

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS Fe-25Cr-xTi *

Brendon Costa Barreto¹
Thácylla Jamille Mecnas de Jesus²
Michelle Cardinale Souza Silva Macedo³
Sandra Andreia Stewart de Araujo Souza⁴

Resumo

Neste trabalho, as ligas Fe-25Cr-(0; 0,4; 0,6)Ti (% em peso) foram investigadas na condição bruta de fusão e laminada a quente no intuito de verificar o efeito das adições de titânio sobre suas microestruturas e propriedades mecânicas. Para isso, as ligas foram caracterizadas através de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), energia dispersiva (EDS), difração de raios-X (DRX) e dureza Vickers. Os resultados mostraram que na condição bruta de fusão as microestruturas foram constituídas de grãos ferríticos grosseiros. As ligas que foram submetidas à laminação a quente apresentaram considerável diminuição do tamanho de grão, cujo maior efeito foi observado na liga contendo 0,4% de Ti. Com as adições de titânio houve um aumento gradual de precipitados com tendência em se combinar com o carbono. Os valores de dureza das ligas foram fortemente influenciados pelos teores residuais de carbono do que pelas as adições de titânio.

Palavras-chave: Ligas ferrosas; Transformação de fases; Titânio; Microestrutura;

MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF Fe-25Cr-xTi ALLOYS

Abstract

In this work, the effect of the titanium on microstructure and mechanical resistance of Fe-25Cr-xTi alloys (x = 0, 0.4, 0.6) (wt. %), in as-cast and as-hot rolled conditions, was investigated by optical microscopy, scanning electron microscopy with *coupled* energy X-ray dispersion *spectroscopy*, X-ray diffraction and Vickers hardness test. The results showed that in the as-cast condition the microstructures were composed of coarse ferritic grains. The alloys that were submitted to the hot rolling presented considerable decrease of the grain size, whose greater effect was observed in the alloy containing 0.4% Ti. With the additions of titanium there was a gradual increase of precipitates tending to combine with carbon. The hardness values of the alloys were strongly influenced by the residual carbon contents than by the additions of titanium.

Keywords: Ferrous alloys; Phase transformation; Titanium; Microstructure;

¹ Engenharia de Materiais, Graduação, Estudante, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais - DCEM, Universidade Federal de Sergipe - UFS, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

² Engenheira de Materiais, Mestre, Estudante, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais-P2CEM, Universidade Federal de Sergipe - UFS, São Cristóvão, Sergipe, Brasil

³ Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Doutora, Professora e Pesquisadora, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais - DCEM, Universidade Federal de Sergipe - UFS, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

⁴ Engenharia Mecânica, Doutora, Professora e Pesquisadora, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - P2CEM, Universidade Federal de Sergipe - UFS, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

No mundo atual, as ligas ferrosas, em particular os aços, continuam sendo os mais importantes materiais devido à sua aplicabilidade em vários setores industriais, tais como: automobilístico, aeroespacial, naval e petroquímico [1-3]. Para uso em meios corrosivos, as ligas ferrosas mais indicadas são os aços inoxidáveis por possuírem um alto teor de cromo, o qual reage facilmente com o oxigênio formando uma camada de óxido protetora sobre a superfície [4-5].

Em aços inoxidáveis, a adição de titânio é eficaz na melhoria da resistência à corrosão e aumento da resistência mecânica ao propiciar um efeito bastante significativo no refino de grão, além de estimular a formação de carbonetos [4,6]. No caso da liga Fe-25Cr, ainda não é bem estabelecido o quanto as adições de titânio podem representar em termos de melhorias na relação custo x benefício em comparação com os materiais tradicionais. Para justificar a viabilidade dessas ligas em aplicações para as quais outros já estão bem estabelecidos, deve-se fazer um estudo de suas propriedades tendo como ponto de partida a análise de suas microestruturas. Portanto, esse estudo teve como objetivo a caracterização microestrutural e mecânica de ligas Fe-25Cr com teores variáveis de titânio, a fim de avaliar a influência deste elemento sobre a microestrutura e a dureza.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram produzidas ligas de 100g de composições nominais Fe-25Cr-(0; 0,4; 0,6)Ti a partir de elementos com elevado grau de pureza, Fe (99,98%), Cr (99,99%) e Ti (99,81%), utilizando um forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio sob atmosfera de argônio (99,98%) em cadinho de cobre refrigerado a água. As ligas foram refundidas oito vezes com a finalidade de garantir a fusão completa dos cavacos. Após essa etapa, as ligas foram cortadas e parte destas foram laminadas a quente, com temperatura de trabalho de 980°C, obtendo-se, placas com espessura de 2 mm. Portanto, ao final foram avaliadas as ligas nas seguintes condições: brutas de fusão e laminadas a quente. Para confirmação de suas composições foi utilizado um espectrômetro de emissão óptica Foundry Master Xpert da Oxford Instruments, cujos resultados são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Composições químicas (% em peso) determinadas por espectroscopia de emissão óptica

| Elementos | T0 | T4 | T6 |
|-----------|----------|----------|----------|
| Fe | 74,40 | 74,10 | 74,80 |
| Cr | 22,90 | 25,40 | 24,20 |
| Ti | 0.0047 | 0,270 | 0.5370 |
| C | 0,172 | 0.005 | 0.0535 |
| N | 0.0588 | - | 0.1810 |
| Si | 0.0010 | 0.0322 | 0.0056 |
| Al | < 0.0010 | < 0.0050 | < 0.0010 |
| P | 0.0113 | < 0.0050 | < 0.0005 |
| S | 0.0060 | < 0.0050 | < 0.0005 |
| Mo | 0.0156 | < 0.0050 | 0.0020 |
| Ni | 0.0553 | < 0.0050 | 0.0140 |
| Mn | 0.0123 | 0.05130 | 0.03160 |
| Co | 0.0170 | 0.00150 | < 0.0010 |
| Cu | 2.060 | < 0.0050 | < 0.0005 |
| Nb | < 0.0010 | < 0.0050 | 0.00780 |
| V | < 0.0010 | < 0.0050 | 0.01050 |
| W | 0.1010 | < 0.0050 | < 0.0050 |

| | | | |
|----|----------|----------|----------|
| Pb | 0.0139 | < 0.0050 | < 0.0010 |
| Sn | 0.0045 | - | < 0.0010 |
| B | 0.0011 | - | < 0.0010 |
| Ca | < 0.0005 | - | < 0.0005 |
| Se | 0.0228 | - | 0.0059 |
| Sb | < 0.0030 | - | < 0.0030 |
| Ta | < 0.0100 | - | < 0.0100 |

Para a realização da caracterização microestrutural, efetuou-se o corte das amostras, seguido de embutimento em resina poliéster com cura a frio. O lixamento foi realizado manualmente através de lixas de carvão de silício de grana 120, 220, 400, 600 e 1200 e, posteriormente, foi feito seu desengorduramento em banho ultrassônico em água e etanol na proporção 1:1. O polimento mecânico foi realizado em uma politriz semiautomática em panos de polimento com suspensões de alumina de 1, 0,3 e 0,05 μm , respectivamente. No ataque químico para revelar a microestrutura foi empregado o reagente químico água régia, que é constituído de 75% de ácido clorídrico (HCl) e 25% de ácido nítrico (HNO_3). Em seguida, as amostras foram fotografadas com magnificação de 100x em microscópio óptico (MO) Leica, modelo DM 2500 M. A difração de raios-X foi feita nas amostras laminadas a quente, as quais foram expostas à radiação Cu-K α de acordo com as seguintes especificações: tensão de 40 kV, corrente de 40 mA e varredura de 0,055°/s com variação 2 θ de 20 a 100° no equipamento *Empyrean* da *Panalytical*. Os mapas de distribuição dos elementos químicos foram obtidos nas ligas laminadas, utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL, modelo JSM 5700, com espectrômetro de energia dispersiva de raios-X (EDS) acoplado ao equipamento. As amostras ainda foram submetidas ao ensaio de dureza Vickers no equipamento Future-Tech Vickers Hardness Tester FV-700, com carga de indentação de 1 kgf durante de 10 s. Para cada amostra foram realizadas cinco impressões de dureza.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural

As microestruturas das ligas Fe-25Cr-xTi brutas de fusão com aumento de 100x são apresentadas na Figura 1, onde é possível notar que seus tamanhos de grãos são extremamente grandes, característicos de ligas nessa condição. Além disso, o alto teor de cromo na liga, que garante uma microestrutura monofásica totalmente ferrítica, favorece uma elevada mobilidade atômica e, conseqüentemente, proporciona o crescimento mais rápido do grão. De acordo com a literatura, grãos grandes são indesejáveis em vários aspectos, pois reduzem a tenacidade, a resistência à tração e a dureza das ligas [7,8]. Considerando o efeito das adições de titânio, nota-se que sua presença causa o refino dos grãos, sendo esse efeito mais acentuado na liga com 0,6% (Figura 1c).

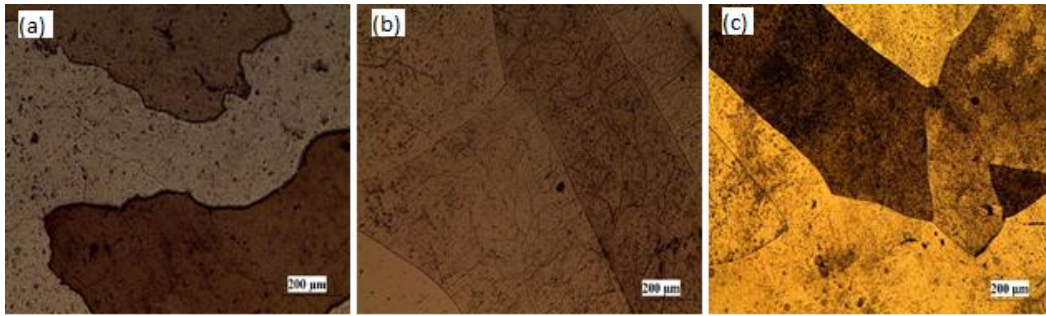


Figura 1. Micrografia das ligas brutas de fusão com aumento de 100x.
a) Fe-25Cr; b) Fe-25Cr-0,4Ti; c) Fe-25Cr-0,6Ti.

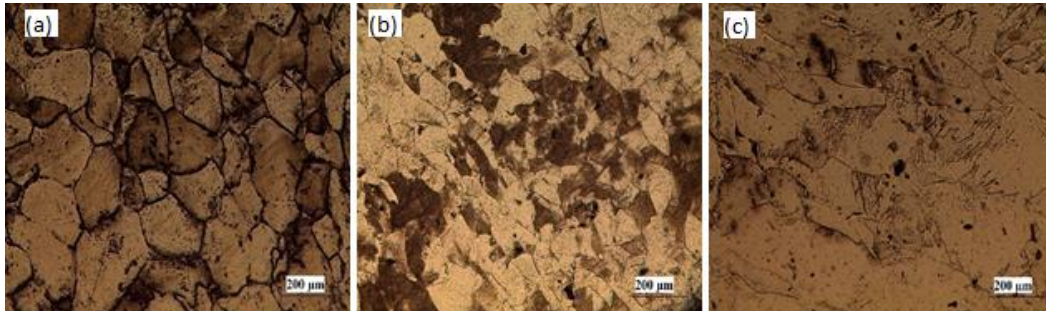


Figura 2. Micrografia das ligas laminadas com aumento de 100x.
a) Fe-25Cr; b) Fe-25Cr-0,4Ti; c) Fe-25Cr-0,6Ti.

Na Figura 2 são mostradas as micrografias das ligas Fe-25Cr-xTi laminadas a quente, através das quais é possível notar a diminuição do tamanho de grão devido ao tratamento termomecânico, onde a microestrutura bruta de fusão de grãos grandes é substituída por uma microestrutura de grãos refinados. Este resultado foi complementado pela adição do titânio pois, como dito anteriormente, este atua como refinador de grãos ferríticos. Nesse caso, o maior refino de grão ocorreu na liga contendo 0,4% de Ti (Figura 2b). Embora a liga com adição de 0,6% de Ti, na condição bruta de fusão, tenha apresentado um tamanho de grão relativamente menor, a liga com 0,4% apresentou particularmente uma microestrutura com um alto número de subgrãos (Fig.1b). Contornos de grão e subgrãos, tanto de alto como de baixo ângulo, são fontes de discordâncias, as quais, por sua vez, são conhecidas por estimular o processo de recristalização.

A liga laminada a quente com adição de 0,6% de Ti apresentou dentro dos grãos uma estrutura massiva constituída de grandes regiões irregulares (Figura 2c). De acordo a literatura [2], a adição de até 0,7% de titânio (% em peso) provoca melhoria no refino de grão, porém adições a partir de 0,9% causam um efeito contrário, o que mostra a existência de uma concentração crítica para a adição deste elemento em ligas ferrosas. Os difratogramas de raios-X das amostras laminadas também foram obtidos e são apresentados na Figura 3, onde é possível observar somente os picos da fase α em todas as ligas, pois o elevado teor de cromo e a adição de titânio contribuem para a estabilização da ferrita.

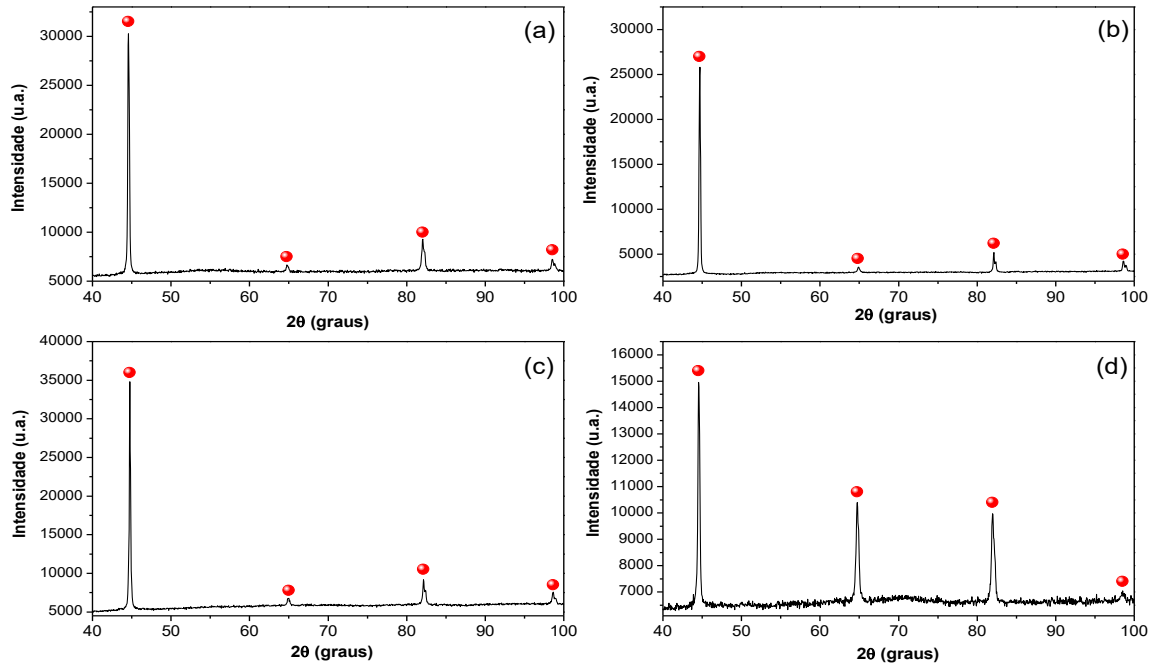


Figura 3. Difratoograma de raios-X das ligas laminadas à 980°C. a) Fe-25Cr; b) Fe-25Cr-0,2Ti; c) Fe-25Cr-0,4Ti; d) Fe-25Cr-0,6Ti. O símbolo (●) é correspondente a fase ferrita (α -Fe) encontrada em todas as amostras.

Nesse estudo, as amostras laminadas foram analisadas por EDS e seus mapas de distribuição de elementos (Fe, Cr e Ti) obtidos com o intuito de observar se os teores de titânio proporcionaram algum tipo de formação de fase secundária que não tenha sido detectada por difração de raios-X. A Figura 4 mostra a imagem de elétrons secundários da superfície polida da liga Fe-25Cr laminada com magnificação de 2500x e seus respectivos mapas de distribuição de Fe e Cr, além do seu espectro de energia dispersiva. Os resultados mostram que a superfície apresenta uma distribuição homogênea de Fe e Cr. Um pico em 0,3 keV correspondente ao carbono também foi observado. Este elemento foi identificado por espectroscopia de emissão óptica com concentração de 0,172% em peso.

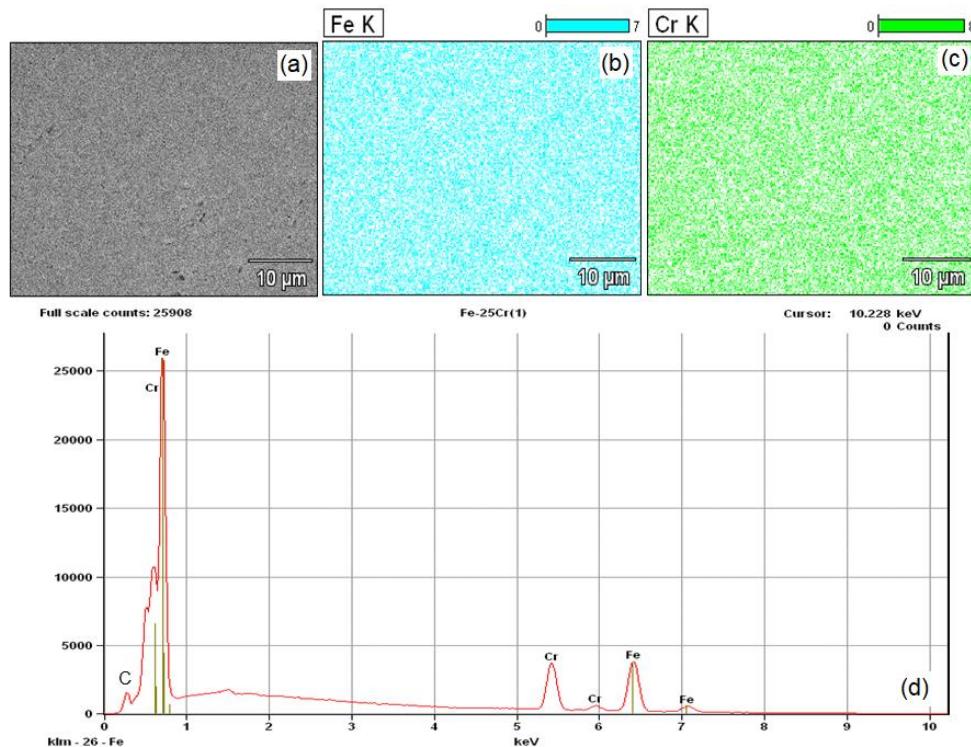


Figura 4. Imagem de elétrons secundários da liga Fe-25Cr (a) e seus respectivos mapas de distribuição dos elementos (b-c). Espectro de energia dispersiva (EDS) da área selecionada (d).

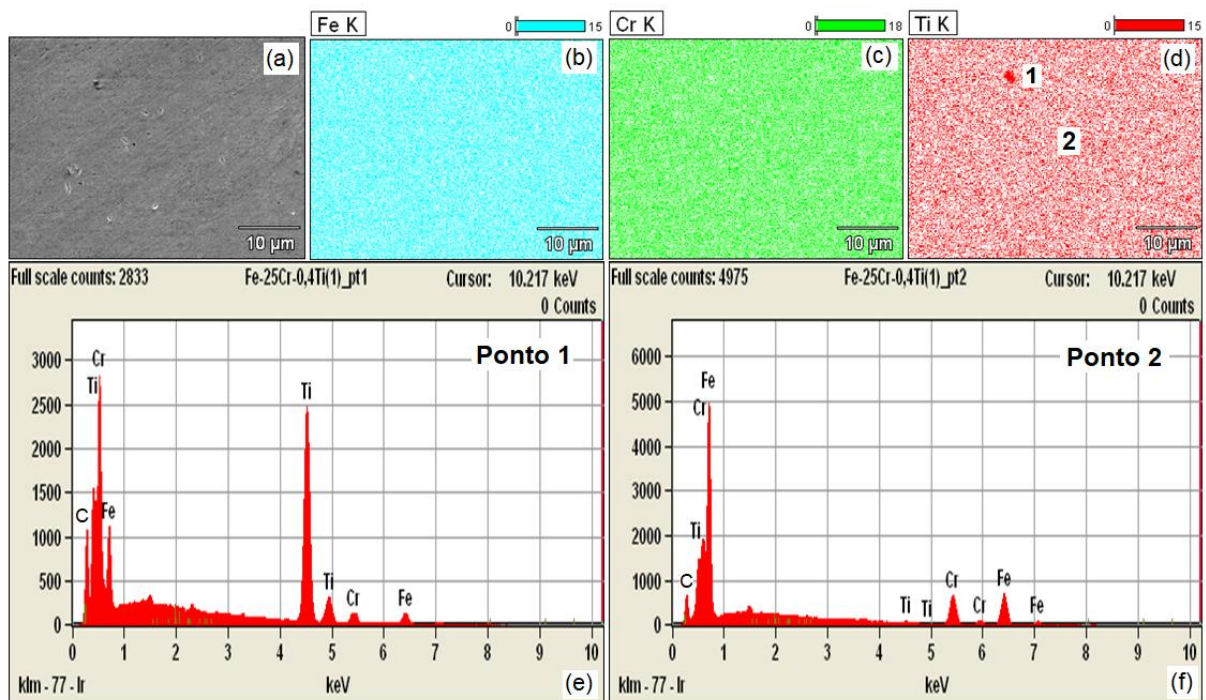


Figura 5. Imagem de elétrons secundários da liga Fe-25Cr-0,4Ti (a) e seus respectivos mapas de distribuição dos elementos (b-d). Abaixo são apresentados os espectros de energia dispersiva (EDS) das análises pontuais do precipitado e da matriz (e-f).

A Figura 5 mostra a imagem de elétrons secundários da superfície polida da liga Fe-25Cr-0,4Ti com aumento de 2500x, os mapas da distribuição de Fe, Cr e Ti da área selecionada, e os espectros de energia dispersiva (EDS) nos pontos 1 e 2, respectivamente.

Para uma adição de 0,4% de Ti (Figura 5) são observadas distribuições homogêneas dos elementos Fe e Cr na liga (Figura 5b-c), no entanto, o mesmo não é verificado para o Ti, pois uma maior concentração deste elemento em relação à matriz é notada em pouquíssimos pontos da amostra (Figura 5d). Esse fato é confirmado pela análise por EDS onde podem ser observados picos intensos de titânio no espectro de energia dispersiva correspondente ao ponto 1 apresentado na Figura 5e. Estes picos são acompanhados por um pico acentuado referente ao carbono, o que leva inicialmente a crer que houve a formação de carbonetos de titânio. Como o titânio apresenta uma alta afinidade com o oxigênio, pretende-se posteriormente analisar seus teores e mapear sua distribuição.

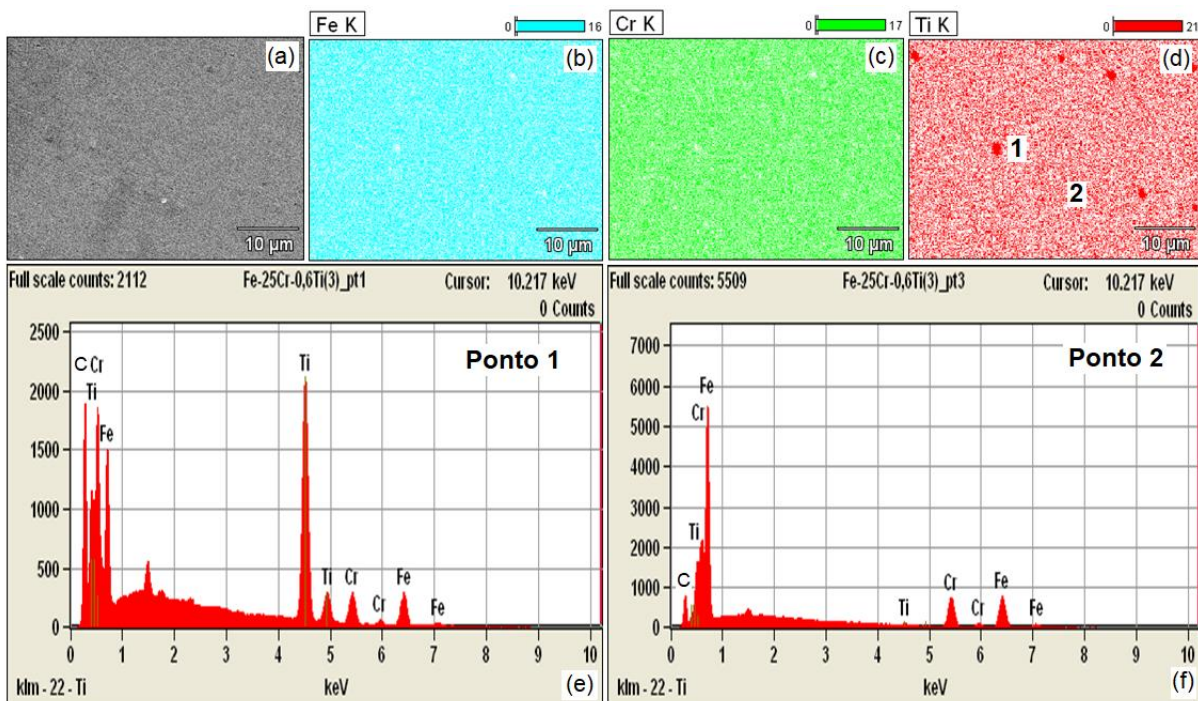


Figura 6. Imagem de elétrons secundários da liga Fe-25Cr-0,6Ti (a) e seus respectivos mapas de distribuição dos elementos (b-d). Abaixo são apresentados os espectros de energia dispersiva (EDS) das análises pontuais no precipitado e na matriz (e-f).

Com a adição de 0,6% de Ti pontos de maior concentração desse elemento foram um pouco mais fáceis de serem vistos através de seu mapa de distribuição (Figura 6d), os quais sempre vêm acompanhados de intensos picos de carbono (Figura 6e).

3.2 Caracterização Mecânica

A Figura 7 apresenta os valores de dureza Vickers obtidos nas ligas Fe-25Cr-xTi após laminação a quente. Observa-se que a liga sem a adição de titânio possui um valor de dureza equivalente à 243 HV, ao passo que uma queda brusca deste valor para 204,8 HV foi observado na liga com 0,4% de Ti. Considerando os teores de carbono das duas ligas, 0,172% e 0,005%, respectivamente, percebe-se que este elemento é o responsável pela baixa dureza observada na liga com 0,4% de Ti, pois já é bem estabelecido que uma pequena concentração de elementos intersticiais seja suficiente para bloquear as discordâncias durante a deformação plástica de um material. Além disso, o titânio ao unir-se com o carbono remove-o da matriz reduzindo a quantidade do mesmo na fase ferrita. Contudo, vale salientar que na liga

com 0,4% de Ti, a quantidade de precipitados é baixa e, se houve influência na redução da dureza, sua contribuição foi secundária.

Para a liga com 0,6% de titânio houve uma tendência de aumento no valor de dureza, que mais uma vez deve estar relacionado ao teor de carbono que foi de 0.0535%, maior do que a liga com adição de 0,4% de Ti. O aumento no número de precipitados, como visto na Figura 6d, pode ter atenuado o efeito do carbono ao reduzir sua quantidade na ferrita, se assim considerar que os valores de dureza apresentados, dizem respeito à dureza da matriz, isto é, que a indentação realizada no ensaio provavelmente não foi aplicada sobre os precipitados formados, já que estes se encontram em número reduzido.

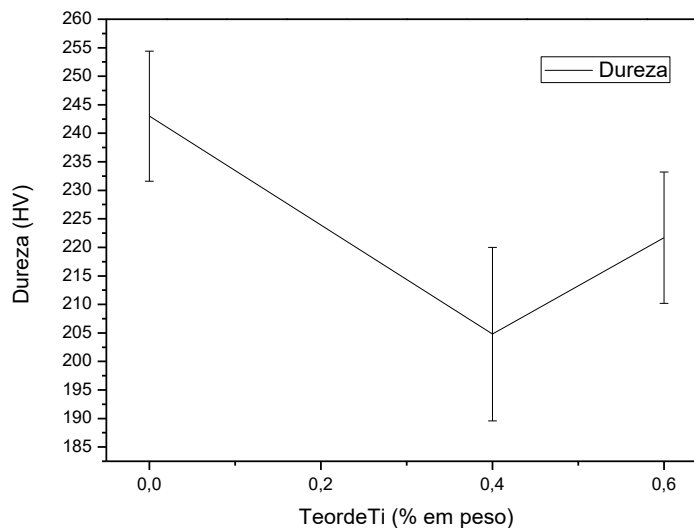


Figura 7. Valores de dureza Vickers das ligas de Fe-25Cr-xTi laminadas.

4 CONCLUSÃO

As principais conclusões obtidas neste trabalho foram:

- As ligas Fe-25Cr-xTi na condição bruta de fusão apresentaram microestruturas constituídas de grãos ferríticos grosseiros.
- As ligas que foram submetidas à laminação a quente apresentaram considerável diminuição do tamanho de grão, cujo efeito foi mais pronunciado com a adição de 0,4% de Ti.
- O aumento das concentrações de titânio estimulou a formação de precipitados com tendência em se combinar com o carbono.
- Os teores residuais de carbono tiveram maior influência sobre os valores de dureza das ligas do que as adições de titânio.

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Processamento Termomecânico do DMM-PEMM/COPPE da UFRJ pela realização da laminação a quente das ligas e a COPES pela concessão da bolsa de iniciação científica.

REFERÊNCIAS

- 1 Xing X, Wang H, Lu P, Han Z. Influence of rare earths on electrochemical corrosion and wear resistance of RE–Cr/Ti pack coatings on cemented 304 stainless steel. *Surf. Coatings Technol.* 2016; 291: 151–160.
- 2 Mallaiah G, Reddy PR, Kumar A. Influence of titanium addition on mechanical properties, residual stresses and corrosion behaviour of AISI 430 grade ferritic stainless steel GTA welds. *Procedia Mater Sci.* 2014; 6: 1740-1751.
- 3 Bolzoni L, Herraiz E, Ruiz-Navas EM, Gordo E. Study of the properties of low-cost powder metallurgy titanium alloys by 430 stainless steel addition. *Mater Des.* 2014; 60: 628–636.
- 4 Outokumpu, Handbook of Stainless Steel. 2013; 8-89. Disponível em: <https://www.outokumpu.com/choose-stainless/stainless-basics/handbooks>.
- 5 Carbó HM. Aços Inoxidáveis: aplicações e especificações. ArcelorMittal. 2008; 7-52. Disponível em: <http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf>.
- 6 Peng Z, Li L, Gao J, Huo X. Precipitation strengthening of titanium microalloyed high-strength steel plates with isothermal treatment. *Mater Sci Eng A.* 2016; 657: 413–421.
- 7 Lippold JC, Kotecki DJ. *Welding Metallurgy of Stainless Steel.* John Wiley & Sons, 2005.
- 8 Silva JN. Análise da conformação a frio do aço ABNT 430 modificado por Nb, Al, Al-Nb e Al-Ti. Belo Horizonte. Escola de Engenharia da UFMG. 1990; 05-12.