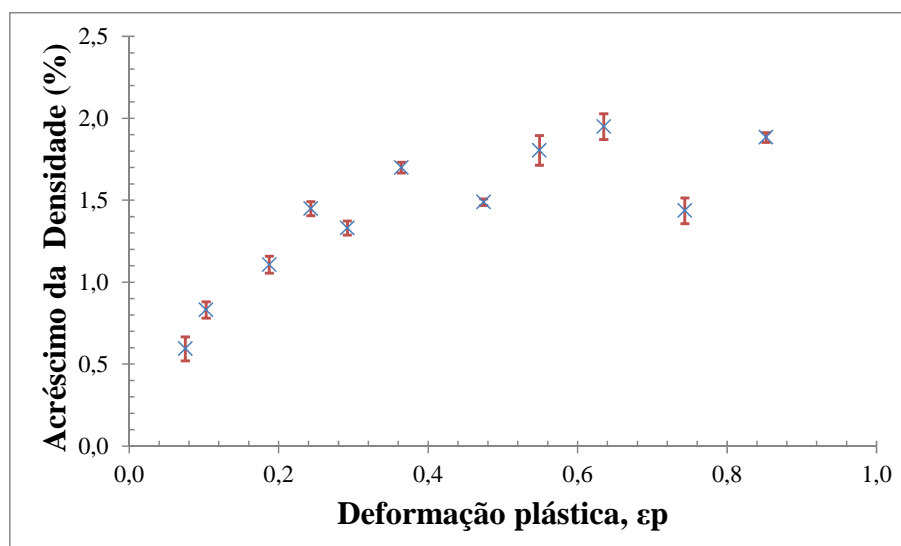


Figura 9. Gráfico do acréscimo da densidade em função da deformação plástica efetiva.

4 CONCLUSÕES

Resultados de DRX mostram que tanto inicialmente quanto depois de deformada, a microestrutura apresenta apenas ferrita e austenita. Os resultados obtidos por medições magnéticas mostram notável queda da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica aplicada. Além disso, dados obtidos pelo ferritoscópio indicam a possibilidade de existir um mínimo de ferrita presente no material em estudo, de modo que mesmo introduzindo mais energia neste aço a transformação em estudo passa a não ocorrer. O acréscimo da densidade em função da redução de ferrita foi comprovado pela medida volumétrica direta e pelo densímetro, sendo assim, outro meio de comprovar a transformação de ferrita em austenita similar a uma transformação martensítica induzida por deformação ocorrendo no aço inoxidável dúplex em estudo.

REFERÊNCIAS

- MAGNABOSCO, R., AVILA, C. C., RABECHINI, F. M. Influência do encruamento na cinética de formação de fase sigma em aço inoxidável dúplex. In: 66^o Congresso Internacional Anual da ABM – 18 a 22 de julho de 2011 – São Paulo.
- Magnabosco, R., TAVARES, D., JR. A., NETO, C. Ferrite-to-austenite transformation during cold working of a duplex stainless steel. In: 7th European Stainless Steel Conference Science and Market – 21 to 23 september 2011 – Italy.
- PANDI, R.; YUE, S. Dynamic Transformation of Austenite to Ferrite in Low Carbon Steel. ISIJ International, v. 34 1994, p, 270-279.
- LUO, H., SIETSMA, J., ZWAAG, S. A novel observation of strain-induced ferrite-to-austenite retransformation after intercritical deformation of C-Mn steel. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 35A, set. 2004, p. 2789-2797.
- SOUTHWICK, P.; HONEYCOMBE, R. Decomposition of ferrite to austenite in 26% Cr-5%Ni stainless steel. Metal Science, July 1980, p. 253-261.
- ALMEIDA, A.; LANDGRAF, F.; MAGNABOSCO, R.; GOLDENSTEIN, H. Monitoramento da Transformação de Fase Induzida por Deformação em Aços para
- SPOMBERG, S., MAGNABOSCO, R. Comparative study of ferrite quantification methods applied to duplex stainless steels. In: 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market, 2011, Como. 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market: Proceedings. Milão: AIM, 2011.