

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DAS LIGAS Fe-25Cr-0,2Ti E Fe-25Cr-0,2Y*

Thácylla Jamille Mecnas de Jesus¹

Brendon Costa Barreto²

Michelle Cardinale Souza Silva Macedo³

Sandra Andreia Stewart de Araújo Souza⁴

Resumo

Neste estudo investigou-se a influência dos elementos ítrio e titânio sobre a microestrutura e propriedades mecânicas das ligas Fe-25Cr, Fe-25Cr-0,2Ti e Fe-25Cr-0,2Y em comparação com o aço inoxidável 430. Para isto, a caracterização microestrutural e mecânica das ligas foi realizada através das técnicas de Microscopia Óptica, Microscopia Eletrônica de Varredura, Difração de Raios-X, Espectroscopia de energia dispersiva, Fluorescência de Raios-X, Espectroscopia de emissão Óptica e Ensaio de Dureza Vickers. Os resultados mostraram que a baixa concentração dos elementos Ti e Y pouco influenciou no refino do grão. Além disso, as ligas produzidas neste estudo apresentaram dureza mais elevadas que a liga comercial (aço inox 430). No entanto, quando comparadas entre elas, percebe-se que a liga Fe-25Cr apresenta o maior valor.

Palavras-chave: Microestrutura; Propriedades mecânicas; Ligas ferrosas; Elementos de liga.

MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF Fe-25Cr-0,2Ti AND Fe-25-Cr-0,2Y ALLOYS

Abstract

In this study, the influence of the yttrium and titanium elements on the microstructure and mechanical properties of Fe-25 Cr, Fe-25 Cr-0.2 Ti and Fe-25 Cr-0,2 Y alloys compared with stainless steel 430 were investigated. the microstructural and mechanical characterization of the alloys was carried out through the techniques of Optical Microscopy, Scanning Electron Microscopy, X-ray Diffraction, Dispersive Energy Spectroscopy, X-ray Fluorescence, Optical Emission Spectroscopy and Vickers Hardness Testing. The results showed that the low concentration of the elements Ti and Y had little influence on grain refining. In addition, the alloys produced in this study presented higher hardness than the commercial alloy (430 stainless steel). However, when compared between them, it is noticed that the alloy Fe-25 Cr presents the highest value.

Keywords: Microstructure; Mechanical properties; Ferrous alloys; Elements of alloy.

¹ Engenheira de Produção, Pós-graduanda, Departamento de Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

² Graduando em Ciências e Engenharia de Materiais, Departamento de Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil

³ Professora adjunta, Departamento de Ciências e Engenharias de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

⁴ Professora adjunta, Departamento de Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, Sergipe, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Dentre as ligas ferrosas comerciais, os aços inoxidáveis certamente são um dos materiais que melhor apresentam desempenho em relação a resistência à corrosão. Essa propriedade é atribuída a camada do óxido, Cr_2O_3 , que se forma sobre a superfície do metal quando o Cr, elemento presente na liga em altas concentrações, reage com o oxigênio. Uma vez formado e mantido óxido de cromo, o metal fica protegido de alguns agentes corrosivos, pois este atua como uma barreira protetora por ser aderente e insolúvel em muitos ambientes agressivos. Além da elevada resistência à corrosão, os aços inoxidáveis possuem boas propriedades mecânicas e podem ser divididos em quatro grupos principais de acordo com a sua microestrutura: austenítico, ferrítico, martensítico e duplex [1, 2, 3].

Dentre os aços inoxidáveis a classe ferrítica merece destaque pois devido ao seu baixo preço tornou-se uma alternativa para substituir os aços inoxidáveis austeníticos que possuem alto valor no mercado, em virtude da presença de níquel em sua composição. Muito comum no meio comercial, o uso destes aços abrange diversas atividades tais como, indústrias de laticínios e automobilísticas, decorações arquitetônicas de interiores, caldeiras, peças de forno, utensílios domésticos, fabricação de tubos de radiadores, câmaras de combustão, entre outros [4].

Os constituintes básicos dos aços inox ferrítico é o ferro no seu estado alotrópico alfa (ferrita), cromo e traços de carbono que pode atingir valores máximos de 0,022%. A baixa concentração do carbono, quando comparada aos aços inox austeníticos, confere a esse material uma baixa resistência mecânica já que a quantidade de carbono afeta diretamente na estrutura. No entanto é importante destacar que outros elementos de liga e condições de fabricação, tais como: fundição, conformação mecânica e tratamentos complementares, como tratamentos térmicos e termoquímicos, também afetam, em maior ou menor grau, a microestrutura das ligas ferrosas, e em consequência suas propriedades [2].

Nesse contexto, a adição de novos elementos de liga deve ser investigada com o intuito de melhorar a resistência mecânica destes materiais e adicionalmente aumentar o desempenho dos mesmos em relação a corrosão por pite, forma de corrosão que afeta diretamente os aços inoxidáveis em geral. Entre os elementos de liga, o ítrio tem se destacado em vários estudos, pois segundo os autores a presença deste elemento aumentou a resistência mecânica de ligas, como por exemplo, ligas de magnésio, alumínio e níquel. Uma das explicações sugerida é que a presença do ítrio favorece a formação de uma nova fase ao longo do contorno de grão aumentando a resistência mecânica da liga. Contudo, vale ressaltar que a influência do ítrio em ligas ferrosas ainda é pouco explorada na literatura [5-8].

Outro elemento que merece destaque é o titânio, o qual já vêm sendo adicionado ao aço inoxidável como elemento estabilizador da fase ferrita, ou seja, favorece a formação da fase α com a diminuição da região de formação da fase γ (fase austenita). Além disso, a adição de titânio em aços inoxidáveis ferríticos favorece o refino do grão destes materiais. É importante lembrar que a presença do titânio contribui ainda para a formação de precipitados estáveis, que além de melhorar a tenacidade do material podem contribuir para aumentar a resistência mecânica através do processo de endurecimento por precipitação ou por solução sólida. Contudo, na literatura ainda é escasso estudos sobre a real influência deste elemento no aumento da dureza do aço inoxidável ferrítico [9 -11].

Desta forma, este trabalho visa caracterizar ligas Fe-25Cr com concentrações de titânio e ítrio a 0,2%, a fim de avaliar a influência destes elementos sobre a

microestrutura e propriedades mecânicas e compará-las com um aço inoxidável ferrítico comercializado (430).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As ligas Fe-25Cr, Fe-25Cr-0,2Y e Fe-25Cr-0,2Ti foram produzidas a partir de elementos com alto grau de pureza (Fe (99,98%), Cr (99,99%), Ti (99,81%) e Y (99,9%)) em um forno a arco com eletrodo não consumível de tungstênio sob atmosfera de argônio e cadinho de cobre refrigerado a água, e posteriormente laminadas a quente a 980°C obtendo-se assim placas com espessura final de 2 mm. As novas ligas foram também comparadas com o aço inoxidável ferrítico 430. Para confirmação de suas composições foi utilizado o espectrômetro de fluorescência de raios-X (FRX) modelo Bruker S8-Tiger, e para identificação da concentração de carbono, foi empregado o espectrômetro de emissão óptica Foundry Master Xpert da Oxford Instruments. Nessas análises as amostras foram cortadas com um diâmetro mínimo de 20 mm e lixadas com lixas de carbetto de silício de grana até 4000. As composições químicas são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Composições químicas (% em peso) das ligas identificadas por fluorescência de raios-X

Elementos	Aço inoxidável 430	Fe-25Cr	Fe-25Cr-0,2Y	Fe-25Cr-0,2Ti
Fe	82,67	75,32	74,96	74,60
Cr	15,88	24,55	24,76	24,30
C*	0,0698	0,1720	0,0793	0,0560
Ti	-	-	-	0,2
Y	-	-	0,19	-
Si	0,46	-	-	0,90**
Mn	0,44	-	-	-
Cu	0,19	-	-	-
Al	0,14	0,13	0,08	-
Ni	0,13	-	-	-
V	0,09	-	-	-
Mo	93 ppm	-	-	-

* Concentração identificada por espectroscopia de emissão óptica.

**Resultado não conclusivo (o resultado por espectroscopia de emissão óptica foi bem inferior a este valor (0.0172)).

Na preparação metalográfica, as ligas e o aço inoxidável 430 foram cortados, embutidos em resina de cura a frio e lixados com lixas de carbetto de silício de grana até 1.200, sendo em seguida limpos em banho de ultrassom e polidos em panos com abrasivo de suspensão de diamante de 6,0 µm e 3,0 µm lubrificadas com álcool etílico e alumina de 1µm. Para a revelação microestrutural foi aplicado o reagente químico conhecido como água régia (75% de HCl e 25% de HNO₃).

O Microscópio Eletrônico de Varredura JOEL, modelo JSM-5700, foi utilizado na obtenção de mapas de distribuição dos elementos e para a análise por energia dispersiva (EDS) em ligas sem ataque químico.

Foram também obtidos os difratogramas de raios-X em todas ligas, lixadas com lixas de carbetto de silício de grana até 1.200 expostas a radiação Cu – K α com tensão de 40 kV, corrente de 30 mA e taxa de varredura de 1,2 θ /min com variação de 2 θ de 20° a 100° utilizando o equipamento Shimadzu Labx XRD – 6000.

Por fim, o comportamento mecânico das novas ligas e do aço inoxidável 430 foi avaliado por meio do ensaio de Dureza Vickers utilizando um equipamento da

Future-Tech modelo FV-700. Para isso, os materiais foram lixados com lixas de carbeto de silício de grana até 1200, e em seguida foram submetidos à aplicação de carga de 1 kgf utilizando um penetrador de diamante em formato piramidal com tempo de impressão de 15 s. O valor apresentado para cada amostra nesse estudo corresponde à média de cinco impressões de dureza.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural

As micrografias do aço inoxidável ferrítico 430 e das ligas Fe-25Cr, Fe-25Cr-0,2Y e Fe-25Cr-0,2T são apresentadas na Figura 1. Através da Fig.1a, nota-se que o aço inoxidável 430 possui uma microestrutura com grãos refinados e equiaxiais com tamanho variando entre 10 e 25 μm , como mostra a Fig.1b com maior aumento. Observa-se na literatura que o aço inox 430 é comercializado na forma recozida. Esse tratamento possui diversos objetivos e é aplicado a fim de eliminar os efeitos do tratamento mecânico (laminação) realizado anteriormente, além de ajustar o tamanho de grão [2].

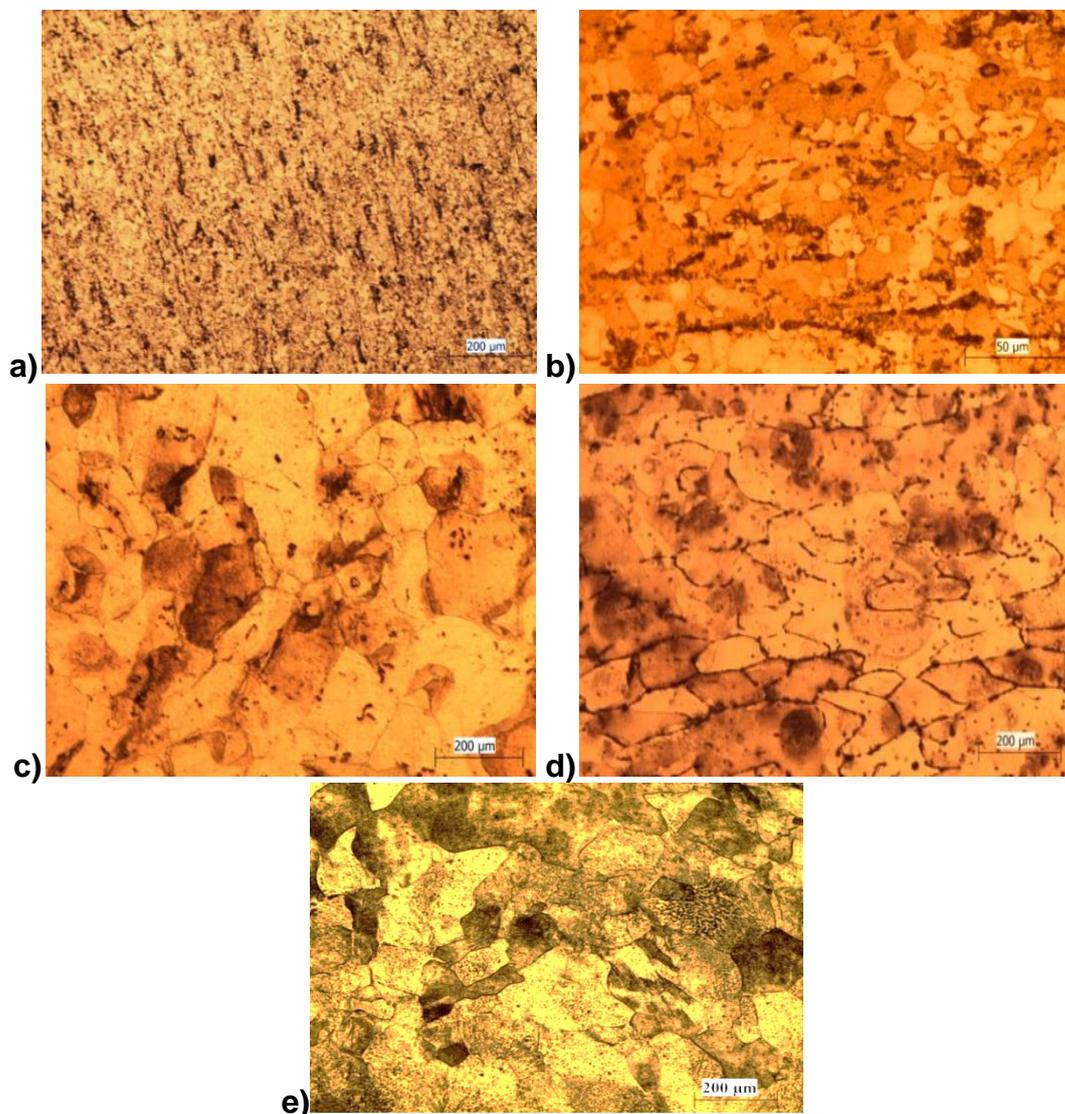


Figura 1. Micrografias do aço inoxidável 430 (a-b) e das ligas Fe-25Cr (c), Fe-25Cr-0,2Y (d) e Fe-25Cr-0,2Ti (e) com aumento de 100x, exceto para Fig.1b que apresenta aumento de 500x.

Considerando as novas ligas produzidas, observa-se que a liga Fe-25Cr laminada a quente a 980°C possui uma microestrutura de grãos grosseiros com tamanho de 50 a 250 μm , como pode ser observado na Fig.1c. Ao adicionar 0,2% de ítrio (Fig.1d) foi verificada uma pequena redução no tamanho médio dos grãos. Segundo Li et. al. [5], o ítrio possui grande facilidade de formar compostos com outros elementos, como o fósforo e o enxofre, atuando como uma barreira para o crescimento dos grãos. Na liga Fe-25Cr-0,2Ti (Fig.1e), essa redução no tamanho dos grãos é menos perceptível, embora seja conhecido que o titânio atua como refinador de grão em aços inoxidáveis ferríticos. Mallaiah et. al., 2014, estudaram a influência deste elemento nas propriedades mecânicas, tensões residuais e o comportamento corrosivo em soldas de aço inoxidável ferrítico 430 e confirmaram que a adição de pequenas quantidades de titânio atenuou o crescimento dos grãos. Isso foi atribuído à formação de precipitados finos como, o carboneto de titânio, que são eficazes na promoção de grãos equiaxiais e no refinamento do tamanho de grão [9]. Isso leva a crer que os resultados pouco expressivos em relação ao refino dos grãos devem-se às baixas concentrações desses elementos.

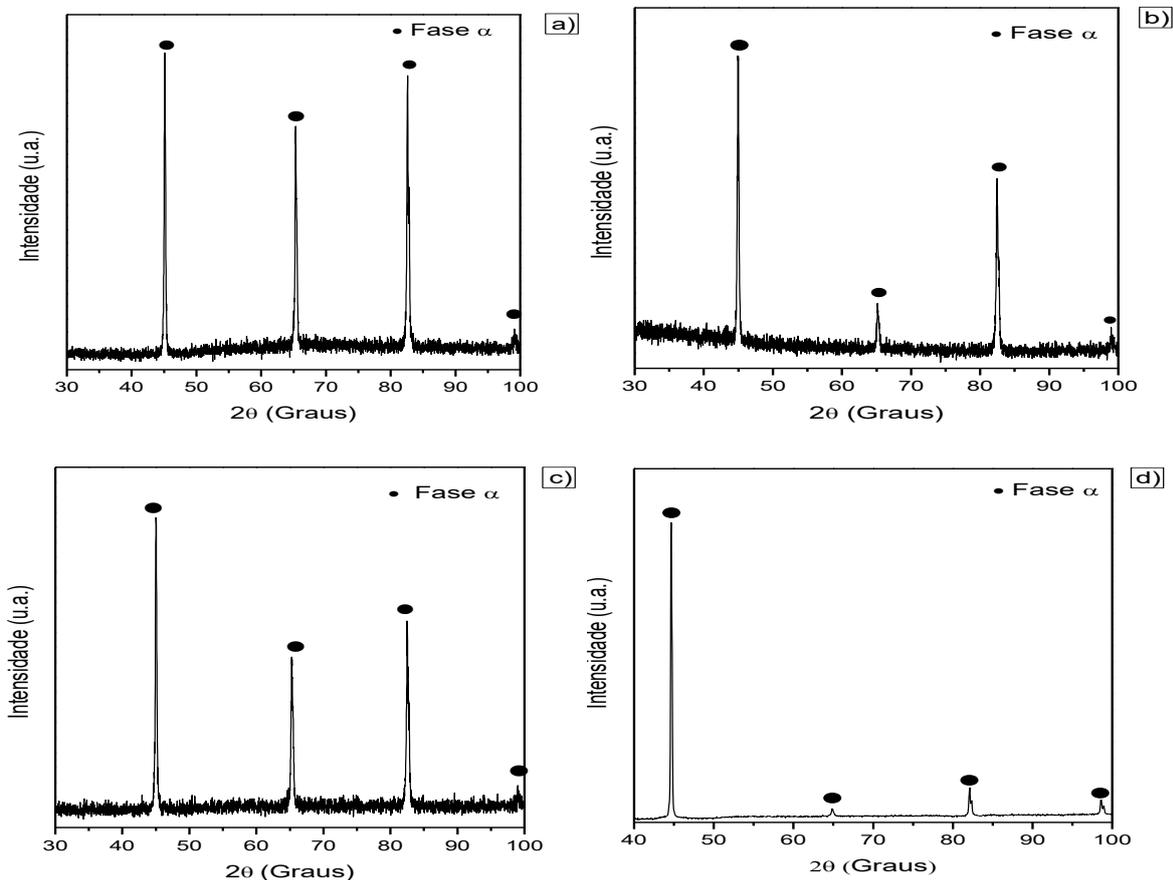


Figura 2. Difratogramas de raios X do aço inoxidável 430 (a) e das ligas Fe-25Cr (b); Fe-25Cr-0,2Y (c); Fe-25Cr-0,2Ti (d).

Os Difratogramas de raios X de todas as amostras foram também obtidos para um melhor entendimento das microestruturas. Na Figura 2 verificam-se apenas os picos característicos da fase ferrita, a qual possui estrutura do tipo CCC, e isso pode ser explicado pela presença do alto teor de cromo que atua como estabilizante dessa fase, diminuindo a região de formação da fase γ (fase austenita).

Para verificar se houve formação de segunda fase nas amostras com adições de ítrio e de titânio, foram obtidos os mapas de distribuição dos elementos e realizadas análises por espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Elementos como carbono e oxigênio também foram mapeados devido a alta afinidade com os mesmos. A Figura 3 mostra a imagem de elétrons secundários e os mapas de distribuição dos elementos para a liga com adição de ítrio, onde é possível observar pequenas regiões escuras indicando a presença de precipitados ricos em ítrio. As análises pontuais por EDS nas regiões escuras (pontos 1 e 3) e na matriz (pontos 2 e 4), Tabela 2, mostram que as concentrações de C e O são mais altas nessas regiões, o que leva a uma possível formação de carbonato de ítrio.

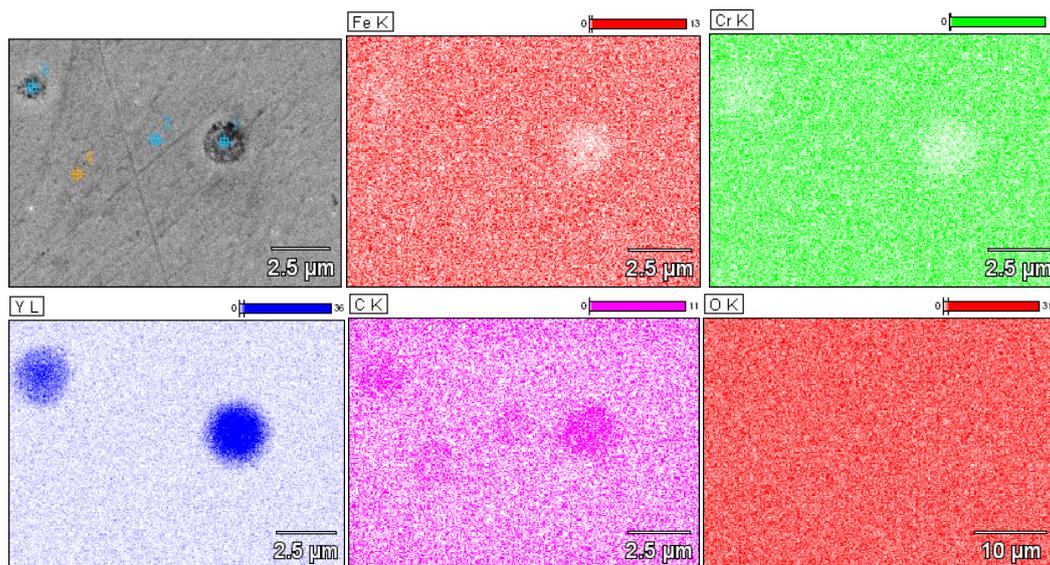


Figura 3. Imagem de elétrons secundários da liga Fe-25Cr-0,2Y e seus respectivos mapas de distribuição para cada elemento.

Tabela 2. Composições obtidas por EDS da liga Fe-25Cr-0,2Y (% em peso). Os pontos 1 e 3 são correspondentes às regiões escuras e os pontos 2 e 4 à matriz ferrítica

Ponto	Fe	Cr	Y	C	O
1	38,15	7,50	41,65	3,87	8,83
2	77,05	22,18	0,00	0,75	0,02
3	56,54	12,76	22,76	2,37	5,57
4	76,71	22,29	0,00	0,71	0,29

Na liga Fe-25Cr-0,2Ti foi também verificada regiões escuras em quantidade extremamente reduzida com alta concentração de Ti em relação à matriz, como mostra o mapa de distribuição desse elemento (Figura 4), e a análise por EDS nos pontos 2 e 4 (Tabela 3). Estas regiões possuem maiores teores de C e O, de modo semelhante à liga com adição de ítrio, o que indica a presença de carbonatos de titânio.

Os resultados apresentados da análise por EDS na matriz ferrítica em ambas as ligas, mostram que a concentração de ítrio foi abaixo do detectável (Tabela 2), e que para o titânio houve uma solubilização com o solvente (Tabela 3). Na literatura, é conhecida que a solubilidade máxima do titânio na ferrita é apenas de 0,15% em peso a 400°C [12,13]. Para o ítrio, esse valor não foi identificado, mas sua diferença de raio atômico (1,78 Å) em relação ao Fe (1,24 Å) é grande, e bem superior à

diferença encontrada entre o solvente e o titânio que possui raio atômico de 1,44 Å. Isso leva a crer que a solubilidade do Y na ferrita é inferior ao do Ti para a mesma estrutura cristalina [12,13]. Portanto, as composições determinadas por EDS, embora qualitativas, corroboram com o exposto acima.

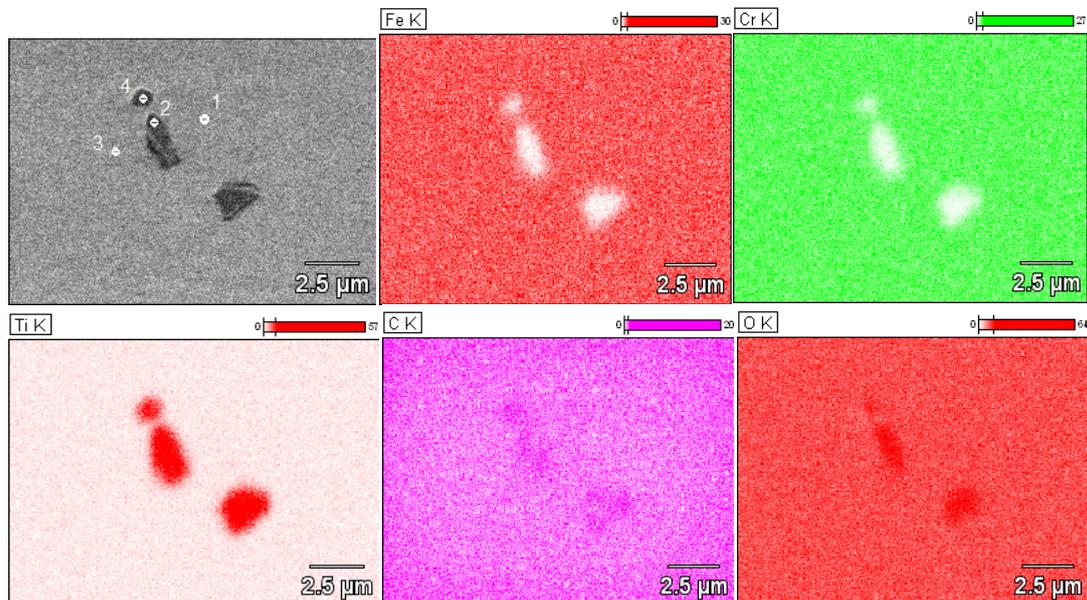


Figura 4. Imagem de elétrons secundários da liga Fe-25Cr-0,2Ti e seus respectivos mapas de distribuição para cada elemento.

Tabela 3. Composições obtidas por EDS da liga Fe-25Cr-0,2Ti (% em peso). Os pontos 1 e 3 são correspondentes à matriz ferrítica e os pontos 2 e 4 às regiões escuras

Ponto	Fe	Cr	Ti	C	O
1	74,72	22,40	0,35	2,53	0,00
2	55,64	15,58	21,43	3,05	4,30
3	74,68	22,45	0,30	2,57	0,00
4	58,11	16,51	19,28	3,16	2,94

3.2 Caracterização Mecânica

A avaliação mecânica desses materiais foi realizada através do ensaio de Dureza Vickers (HV). Na Figura 5, é possível observar que dentre os materiais estudados, o aço inoxidável 430 apresentou o menor valor de dureza, ($156,8 \pm 9,4$) HV, o que deve estar relacionado ao seu baixo teor de carbono (0,0698 %), Tabela 1, visto que átomos intersticiais possuem altos campos de deformação ao seu redor que interagem com as discordâncias, promovendo, dessa forma, o aumento da resistência mecânica [14]. Para tais aços a solubilidade máxima é normalmente de 0,12 % de C. Além disso, este material apresenta-se na condição recozida, tratamento térmico que tem como um dos objetivos diminuir a dureza para melhorar sua usinabilidade, e aliviar as tensões decorrentes da laminação. Vale também ressaltar que a concentração de Cr é de 15,88%, valor bastante inferior ao apresentado pelas ligas produzidas, cujas concentrações são acima de 24% (Tabela 1), o que permite que estas tenham um endurecimento adicional da ferrita por solução sólida [15] sendo este fator, de certo modo, mais preponderante do que o efeito do carbono. O valor obtido nesse estudo é também coerente com os valores observados na literatura, onde o máximo alcançado é de 180 HV [2].

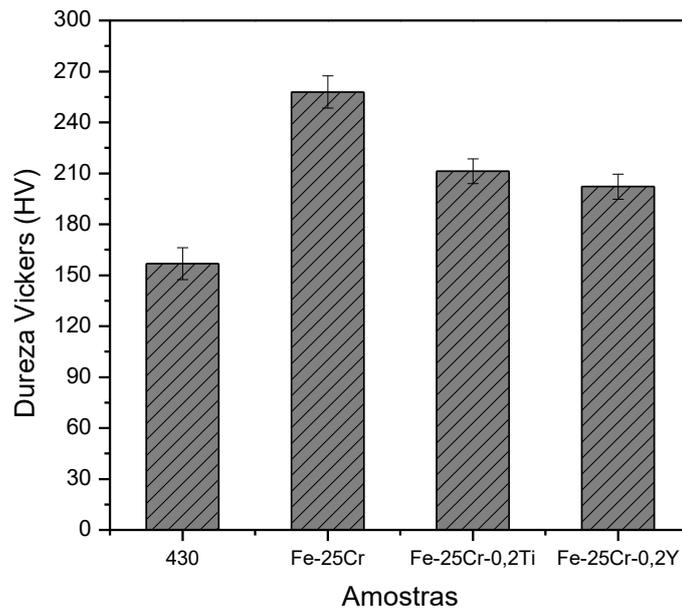


Figura 5. Valores de dureza das amostras estudadas.

Para a liga Fe-25Cr na condição laminada a quente foi observado o maior valor de dureza dentre todas as amostras, $(257,9 \pm 9,5)$ HV (Fig.5). Este fato está de acordo com o percentual de carbono de 0,1720%, o mais alto apresentado nesse estudo (Tabela 1). Considerando a liga contendo 0,2% de Ti, observa-se uma queda no valor de dureza $(211,3 \pm 7,3)$ HV que seria decorrente da menor quantidade de C (0,0560%). A concentração de Cr, por sua vez, é muito semelhante à liga anterior (Tabela 1) e o titânio presente tende a formar compostos com C e O como verificado na Tabela 4. Esses compostos reduzem a concentração de intersticiais na matriz. Contudo, é improvável que esse fato tenha alguma influência significativa na redução da dureza do material já que sua quantidade é extremamente baixa.

A liga com adição de ítrio a 0,2% apresentou uma leve tendência de queda na dureza em relação à liga com 0,2% de Ti, cujo valor foi de $(202,2 \pm 7,4)$ HV, embora a quantidade de carbono tenha sido um pouco mais elevada (0,07930%), como verificado na Tabela 1. O ítrio também exibiu a mesma propensão à formação de compostos com C e O (Tabela 3), não facilmente notados na microestrutura, de modo semelhante ao observado na liga contendo 0,2% de Ti. Como discutido anteriormente, a solubilidade do Y na ferrita é inferior ao do Ti. Desse modo, a pequena redução na dureza pode ser vista como uma participação nula ou menor do ítrio em relação ao Ti no endurecimento por solução sólida da ferrita.

4 CONCLUSÃO

Neste estudo, os resultados obtidos conduziram as seguintes conclusões:

- A adição de 0,2% de Ti na liga Fe-25Cr foi menos eficaz para o refino de grão do que a adição de 0,2% de Y, embora ambas tenham apresentado reduções pouco expressivas, as quais foram atribuídas às baixas concentrações desses elementos;
- As adições de Y e Ti promoveram a formação de compostos sugeridos como carbonatos que não influenciaram na dureza das ligas, provavelmente pela baixa quantidade;

- As novas ligas produzidas apresentaram maiores valores de dureza em relação ao aço inoxidável 430 devido às concentrações mais elevadas de Cr. Entre as novas ligas, o valor mais alto foi encontrado na liga Fe-25Cr, que apresentou maior teor de carbono.

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Processamento Termomecânico do DMM-PEMM/COPPE da Universidade Federal do Rio Janeiro pela contribuição na realizando da etapa de laminação e a Fundação de Apoio à Pesquisa e à inovação Tecnológica do Estado de Sergipe – Fapitec pela concessão da bolsa de estudo.

REFERÊNCIAS

- 1 ArcelorMittal inox Brasil. Aços Inoxidáveis: aplicações e especificações. São Paulo: Arcelor Mittal; 2008 [Citado 29 abril 2019]. Disponível em: <http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf>.
- 2 Chiaverini V. Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7ªed. São Paulo: ABM; 2008.
- 3 DAVIS JR. Alloy Digest Sourcebook: Stainless Steels. 1ª ed. Ohio: ASM International; 2000.
- 4 International Stainless Steel Forum. A solução Ferrítica: Propriedades, vantagens e aplicações. Bruxelas: ISSF; 2007 [Citado 29 abr 2019]. Disponível em: http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image/files/PDF/ISSF_The_Ferritic_Solution_Portuguese.pdf.
- 5 Li XL, He SM, Zhou, XT, Zou Y, Li ZJ, Li AG, et al. Effects of rare earth yttrium on microstructure and properties of Ni-16Mo-7Cr-4Fe nickel-base super alloy. *Materials Characterization*. 2014; 95: 171-179.
- 6 Huy, Zhang C, Meng W, Pan F, Zhou J. Microstructure, mechanical and corrosion properties of Mg-4Al-2Sn-xY-0,4Mn alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017; 727: 491-500.
- 7 Wang MF, Xiao DH, Zhou PF, Liu WS, Ma YZ, Sun BR. Effects of rare Earth yttrium on microstructure and properties of Mg-Al-Zn alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018; 742: 232-239.
- 8 Li Q, Li B, Li J, Zhu Y, Xia T. Effect of yttrium addition on the microstructures and mechanical properties of hypereutectic Al-20Si alloy. *Materials Science & Engineering A*. 2018; 722: 47-57.
- 9 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 Materials Science*. 2014; 2: 1740-1751.
- 10 CAVAZOS, JL. "Characterization of precipitates formed in a ferritic stainless steel stabilized with Zr and Ti additions", *Materials Characterization* v.56, pp. 96-101, 2006.
- 11 Silva ALVC, Mei PR. Aços e ligas especiais. 3ª ed. São Paulo: Editora Blucher; 2010.
- 12 Calculation of Phase Diagrams using the CALPHAD Method. Site Map Computational Thermodynamics. Trans [internet]; 2011 [citado 20 Mai 2019]; 34: 573-580. Disponível em: <http://www.calphad.com/iron-titanium.html>.
- 13 Von Goldbeck OK. Iron – Binary Phase Diagrams. 1. ed. Spring-Verlag; 1982. Fe-Y, Iron-yttrium; p. 168-170.

- 14 Batista GZ, Souza LFG, Bott IS, Rios PR. Avaliação da microestrutura e de tubo API 5L X80 submetido a curvamento por indução. Revista Tecnologia em Metalurgia e Materiais, ABM (Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais). 2007; 3: 16-22.
- 15 Aguiar WM. Soldagem do aço ABNT 4140 sem tratamento térmico posterior. [dissertação]. Ceará: Universidade Federal do Ceará; 2001.