

DESNITRETAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO EM AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS¹

Nilton José Lucinda de Oliveira²

Mário Lúcio Talarico³

Margareth Spangler Andrade⁴

Resumo

Foi objetivo deste trabalho investigar os mecanismos de amaciamento (recuperação e recristalização da ferrita e da austenita) durante e após a deformação a quente de um aço ABNT 430. Corpos de prova de torção foram usinados a partir de chapas laminadas a quente, aquecidos até 1200°C em um sistema de indução protegidos contra a oxidação por um fluxo de argônio e submetidos a vários ciclos de simulação de laminação a quente. Aços inoxidáveis ferríticos são duplex em altas temperaturas, apresentando uma mistura de ferrita e austenita. Com o resfriamento, a austenita se transforma em martensita e a ferrita permanece inalterada. Imagens das microestruturas das amostras foram obtidas em um microscópio ótico com luz polarizada após ataque colorante. Foi observada a ocorrência de desnitreção que causou a diminuição da fração volumétrica de austenita. Nestas regiões desnitreçadas, com microestrutura predominantemente ferrítica, constatou-se que a ferrita recristalizou-se com maior facilidade. Diferentes misturas de gases foram testadas na câmara de torção e a melhor mistura para evitar a desnitreção/nitreção foi composta de 15% de nitrogênio e 85% de argônio. Após estabelecida a nova metodologia, foram realizados ensaios de torção a quente com aplicação de deformações em resfriamento contínuo e simulações em diferentes temperaturas. Os resultados apresentados mostram a complexidade dos mecanismos de amaciamento deste aço na laminação a quente, causada principalmente pela coexistência das fases ferrita e austenita durante o processo. Foi constatada significativa recristalização da ferrita para deformações realizadas nas temperaturas de 900 e 950°C.

Palavras-chave: Desnitreção; Ensaios de torção; Aços inoxidáveis ferríticos; Simulação de laminação a quente.

DENITRIDING AND RECRYSTALLIZATION IN FERRITIC STAINLESS STEEL

Abstract

The purpose of this paper was to investigate how austenite and ferrite soften in a AISI 430 stainless steel during and after hot deformation. Torsion specimens were machined from hot rolled plates and heated up to 1200°C in an induction system, protected from oxidation by a flow of argon and submitted to various hot rolling steps simulation. Ferritic stainless steels are duplex at high temperatures, showing a mixture of austenite and ferrite. On cooling the austenite phase transforms to martensite and the ferrite remains unmodified. Optical microstructures images were acquired using an optical microscope equipped with polarized light after color etching. Denitriding was observed and caused the reduction of the volumetric fraction of austenite which leads to easier recrystallization in the region with microstructure predominantly ferritic. Different mixtures of gases in the torsion chamber were tested and the best mixture found to prevent denitriding/nitriding was composed of 15% of nitrogen and 85% of argon. Interrupted deformation torsion tests were performed during continuous cooling to access how the stress-strain curves changed as deformations were applied at decreasing temperatures and hot rolling simulations were carried out in different temperatures. The results show the complexity of softening mechanisms operating during hot rolling of the ferritic stainless steel caused by the interaction between austenite and ferrite phases. For deformations at 900 and 950°C, recrystallized grains of ferrite were observed.

Key words: Denitriding; Torsion test; Ferritic stainless steels; Hot rolling simulation.

¹ *Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

² *Eng., M.Sc., Especialista Visitante, CNPq/CETEC.*

³ *Membro da ABM, Físico, M.Sc., Pesquisador, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais – CETEC.*

⁴ *Membro da ABM, Físico, Dr., Pesquisador, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais – CETEC.*

INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos são usados em aplicações que necessitam de operações de embutimento e repuxamento, tais como pias de cozinha, cubas, mesas de fogões e baixelas. Contudo, a utilização destes aços na fabricação destes produtos é severamente limitada pelo fenômeno de estriamento (*ridging*), que ocorre durante as operações de conformação.

Vários modelos têm sido propostos para explicar a formação das estrias, relacionando sua ocorrência com a presença de uma forte textura no produto final. Cunha,⁽¹⁾ Silva⁽²⁾ e Brochu⁽³⁾ fizeram uma revisão dos principais mecanismos propostos para a interpretação do fenômeno, os quais, na sua maioria, sugerem a existência de colônias ou de bandas de grãos com comportamento plástico diferente.

Esta distribuição em bandas de diferentes texturas cristalográficas resultaria da substituição de grandes grãos alongados presentes na bobina laminada a quente por colônias de pequenos grãos com orientações similares após o recozimento final.⁽⁴⁾ Estas bandas, apresentando forte textura cristalográfica após recozimento, são geradas pelos mecanismos de deformação e de amaciamento que ocorrem ao longo de todo o processamento dos aços inoxidáveis ferríticos, desde o lingotamento até seu estado final.

Na laminação a quente, o amaciamento acontece principalmente por recuperação dinâmica, que implica na aniquilação e rearranjo contínuo de deslocamentos, simultaneamente à criação de deslocamentos necessários para o prosseguimento da deformação. Os grãos deformados se alongam, produzindo um arranjo de deslocamentos, que resulta na formação de subgrãos no seu interior. O crescimento dos subgrãos dá origem a novos cristais dentro dos grãos deformados, os quais têm orientações cristalinas freqüentemente muito próximas da orientação dos grãos originais antes da deformação.

Com o objetivo estudar os mecanismos de recuperação e recristalização do aço inoxidável AISI 430, durante a laminação a quente, foram realizadas simulações de laminação utilizando ensaios de torção.⁽⁵⁾ Foram utilizadas diferentes misturas de gases na câmara de torção visando evitar desnitreção durante os ensaios.

MATERIAIS E MÉTODOS

A simulação de laminação por ensaios de torção é técnica adequada para se estudar a laminação a quente, uma vez que permite reproduzir processos de pré-aquecimento, esquemas de deformação e taxas de resfriamento próximos aos do processamento industrial. Permite ainda que se produzam amostras com microestruturas semelhantes às obtidas pela laminação industrial.

Os corpos de prova de torção (CPTs), com 15mm de comprimento útil e 7mm de diâmetro, foram usinados a partir de amostras de chapas de 28 mm de espessura, após o desbaste no laminador de tiras a quente da ACESITA.

Os ensaios de torção foram realizados em um equipamento de ensaios mecânicos INSTRON 1125, equipado com módulo de torção e célula de torque com capacidade de até 2000 kgf.cm. Uma bobina de indução ligada a uma fonte com controlador programável é acoplada ao redor da amostra de maneira que várias taxas de resfriamento ou aquecimento podem ser aplicadas. A amostra é protegida contra oxidação excessiva através da circulação de argônio. A variação da taxa de

resfriamento é possível, no CETEC, com o sistema de indução e utilizando-se diferentes vazões de argônio ou CO₂ na câmara de torção.

Para os primeiros ensaios de torção, visando o estudo da cinética de recristalização, os corpos de prova de torção foram aquecidos a 2°C/s, até 1150°C, a 1°C/min de 1150°C até 1200°C, simulando as condições de reaquecimento da placa antes da laminação a quente. Os CPTs foram, então, resfriados a uma taxa de 1°C/s até a temperatura de até 1150°C, tempo de permanência de 5 min, sendo aplicada uma pré-deformação de 0,3 seguida de resfriamento, com a mesma taxa, até 1100°C. Nesta temperatura, após permanência de 5 min, foi realizado outro ensaio com deformação de 0,8 e taxa de deformação de 0,1s⁻¹, com tempos de permanência na temperatura de deformação de 3, 10, 20, 55 e 85s, seguidos de resfriamento rápido com alta vazão de CO₂.

Para a análise metalográfica, os CPTs foram cortados com discos abrasivos, sendo todo o comprimento útil de 15mm embutido e o lixamento e polimento foram realizados a partir da superfície, em seção longitudinal ao eixo do CPT, até 0,1mm de profundidade, obtendo-se a largura da seção de aproximadamente 2mm. Este procedimento foi adotado para que as observações e quantificações fossem feitas o mais próximo possível da superfície do CPT, já que as deformações foram calculadas para a periferia do comprimento útil do CPT. Foram utilizadas lixas de 320, 400 e 600 mesh e polimento por 5min em panos com pasta de diamante de 9µm e 3µm. A última etapa da preparação foi o polimento em solução de sílica coloidal de granulometria de 0,04 µm, por 1min. A seguir, foi feita a despassivação da superfície polida com a aplicação de algodão umedecido com uma solução de 100ml de água destilada, 2ml de ácido acético e 2 gotas de alumina coloidal. O ataque foi feito a 75°C, por 1min e 45s, em uma solução de 110ml de H₂O, 12ml de H₂SO₄, 4ml de HF e 5 gotas de HNO₃. A análise metalográfica foi feita em microscópio ótico com luz polarizada, sendo obtidas imagens coloridas nas quais grãos com a mesma tonalidade de cor correspondem a orientações cristalográficas próximas.

Após análise metalográfica das primeiras simulações, foi constatada a ocorrência de desnitreção nos corpos de prova de torção, causando diminuição na fração volumétrica de austenita nas temperaturas de ensaios utilizadas. Para a solução do problema da desnitreção, foram testadas as seguintes modificações: Aumento da taxa de aquecimento para 2°C/s, diminuição dos tempos dos patamares, uso de sílica gel para diminuir a umidade e mistura de nitrogênio e argônio na atmosfera protetora da câmara de torção. As medidas contribuíram para a solução do problema, menos o uso da sílica gel. Foi montado um sistema de mistura dos gases antes do rotâmetro e testadas vários teores de nitrogênio. A porcentagem ideal de nitrogênio foi de 15%, já que para valores maiores ocorreu a nitreção, causando aumento da quantidade de austenita e, conseqüentemente, o aumento da quantidade de martensita.

Ficou, então, estabelecida a seguinte metodologia para a continuação dos ensaios: aquecimento a 2°C/s, até 1200°C, tempo de permanência de 2 minutos, resfriamento a uma taxa de 1°C/s até a temperatura de até 1150 °C, aplicação de pré-deformação de 0,3, sem tempo de permanência, seguida de resfriamento com a mesma taxa, até a temperatura do ensaio. Nesta temperatura, após permanência de 2min, foi aplicada a deformação programada e, após diferentes tempos de espera foi realizado resfriamento rápido com a utilização de CO₂. A atmosfera protetora utilizada foi sempre uma mistura de argônio com 15% de nitrogênio.

Foram realizados ensaios de torção a quente com aplicação de deformações em resfriamento contínuo, do tipo utilizado na determinação da temperatura de não-recristalização dos aços de alta resistência e baixa liga microligados ao nióbio(6-8). O objetivo foi estabelecer se existem faixas de temperaturas claramente delimitadas entre as regiões de amaciamento (recristalização e/ou recuperação) entre passes, amaciamento parcial entre passes e de não amaciamento. Os corpos de prova de torção dos dois aços foram aquecidos, a 2°C/s, até 1200°C, tempo de permanência de 2 minutos, seguido de resfriamento, a 1°C/s, aplicando-se passes de deformação de, 0,2 cada, sendo a primeira deformação aplicada a 1170°C e as demais a intervalos de 30°C, até a última a 660°C.

Foram realizados ensaios nas temperaturas de 900, 950, 1100, 1150°C, com deformação de 0,8 e taxa de deformação de 0,1s⁻¹.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta as imagens de microscopia ótica obtidas, após ataque colorante e uso de luz polarizada, do comprimento total do CPT. Os ensaios correspondentes foram realizados utilizando argônio como atmosfera protetora, deformação de 0,8 a 1100°C e resfriamento até a temperatura ambiente, após tempos de espera de 3, 10, 20, 55 e 85 s.

Nesta figura, pode ser observada a ocorrência de desnitretação nos CPTs, causando a diminuição da fração volumétrica de austenita em alta temperatura e, conseqüentemente, a diminuição da quantidade de martensita nas microestruturas. Nota-se, também, que ocorreu maior quantidade de recristalização na região desnitretada com microestrutura predominantemente ferrítica, para tempos de permanência após a deformação superiores a 10s.

Entretanto, ocorreu também crescimento do grão ferrítico. Os grãos recuperados e recristalizados podem ser distinguidos pela presença ou ausência de subestrutura, respectivamente, assim como pelas diferenças de cor. A desnitretação variou ao longo do comprimento do corpo de prova, mas não foi observada nenhuma relação entre o tempo de espera e a desnitretação.

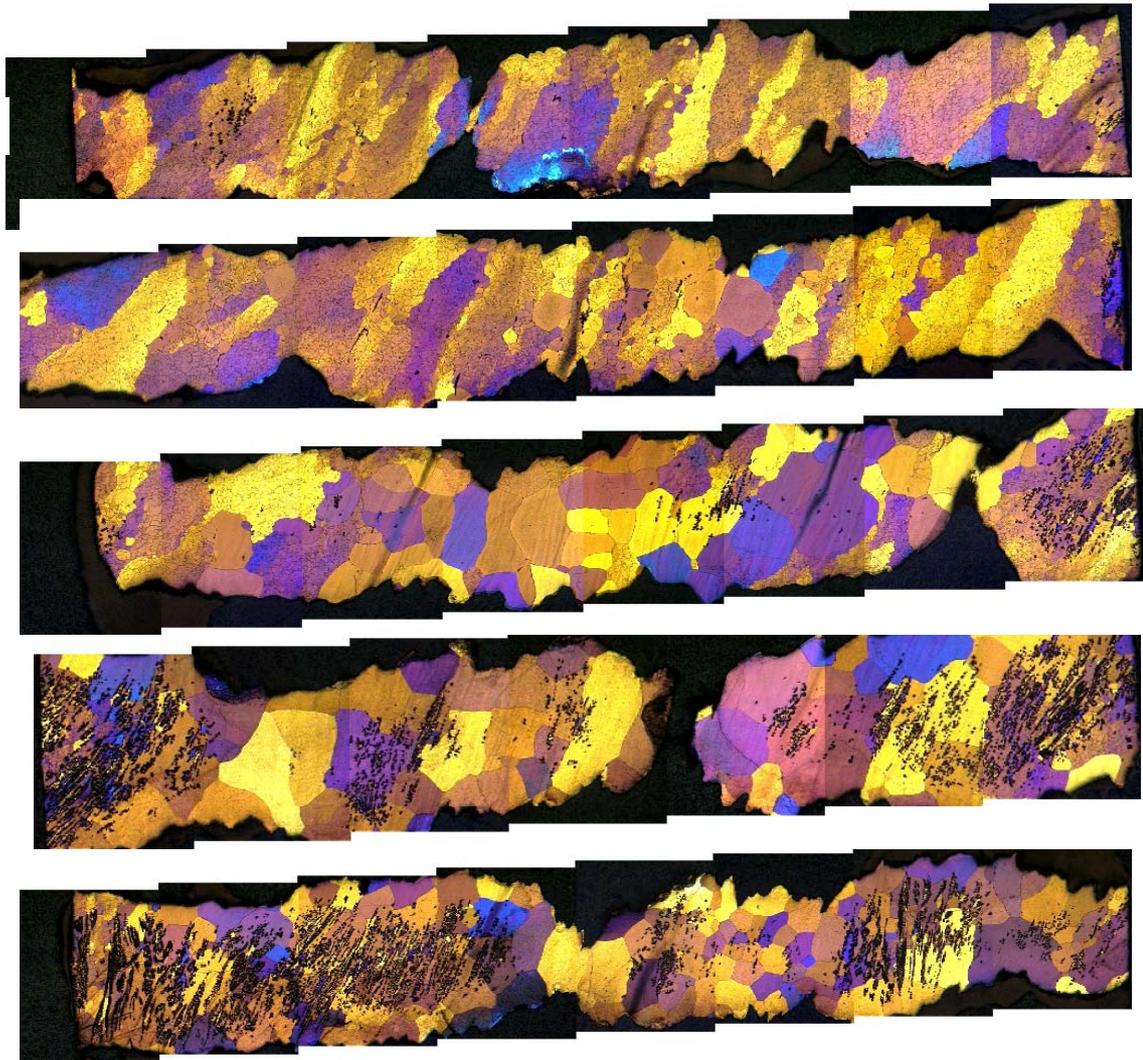
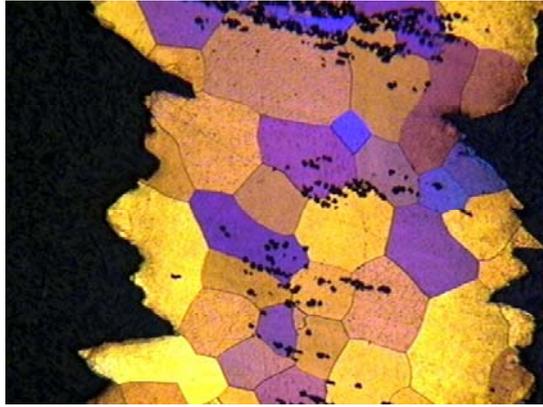
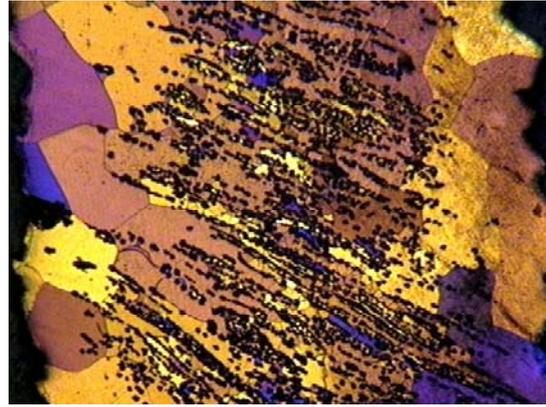


Figura 1 - Imagens de microscopia ótica de CPTs. Aquecimento a 2°C/s , até 1150°C , a 1°C/min de 1150°C até 1200°C , deformação de 0,8 a 1100°C , com tempos de permanência de 3 a 85s. Ataque colorante e uso de luz polarizada.

A Figura 2 mostra detalhes, com maior ampliação, de regiões desnitretada e normal do corpo de prova mostrado na Figura 1, com tempo de permanência de 85s. Está evidenciada a recristalização na região desnitretada, com variação das cores que indica diferença de orientação entre os grãos de ferrita. Já a região normal, com maior quantidade de martensita, resultante de maior fração volumétrica de austenita em alta temperatura, apresenta pequenas variações de cor que são conseqüências da pequena desorientação entre os grãos.



Região desnitretada



Região normal

1mm

Figura 2 - Imagens de microscopia óptica, para a deformação de 0,8 e tempo de 85s após a deformação. Ataque colorante e uso de luz polarizada.

A Figura 3 apresenta as imagens de microscopia óptica de todo o comprimento dos corpos de prova, após ensaios realizados com deformação de 0,8 a 1100°C, tempo de permanência de 55s e utilizando-se diferentes misturas de argônio e nitrogênio como atmosferas protetoras. Nota-se, nesta figura, que para as misturas com 20 e 25% de nitrogênio ocorreu aumento na quantidade de martensita (fase escura), que é consequência do aumento da fração volumétrica de austenita na temperatura do ensaio causada pela nitretação do corpo de prova. A nitretação é evidenciada pela camada contínua de martensita nas superfícies dos corpos de prova. Já para 15% de nitrogênio, pode ser observado que não existe camada de martensita (que seria consequência da nitretação) na superfície do corpo de prova nem camada de ferrita (que evidenciaria a desnitretação). A mistura de argônio e 15% de nitrogênio foi então utilizada como atmosfera protetora do corpo de prova nos demais ensaios de torção realizados.

A Figura 4a mostra as curvas de tensão equivalente em função da deformação para o ciclo com aplicação de deformações em resfriamento contínuo e a figura 4b o gráfico de tensão equivalente média em função do inverso da temperatura absoluta, para os mesmos ciclos da figura 4a. Pelas mudanças na inclinação das retas do gráfico de tensão equivalente média em função do inverso da temperatura absoluta observa-se que ocorreu amaciamento significativo até o sexto passe de deformação. A partir do décimo primeiro passe, começa a ocorrer um acúmulo de encruamento de um passe para o seguinte, indicando a diminuição da capacidade de amaciamento do aço. Existe, também, uma região de transição entre os passes 7 e 10.

Propõe-se que o mecanismo de amaciamento para o aço 430, que é duplex nas temperaturas de laminação a quente, sendo constituído de austenita e ferrita, seja o seguinte: acima de 1040°C a austenita se recristaliza e a ferrita se recupera, dinamicamente ou estaticamente, dependendo das condições de deformação. Na região de transição, entre 1040 e 890°C, vários mecanismos de amaciamento podem estar ocorrendo simultaneamente, tanto na ferrita quanto na austenita, levando a uma situação complexa. Abaixo de 890°C, a austenita para de recristalizar, sofrendo grande encruamento, como mostram as Figuras 4a e 4b. Assim, a ferrita teria melhores condições de recristalização.

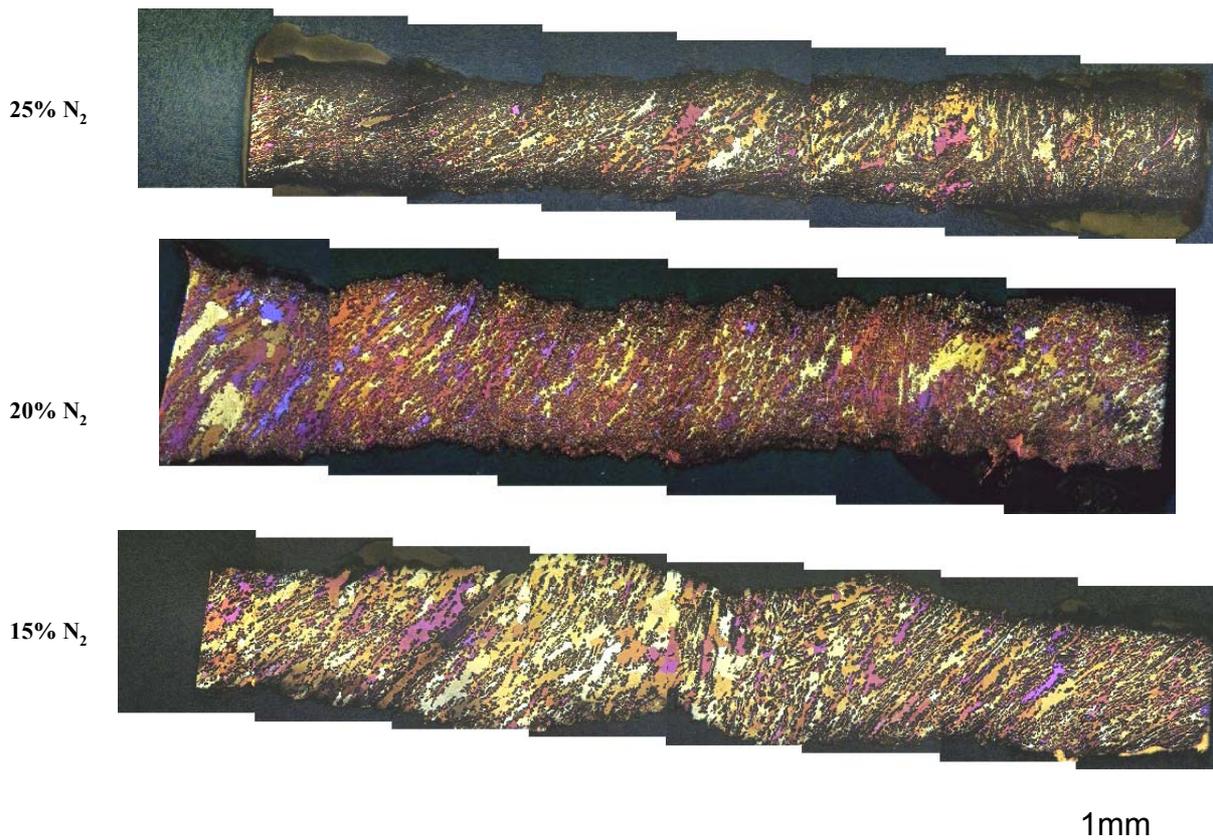


Figura 3 - Imagens de microscopia óptica, para 3 diferentes misturas de argônio e nitrogênio. Ataque colorante e uso de luz polarizada.

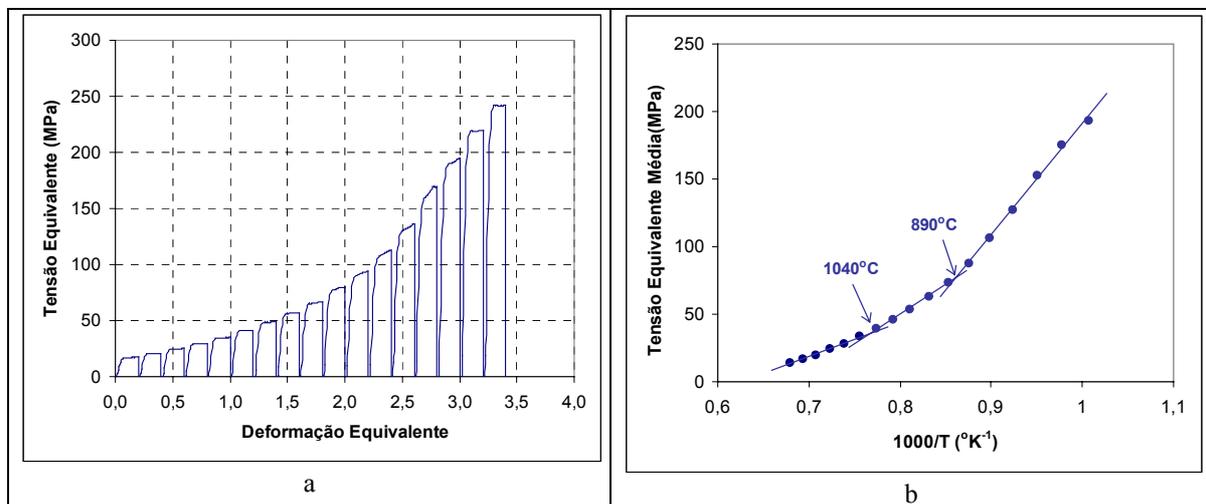


Figura 4 – Tensão equivalente em função da deformação para o ciclo com aplicação de deformações em resfriamento contínuo (a) e tensão equivalente média em função do inverso da temperatura absoluta (b). As mudanças de inclinação das retas indicam mudanças no mecanismo de amaciamento dos aços.

A Figura 5 apresenta as curvas tensão equivalente em função da deformação para os ensaios realizados com deformação de 0,8 nas temperaturas de 900, 950, 1100, 1150°C, após reaquecimento a 1200°C e pré-deformação de 0,3 a 1150°C.

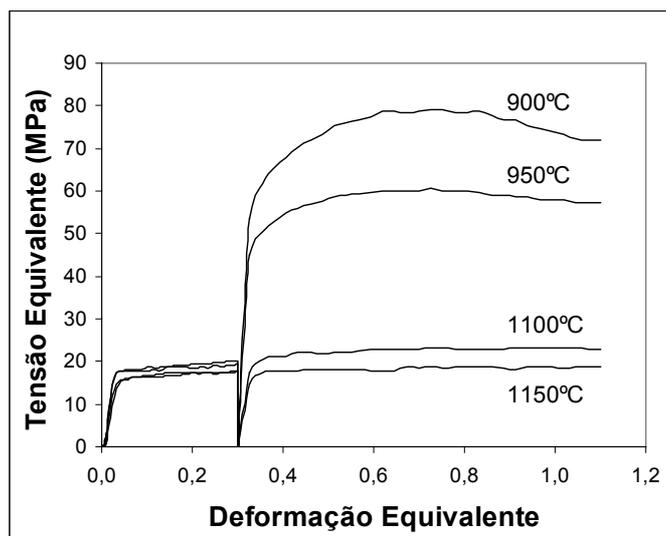
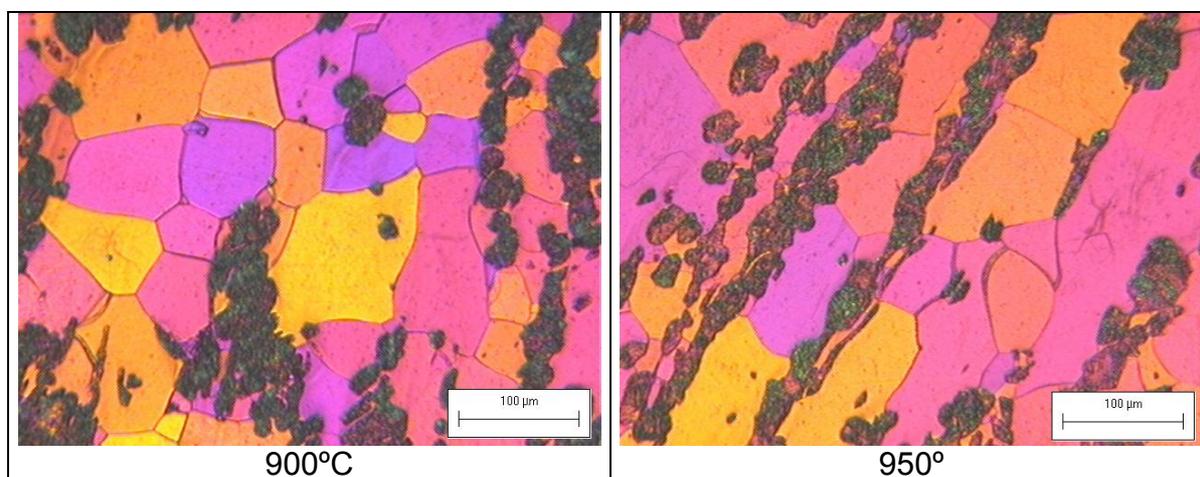


Figura 5 – Tensão equivalente em função da deformação dos ensaios realizados com pré-deformação de 0,3 a 1150°C e deformação de 0,8, em diversas temperaturas.

As formas das curvas da Figura 5 estão coerentes com o que foi observado na Figura 4, ou seja, amaciamento significativo nas temperaturas mais altas (1100 e 1150°C), sugerindo recuperação dinâmica da ferrita e recristalização estática da austenita. Já a ocorrência de picos na tensão para as temperaturas de 900 e 950°C sugere que, durante a deformação, ocorre encruamento tanto da ferrita quanto da austenita, até atingir a tensão máxima, a partir da qual a ferrita se recristaliza dinamicamente.

A Figura 6 apresenta as micrografias representativas dos corpos de prova destes ensaios. Observa-se nesta figura que só ocorre recristalização considerável na ferrita para as temperaturas de ensaio de 950 e 900°C, evidenciada pela presença de grãos com diferentes cores. Já as microestruturas dos corpos de prova deformados a 1100 e 1150°C apresentam grandes regiões com pouca variação na tonalidade de cor, que é consequência da pequena desorientação entre os grãos. Estes resultados corroboram o que foi discutido para os gráficos das Figuras 4 e 5: quando a recristalização da austenita é dificultada pela diminuição da temperatura de deformação, causando seu encruamento, a ferrita teria melhores condições de recristalização.



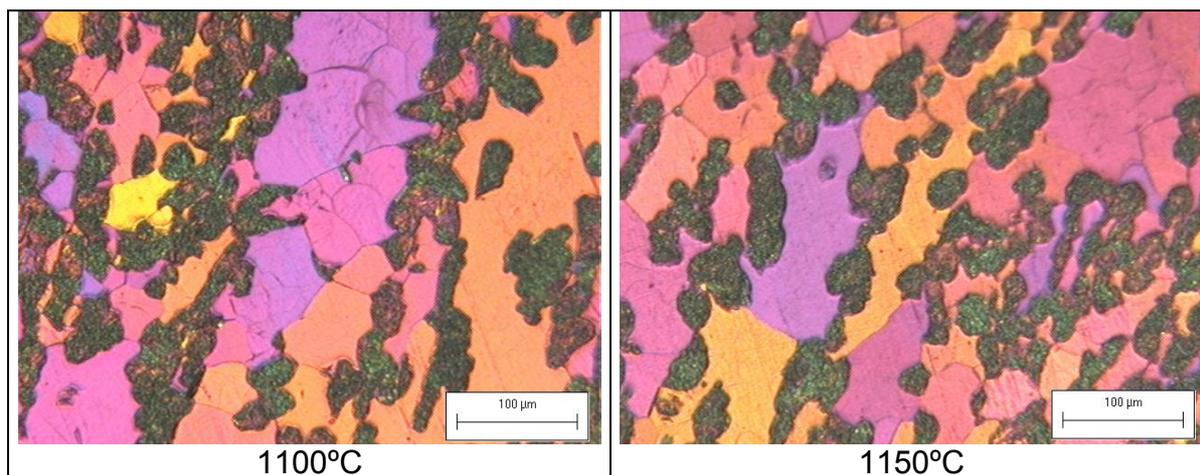


Figura 6 – Imagens de microscopia óptica dos corpos de prova de torção submetidos a deformação de 0,8 em diferentes temperaturas, com tempo de permanência de 55s. Ataque colorante e uso de luz polarizada.

Os resultados apresentados mostram a complexidade dos mecanismos de amaciamento do aço inoxidável ferrítico ABNT 430 durante a laminação a quente, causada principalmente pela coexistência de ferrita e austenita, o que confirma a literatura sobre o assunto.⁽¹⁻⁵⁾ Fica evidente a dificuldade de recristalização total da ferrita, nesta fase do processamento deste aço, acarretando em regiões com bandas de diferentes texturas cristalográficas. Estas bandas são o resultado da substituição de grandes grãos alongados, presentes na bobina laminada a quente, por colônias de pequenos grãos com orientações similares após o recozimento final.

Embora não devam ser consideradas como soluções definitivas para produzir uma quantidade de recristalização da ferrita suficiente para minimizar o estriamento (*ridging*), os resultados deste trabalho podem ser úteis para o estabelecimento de melhores práticas de laminação a quente.

- A observação de que regiões desnitradas teriam maior facilidade de recristalização sugerem que alguns passes da laminação de desbaste deveriam ser realizados em temperaturas correspondentes a menores frações volumétricas de austenita. Pelo diagrama de fases deste aço, estas temperaturas seriam entre 1200 e 1250°C.
- A constatação de que ocorreu significativa recristalização da ferrita para deformação realizada na temperatura de 900°C e os resultados do ciclo com aplicação de deformações em resfriamento contínuo, sugerem que os últimos passes de acabamento deveriam ser realizados em temperaturas em torno de 900°C.

Aparentemente, as duas sugestões apresentadas seriam contraditórias, pois recomendam aumento da temperatura de reaquecimento das placas e diminuição das temperaturas de acabamento. Entretanto, práticas semelhantes são largamente utilizadas na laminação controlada de aços de alta resistência e baixa liga. Nestas práticas, são realizadas paradas entre os últimos passes de desbaste e/ou entre o desbaste e o acabamento, para permitir o resfriamento da chapa até a temperatura desejada.

CONCLUSÕES

- O aço inoxidável 430 apresenta grande susceptibilidade à desnitratação e à nitretação nas temperaturas utilizadas neste trabalho sob atmosfera de argônio.

A melhor mistura de gases para evitar desnitretação/nitretação durante os ensaios, no equipamento do CETEC, foi composta de 15% de nitrogênio e 85% de argônio.

- Em temperaturas usuais de laminação de desbaste (1050 a 1200°C), a recristalização ocorreu com certa facilidade nos corpos de prova que sofreram desnitretação, ou seja, naqueles com microestrutura predominantemente ferrítica.
- Foi constatada significativa recristalização da ferrita para deformações realizadas nas temperaturas de 900 e 950°C.
- Propõe-se que o mecanismo de amaciamento para o aço ABNT 430 seja o seguinte: acima de 1040°C a austenita se recristaliza e a ferrita se recupera (dinâmica e estaticamente), dependendo das condições de deformação. Na região de transição, entre 1040 e 890°C, vários mecanismos de amaciamento podem estar ocorrendo simultaneamente, tanto na ferrita quanto na austenita, levando a uma situação complexa. Abaixo de 890°C, a austenita não recristaliza, sofrendo grande encruamento. Com isto, a ferrita teria melhores condições de recristalização.

Agradecimentos

Os autores agradecem à ACESITA SA. pelo apoio financeiro e fornecimento de amostras. NJLO agradece ao RHAÉ/CNPq pela concessão de bolsa DTI.

REFERÊNCIAS

- 1 Cunha, M.A.: Efeito de uma normalização na evolução da textura e no enrugamento do aço inoxidável AISI 430, Tese de Mestrado, UFMG (março 1978).
- 2 Silva, J.N.: Análise da conformação a frio do aço ABNT 430 modificado por Nb, Al, Al-Nb e Al-Ti, Tese de Mestrado, UFMG (novembro 1990).
- 3 Brochu, M.: Analyse du phénomène de cordage dans les aciers inoxydables ferritiques de type 430, Projet de fin d'étude présenté pour l'obtention du diplôme Baccalauréat en Génie des Matériaux, École Polytechnique de Montréal (Avril 1997).
- 4 Defilippi, J.D.; Chao, H-C. Effect of chromium and molybdenum segregation on the ridging behavior of type 434 stainless steel. **Metallurgical Transactions**, v. 2, p 3209-3216, Nov. 1971.
- 5 Oliveira, N.J.L. Estudo da Recristalização de Aço Inoxidável Ferrítico Através de Simulação de Laminação por Ensaio de Torção, Relatório de Bolsa DTI, Processo Individual N° 383206/2004-9, RHAÉ, 2005.
- 6 WEISS; JONAS, J.J; HUNT, P. J.; RUDDLE, G.E. Simulation of Plate Rolling on a Computerized Hot Torsion Machine and Comparison with Mill Results, In: INTERNATIONAL CONFERENCE OF STEEL ROLLING, 1980, Tokyo. Tokyo: Iron and Steel Institute of Japan, 1980. p. 1225-1236.
- 7 COTA, A. B.; BARBOSA, R.; SANTOS, D.B. Simulation of the Controlled Rolling and Accelerated Cooling of a Bainitic Steel Using Torsion Testing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 100, p. 156-162, 2000.
- 8 VILELA, J. J.; BARBOSA, R. Prediction of Stress Strain Curves of Hot Deformed IF Austenite. **ISIJ International**, v. 42, n. 3, p. 319-321, 2002.