

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO SUBMETIDO À DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA POR ARB<sup>1</sup>

*Elenice Cavichioli Borba<sup>2</sup>  
José Mário Carneiro Vilela<sup>2</sup>  
Nilton José Lucinda de Oliveira<sup>3</sup>  
Margareth Spangler Andrade<sup>2</sup>*

## **Resumo**

Neste trabalho, a calorimetria exploratória de varredura foi utilizada na determinação da temperatura crítica de recristalização no aço inoxidável ferrítico ABNT 430 severamente deformado. Os eventos térmicos observados nos ensaios foram correlacionados às mudanças ocorridas na microestrutura e microdureza.

**Palavras-chave:** Laminação por deformação plástica severa; Aço inoxidável ferrítico; Recristalização; Calorimetria exploratória de varredura.

## **MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF FERRITIC STAINLESS STEEL SEVERELY DEFORMED BY ACCUMULATIVE ROLL BONDING - ARB**

## **Abstract**

In this work, the differential scanning calorimetry was used to determine the recrystallization temperature of an AISI 430 stainless steel, severely plastic deformed. The thermal events observed in these experiments were associated to the microstructure and hardness changes of the samples.

**Keywords:** Severe plastic deformation; Ferritic stainless steel; Recrystallization; Differential scanning calorimetry

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

<sup>2</sup> *Dr., Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC*

<sup>3</sup> *Mestre, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais – CETEC*

## 1 INTRODUÇÃO

As propriedades dos materiais são fortemente influenciadas por sua microestrutura sendo o tamanho de grão, no caso de ligas metálicas, de fundamental importância na melhoria dessas propriedades.<sup>(1-2)</sup> Durante a última década, a pesquisa e o desenvolvimento de novos processos em materiais de engenharia para aplicações estruturais ou não, na escala nano ou próximo ao nano (sub micrométrico), tem atraído muita atenção. Esta atração sobre cientistas e também sobre o público leigo pode ser justificada pelas notáveis propriedades físicas e mecânicas apresentadas quando o tamanho de grão do material é reduzido a nanoescala.<sup>(3)</sup>

Novos processos fundamentados em deformação plástica severa (*Severe Plastic Deformation* -SPD) apresentam grande potencial para futuras aplicações industriais.<sup>(4)</sup> Os processos de SPD consistem na aplicação de alta deformação por passe ( $\varepsilon \sim 1$ ) resultando ao final de poucos passes em uma deformação verdadeira total  $\varepsilon > 4$ . Ao longo do processo, os defeitos na rede cristalina, introduzidos pela elevada deformação, interagem e levam à formação de grãos na faixa 1  $\mu\text{m}$  a 100 nm. O processo mais promissor é o de produção de chapas denominado *Accumulative Roll-Bonding* – ARB.

Este processo desenvolvido por pesquisadores da Universidade de Osaka, Japão, consiste em laminações sucessivas de chapas do material, com reduções de 50% em cada passe à temperatura moderada.<sup>(5-6)</sup> A técnica é aplicada principalmente a metais e possui a vantagem dos grãos dentro do material subdividirem-se em domínios tão pequenos quanto 20 nm quando submetido à alta deformação, embora grãos acima de 100 nm sejam mais comuns.

Neste trabalho, a temperatura de recristalização de uma chapa de aço inoxidável ferrítico ABNT 430 estabilizado ao nióbio, severamente deformado por *Accumulative Roll-Bonding* (ARB), foi pesquisada. A técnica utilizada para esta investigação foi a calorimetria exploratória de varredura (DSC), que é considerada adequada para medir as transições físicas e reações químicas associadas com a geração ou consumo de calor<sup>(7)</sup>. Neste sentido os eventos térmicos observados nos ensaios no DSC foram correlacionados às mudanças ocorridas na microestrutura e na microdureza do material.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

A chapa de aço de composição química apresentado na Tabela 1 foi processada via *Accumulative Roll-Bonding* no laminador piloto do laboratório de Ensaios Termomecânicos do Centro de Pesquisa da ArcelorMittal Inox Brasil S.A. O processo da laminação severa consistiu de diversas etapas; primeiramente, as chapas laminadas a frio, com 1mm de espessura, foram cortadas nas dimensões de 5cm de largura e 40cm de comprimento. A temperatura de reaquecimento das chapas a cada passe foi de 700°C. No primeiro passe duas chapas sobrepostas soldadas por solda de ponto foram laminadas. Entre os passes, a chapa foi cortada em duas metades, decapada para retirada do óxido da superfície em banho concentrado com 15% de  $\text{HNO}_3$  e 3%HF, na temperatura ambiente por 5 minutos, e soldada. A laminação consistiu de 50% de redução por passe sob a condição de deformação plana, sem escoamento lateral, produzindo uma deformação efetiva de 0,8 com uma deformação acumulada total de ( $\varepsilon$ ) = 4,0. Após o processamento por ARB, foram retiradas amostras para o ensaio calorimétrico em equipamento da *TA Instruments* e para a caracterização microestrutural do material como recebido.

**Tabela 1.** Composição química em % massa.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Nb	Mo
0,022	0,156	0,274	0,022	0,001	16,1	0,178	0,329	0,014

As dimensões das amostras foram de 3x2 mm. O embutimento para análise da microestrutura foi realizado de maneira que a superfície a ser observada fosse paralela à direção da laminação e perpendicular a superfície da chapa. As amostras foram lixadas e polidas de forma convencional, finalizando o polimento em solução de sílica coloidal de 0,04  $\mu\text{m}$  (OPS) e submetidas a ataque químico em glicerégia, com tempo de ataque variando na faixa de 15-30 segundos.

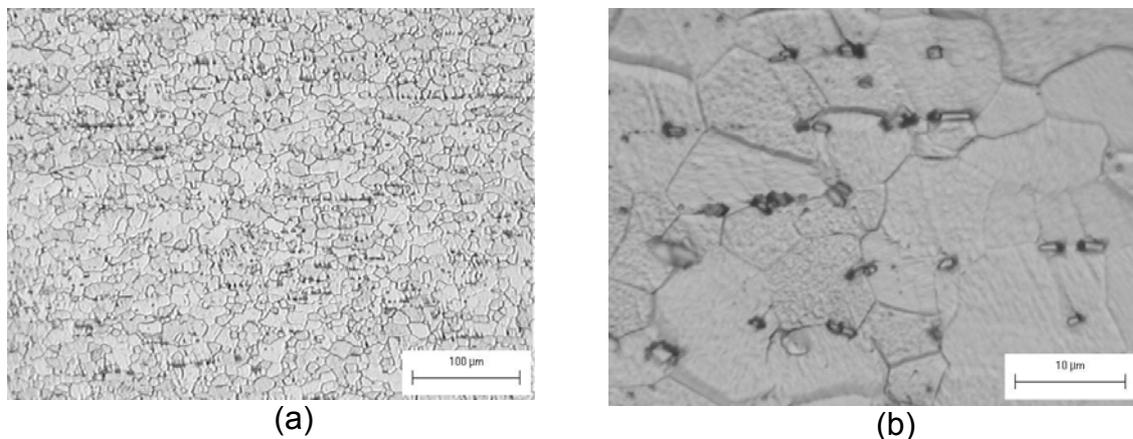
Inicialmente foi realizada no DSC uma corrida exploratória da temperatura ambiente até 730°C, com taxa de aquecimento e resfriamento a 2°C/min. Uma série de ensaios nas temperaturas de 390°C, 420°C, 470°C, 520°C, 600°C, 615°C, 630°C, 650°C e 730°C tiveram como objetivo a obtenção de amostras para investigar as mudanças na microestrutura. Esta segunda série de ensaios foi realizada com a mesma taxa de aquecimento, mas o resfriamento até a temperatura ambiente ocorreu após desligamento do forno, no interior do DSC, sem o controle da taxa de resfriamento. A purga foi feita com gás  $\text{N}_2$ .

O tratamento isotérmico de recozimento para a recristalização do aço severamente deformado consistiu de aquecimento a temperatura de 420°C, com a mesma taxa de aquecimento, e permanência nesta temperatura pelo tempo de 60 minutos. Após tratamento térmico, a amostra foi submetida ao um segundo ciclo de aquecimento contínuo até 600°C com intuito de verificar a efetividade do tratamento isotérmico.

A caracterização da microestrutura das amostras foi feita por microscopia ótica e de força atômica (AFM). Na análise por AFM, os microscópios utilizados foram *Multimode* e *Dimension 3000*, da *Digital Instruments* (atual Veeco) operado no modo de contato intermitente (*tapping*). Para a caracterização da microdureza foram realizados ensaios com penetrador Vickers e carga aplicada de 50gf, por 10 segundos, de acordo com a norma ASTM E384.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

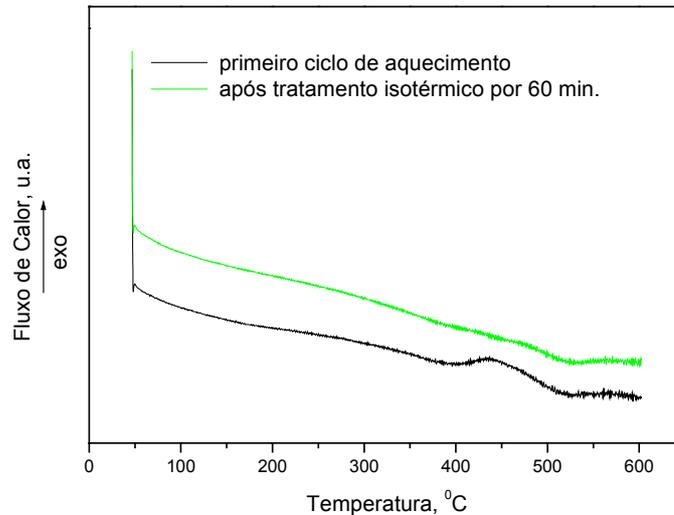
A microestrutura do aço inoxidável ferrítico 430 ao nióbio após laminação industrial consiste de ferrita e carbonetos, conforme mostrado na Figura 1.



**Figura 1.** Imagens de microscopia ótica do aço ABNT 430 ao nióbio após laminação a frio convencional, destacando a distribuição e a morfologia dos grãos ferríticos e dos carbonetos. Ataque químico: Vilela.

### 3.1 Ensaio de DSC

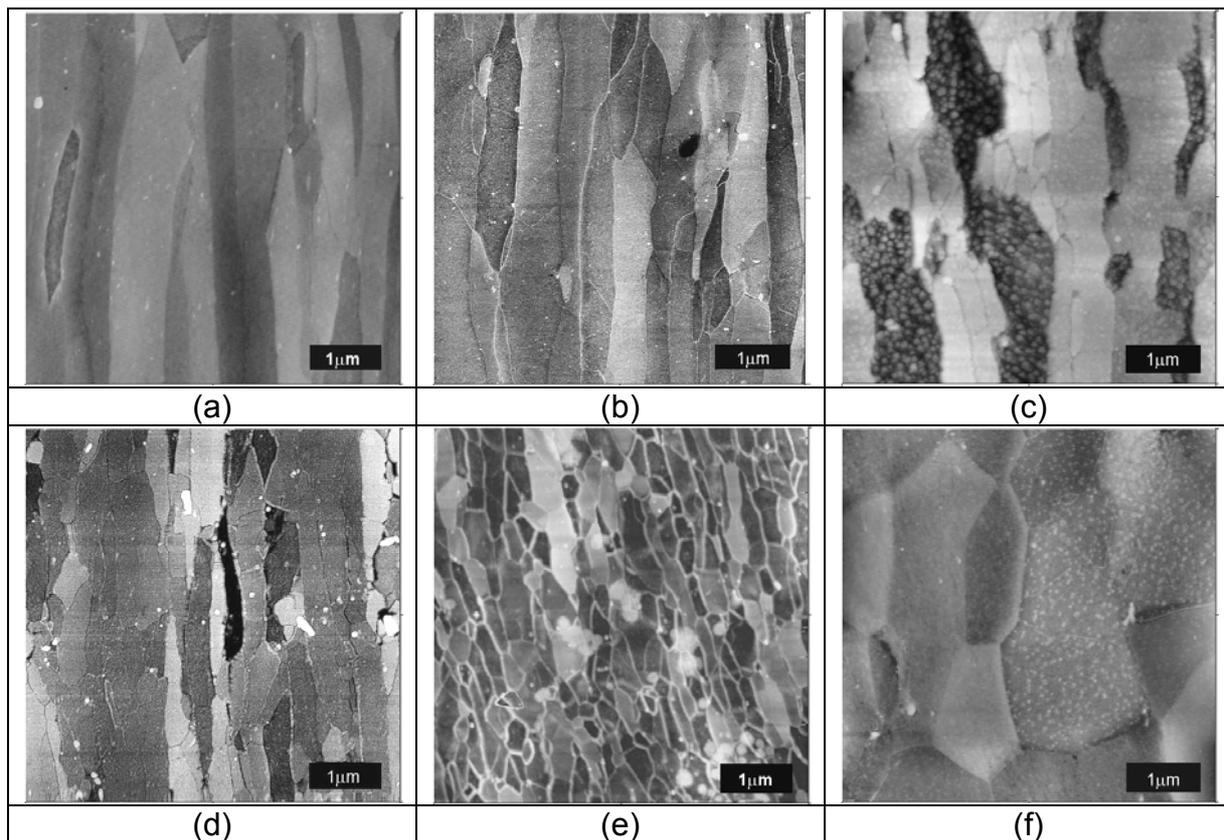
A Figura 2 apresenta as curvas de fluxo de calor em função da temperatura em aquecimento contínuo no DSC, a 2°C/min. A curva em preto da Figura, correspondente à amostra severamente deformada, apresenta um pico exotérmico entre 400°C e 500°C. A curva verde foi obtida na amostra após tratamento isotérmico a 420°C por 60min. Observa-se que ela não mais apresenta o pico exotérmico. Este resultado indica que a energia associada a esta reação foi liberada durante o tratamento isotérmico. A transformação observada está relacionada à recristalização do material, conforme mostrado a seguir pelas análises microestruturais.



**Figura 2.** Curvas obtidas no DSC referentes ao primeiro ciclo em aquecimento contínuo e após tratamento de recozimento isotérmico por 60 minutos.

### 3.2 Microestrutura do Aço Severamente Deformado

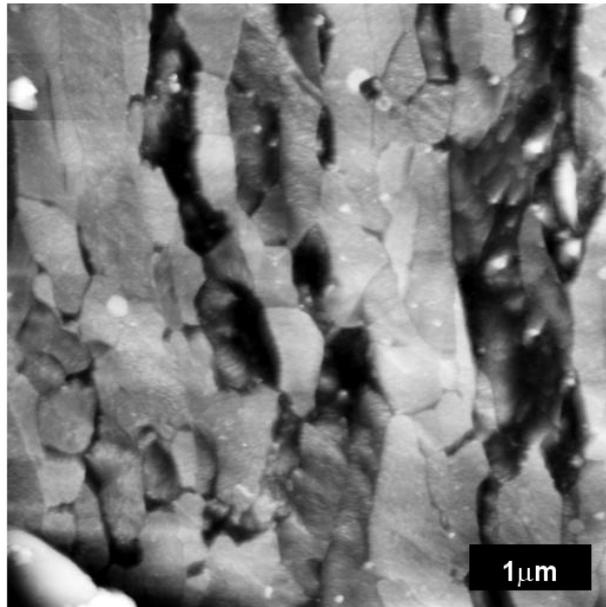
A microestrutura do aço severamente deformado consistiu de uma morfologia fibrosa, Figura 3 (a), atribuída a uma alta deformação por passe sem significativa mobilidade das fronteiras.<sup>(7)</sup> Esta microestrutura não é considerada uma verdadeira estrutura ultrafina, devido às fibras possuírem uma pequena dimensão em apenas uma direção. Uma estrutura ultrafina deve ter grãos aproximadamente equiaxiais, o que requer uma heterogeneidade local ou migração de fronteiras de alto ângulo. Durante o tratamento com aquecimento contínuo, Figura 3, a imagem (b) da amostra aquecida a 390°C, anterior ao evento exotérmico na Figura 2, apresenta um início da formação da unidade celular (IDBs – *incidental discordance boundaries*) no interior das GNBs (*geometrically necessary boundaries*), com paredes de célula bastante tênues e morfologia aproximadamente alongada. A Figura 3 (c) é da amostra aquecida até 420°C, correspondente ao início da transformação exotérmica registrada no DSC (Figura 2). Nesta imagem podemos observar a estrutura celular no interior de blocos alongados. Esta morfologia da microestrutura é observada até a temperatura de 470°C (Figura 3 (d)). A partir da temperatura de 630°C (Figura 3 (e)), a microestrutura apresenta-se completamente rearranjada em grãos ou sub-grãos ultrafinos aproximadamente equiaxiais. No aquecimento contínuo até 730°C há um intenso crescimento do grão (Figura 3 (f)). Os mecanismos que dão início à recristalização ainda são motivo de investigação em nosso grupo.



**Figura 3.** Imagens de AFM do aço 430 processado por ARB recozido no calorímetro: (a) deformada, (b) 390°C, (c) 420°C, (d) 470°C, (e) 630°C e (f) 730°C.

### 3.3 Tratamento Isotérmico

A avaliação da microestrutura após o tratamento isotérmico (Figura 4) revela uma morfologia completamente rearranjada, com uma estrutura celular dominante e paredes de células bem definidas, sem vestígio da estrutura lamelar ou fibrosa característica do aço severamente deformado. O segundo ciclo de aquecimento contínuo da amostra submetida ao ensaio isotérmico, diferentemente dos ensaios com aquecimento contínuo, não apresentou a presença do evento térmico conforme mostrado na Figura 2.

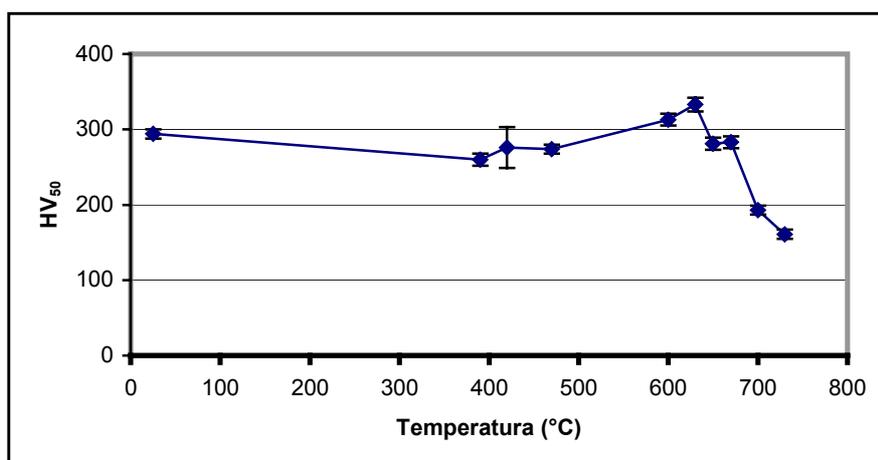


**Figura 4.** Imagem de microscopia de força atômica da amostra submetida a tratamento isotérmico a 420°C, por 60 minutos.

### 3.4 Dureza

Os resultados do ensaio de microdureza Vickers das amostras severamente deformada como recebida e após o aquecimento contínuo são apresentados na Figura 5. As microestruturas correspondentes aos ensaios podem ser acompanhadas na Figura 3, exceto para as amostras tratadas a 520°C e 600°C. Observa-se uma queda na dureza até a temperatura inferior a 420°C com relação à amostra de referência. Após o aquecimento contínuo, até a temperatura de 420°C, observa-se um aumento na dureza e no desvio padrão. Este aumento no desvio padrão está associado à ocorrência de uma microestrutura mista em transformação nos primeiros estágios da recristalização: presença de grãos extremamente finos e grãos deformados. No aquecimento contínuo até 630°C a dureza continua aumentando, mas com um desvio padrão menor. Com o prosseguimento do aquecimento há uma diminuição significativa da dureza até 730°C. Neste caso, o refinamento e o crescimento do sub-grão/grão durante o aquecimento contínuo pode ser citado como a principal razão para as variações no valor da dureza. A literatura cita, por exemplo, a possibilidade da relação de Hall-Petch aparecer invertida quando o tamanho de grão do material é extremamente pequeno, da ordem de 10nm, para cobre e níquel.<sup>(8)</sup>

Medidas quantitativas mostram um tamanho de grão da ordem de 250nm para a amostra aquecida até 630°C e um tamanho de grão de 2 μm para a amostra aquecida até 730°C (Figura 3 (e) e (f)). Considerando que a célula ou sub-grão tem baixa densidade de discordâncias em seu interior, após os primeiros estágios do processo, é seu tamanho e sua desorientação que determinam a resistência a deformação.<sup>(9,10)</sup> Isto sucede por duas razões. Primeiro, uma vez que dois grãos possuam orientações diferentes, uma discordância que passa de um grão para dentro de outro grão terá que mudar a direção de seu movimento; isso se torna mais difícil à medida que a diferença na orientação cristalográfica aumenta. Além disso, a desordem atômica no interior de uma região de contorno de grão irá resultar em uma descontinuidade nos planos de escorregamento de um grão para outro.



**Figura 5.** Resultado do ensaio de microdureza Vickers em função da temperatura com aquecimento contínuo. Primeira medida é a referência: amostra severamente deformada como recebida

#### 4 CONCLUSÃO

O aço inoxidável ferrítico 430 estabilizado ao nióbio severamente deformado por ARB, apresenta-se encruado na forma de fibras ou lamelas, não apresentando estrutura celular (sub-grãos).

Os resultados dos ensaios no DSC associados à microscopia de força atômica revelam um intenso processo de recristalização com início a 420°C, com formação de uma estrutura sub-micrométrica aproximadamente equiaxial bem definida.

Os resultados indicam que a energia liberada durante o recozimento com aquecimento contínuo está associada à formação da estrutura celular e grãos.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e à FAPEMIG pelo apoio financeiro e à ArcelorMittal Inox Brasil S.A. pelo fornecimento e laminação chapas de aço inoxidável. M.S.A. e J.M.C.V. agradecem a FAPEMIG a concessão de bolsa de Incentivo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Tecnológico.

#### REFERÊNCIAS

- 1 HUMPHREYS, F.J.; PRANGNELL, P.B.; PRIESTNER, R. Fine-grained alloys by thermomechanical processing, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v.5, p.15-21, 2001.
- 2 VALIEV, R.Z.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.* v. 45, pp.103-189, 2000.
- 3 KOCH, C.C. Ductility in Nanostructured and Ultra-Fine Grains Materials *J. Metastable of Non-Crystalline*, v.18, p. 9-15, 2003.
- 4 TSUJI, N.; SAITO, Y.; LEE, S.H.; MINAMINO, Y. ARB (Accumulative Roll-Bonding) and others new techniques to produce bulk ultrafine grained materials, *Advanced Engineering Materials*, v.5, p. 338-344, 2003.

- 5 SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAY, T.; HONG, R.G. Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, *Scripta Mater.*, v. 39, p. 1221-1227, 1998.
- 6 SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAY, T. Novel ultra-high straining process for bulk materials – development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, *Acta Mater.*, v. 47, p. 579-583, 1999.
- 7 CAHN, R.W.; HAASEN P. *Physical Metallurgy in Recovery and recrystallization*, third revised and enlarged edition, North-Holland Physics Publishing. 1983. Cap. 25, p. 1594 -1671.
- 8 CARLTON, C.E.; FERREIRA, P.J. What is behind the inverse Hall-Petch effect in nanocrystalline materials?, *Acta Mater.*, v. 55, p.3749-3756, 2007.
- 9 DRIVER, J.H. Stability of nanostructured metals and alloys, *Scripta Materialia*, v. 51, p. 819-823, 2004.
- 10 WILLIAM D.; CALLISTER, JR. Mecanismos de deformação e Aumento da Resistência. In: *Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais*, 2ª edição, LTC, 2006. cap. 8, p. 177-205.