



EFEITO DO NIÓBIO NA TRABALHABILIDADE A QUENTE DO AÇO UNS S32304*

*Tiago Evangelista Gomes¹
 Nilton José Lucinda de Oliveira²
 Thompson Júnior Ávila Reis³
 Margareth Spangler Andrade⁴*

Resumo

O presente trabalho teve por objetivo verificar a influência do Nióbio na trabalhabilidade a quente de um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304 em condições similares às do processamento industrial, utilizando ensaios de torção a quente. Foram fundidas, em forno de indução a vácuo, 4 corridas experimentais: uma com a composição química padrão e as outras objetivando-se teores de Nióbio de 0,2%, 0,4% e 0,8%. Ensaios de torção a quente foram realizados em resfriamento contínuo a partir de 1.200°C, e ensaios isotérmicos no intervalo de temperaturas de 1.200 a 900°C. O aumento da fração volumétrica de ferrita em função do aumento da concentração de Nióbio melhorou a trabalhabilidade a quente destas ligas.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis duplex; Trabalhabilidade a quente; Nióbio; Ensaio de torção.

EFFECT OF NIOBIUM ON THE HOT WORKABILITY OF THE UNS S32304 STEEL

Abstract

The present study aimed to verify the influence of niobium on the hot workability of a duplex stainless steel UNS S32304 type under similar conditions of the industrial processing, using hot torsion tests. Four experimental alloys were produced in a vacuum induction furnace: one conventional and others with niobium addition, aiming to niobium content of 0.2%, 0.4% and 0.8%. Hot torsion tests were performed using deformations in continuous cooling from 1,200°C, and isothermal multiple pass in temperature range of 1,200-900°C. The increase of volume fraction of ferrite as a function of the increase of Niobium content improved the hot workability of these alloys.

Keywords: Duplex stainless steel; Hot workability; Niobium; Torsion testing.

¹ Engenheiro metalúrgico. Doutorando da REDEMAT– UFOP. Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais. Belo Horizonte, MG, Brasil.. Doutorando em engenharia de materiais. Redemat-UFOP. E-mail: tiagometalurgica@gmail.com

² Engenheiro metalúrgico. MSc. Pesquisador em Tecnologia. Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais. Belo Horizonte, MG, Brasil.

³ Engenheiro da Computação. MSc. Pesquisador em Tecnologia. Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais. Belo Horizonte, MG, Brasil.

⁴ Física. Dr. Diretora do Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais. Belo Horizonte, MG, Brasil.

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex combinam boa resistência à corrosão e alta resistência mecânica, principalmente quando as frações volumétricas de ferrita e austenita são aproximadamente iguais [1]. Apresentam resistência à corrosão mais elevada que os aços ferríticos, dureza e resistência mecânica mais elevadas que as dos ferríticos e austeníticos na temperatura ambiente [2].

Os aços inoxidáveis duplex podem apresentar trincamento de borda na laminação a quente, devido à heterogeneidade de deformação entre as duas fases presentes [4,5]. Simulações empregando ensaios de torção têm sido realizadas para avaliar a influência dos parâmetros da conformação a quente, como temperatura, deformação, tempo entre passes e taxa de resfriamento na trabalhabilidade destes aços em temperaturas elevadas [4-6].

Resultados destas pesquisas usando ensaios de torção a quente indicam que o trincamento ocorre na interface entre as fases ferrita e austenita [7]. A ferrita é mais facilmente deformada em altas temperaturas em relação à austenita [8]; isto ocorre pelo fato da ferrita recuperar-se dinamicamente [9]. Já o amaciamento da austenita, devido a sua estrutura cúbica de face centrada e baixa energia de falha de empilhamento, ocorre preferencialmente por recristalização estática ou dinâmica [10,11].

Durante o trabalho a quente, a microestrutura bruta de fusão se torna cada vez mais alongada na medida em que o metal sofre deformação. Segundo Martin [12], testes de laboratório, modelagens e observações de aços inoxidáveis duplex industrialmente deformados mostraram que estes materiais têm uma forte tendência a deformações plásticas localizadas, devido às diferenças na resistência mecânica à quente e diferenças nos mecanismos de amaciamento de cada uma das fases.

A redução na fração volumétrica de ferrita tem um efeito negativo mais significativo sobre a ductilidade a quente do que a redução da temperatura de deformação uma vez que as fronteiras de interfase são os principais sítios para nucleação de trincas. Logo, os elementos de liga, que estabilizam ferrita e austenita, tem um papel determinante na proporção de fases e, conseqüentemente, na ductilidade a quente do material [12].

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar a trabalhabilidade a quente de um aço inoxidável duplex do tipo UNS S32304 com diferentes teores de Nióbio, através de ensaios de torção, analisando-se as mudanças do comportamento mecânico devido ao teor de Nióbio e temperatura de deformação.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A partir de uma liga industrial base de aço inoxidável duplex UNS S32304, fornecida pela APERAM, foram fundidas, em forno de indução a vácuo de laboratório, quatro corridas, sendo uma delas sem adição de elementos de liga e as outras com adição de ferro-nióbio, objetivando-se teores de 0,2%, 0,4% e 0,8% em peso de Nb. Após a fusão, as ligas foram solidificadas em lingotes de 50 kg, forjadas e laminadas em barras redondas de 20 mm de diâmetro. As ligas foram submetidas a tratamento de solubilização à 1020°C com tempo de encharque de 30 minutos. A tabela 1 apresenta a composição química das ligas.

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.


Tabela 1. Composição química da liga base e das ligas com Nb do aço UNS S32304 (% em massa)

Aço	C	Mn	Si	S	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Nb
Aço Base	0,019	1,38	0,36	4*	22,2	3,60	0,28	0,4	1095*	0,01
Liga Nb00	0,019	1,33	0,33	10*	22,4	3,54	0,28	0,4	1050*	0,01
Liga Nb02	0,017	1,34	0,34	6*	22,6	3,58	0,29	0,4	950*	0,20
Liga Nb04	0,019	1,35	0,35	12*	22,5	3,54	0,29	0,4	1000*	0,41
Liga Nb08	0,020	1,35	0,35	13*	22,5	3,54	0,28	0,4	890*	0,81

* ppm

Corpos de prova de torção foram usinados com comprimento útil de 15 mm e diâmetro de 7mm. Os ensaios de torção foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos INSTRON 1125 em atmosfera controlada composta por uma mistura de argônio e nitrogênio.

Para o estudo da trabalhabilidade a quente, foram realizados ensaios de torção em resfriamento contínuo a partir de 1200°C, e ensaios isotérmicos no intervalo de temperaturas de 900 a 1200°C. Para os dois tipos de ensaios, os corpos de prova foram aquecidos, a uma taxa de 2,0°C/s, até a temperatura de 1200°C, permanecendo nesta temperatura por 2 minutos. Nos ensaios em resfriamento contínuo, os corpos de prova foram resfriados a uma taxa de 1,0°C/s, aplicando-se deformações equivalentes de 0,2 cada, sendo a primeira a 1200°C e as demais em intervalos de 30°C, até a ruptura do corpo de prova. Nos ensaios isotérmicos, após a permanência a 1200°C por 2 minutos, os corpos de prova foram resfriados a 1,0°C/s, até a temperatura do ensaio, permanecendo nela por 2,0 minutos. Em seguida, foram aplicadas deformações equivalentes de 0,3 cada, em intervalos de 10s, totalizando 15 passes ou a ruptura do corpo de prova. A taxa de deformação em todos os ensaios foi de 0,3 s⁻¹. Após a aplicação do último passe, os corpos de prova foram resfriados bruscamente com fluxo de CO₂ para conservação da microestrutura nas condições em que se encontrava após as deformações.

A análise metalográfica, foi feita no material como recebido na seção longitudinal à direção de laminação e nos corpos de prova de torção. Nestes, todo o comprimento útil foi cortado e embutido. O lixamento e o polimento foram realizados a partir da superfície, na seção longitudinal ao eixo do corpo de prova. Para revelar a microestrutura, as amostras foram atacadas com reagente Beraha modificado [13]. A quantificação das fases austenita e ferrita foi feita por metalografia quantitativa utilizando o *software* Image-Pro, sendo determinada a partir da média de 20 diferentes imagens de microscopia óptica para cada amostra.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta imagens de microscopia óptica das ligas no estado como recebido em seções longitudinais à direção de laminação. A microestrutura de todas apresentam matriz ferrítica, em tom mais escuro, e ilhas de austenita com tonalidade mais clara, como indica as setas na figura 1(a).

Na tabela 2 é apresentado o resultado da quantificação das fases ferrita e austenita determinada por microscopia óptica.

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

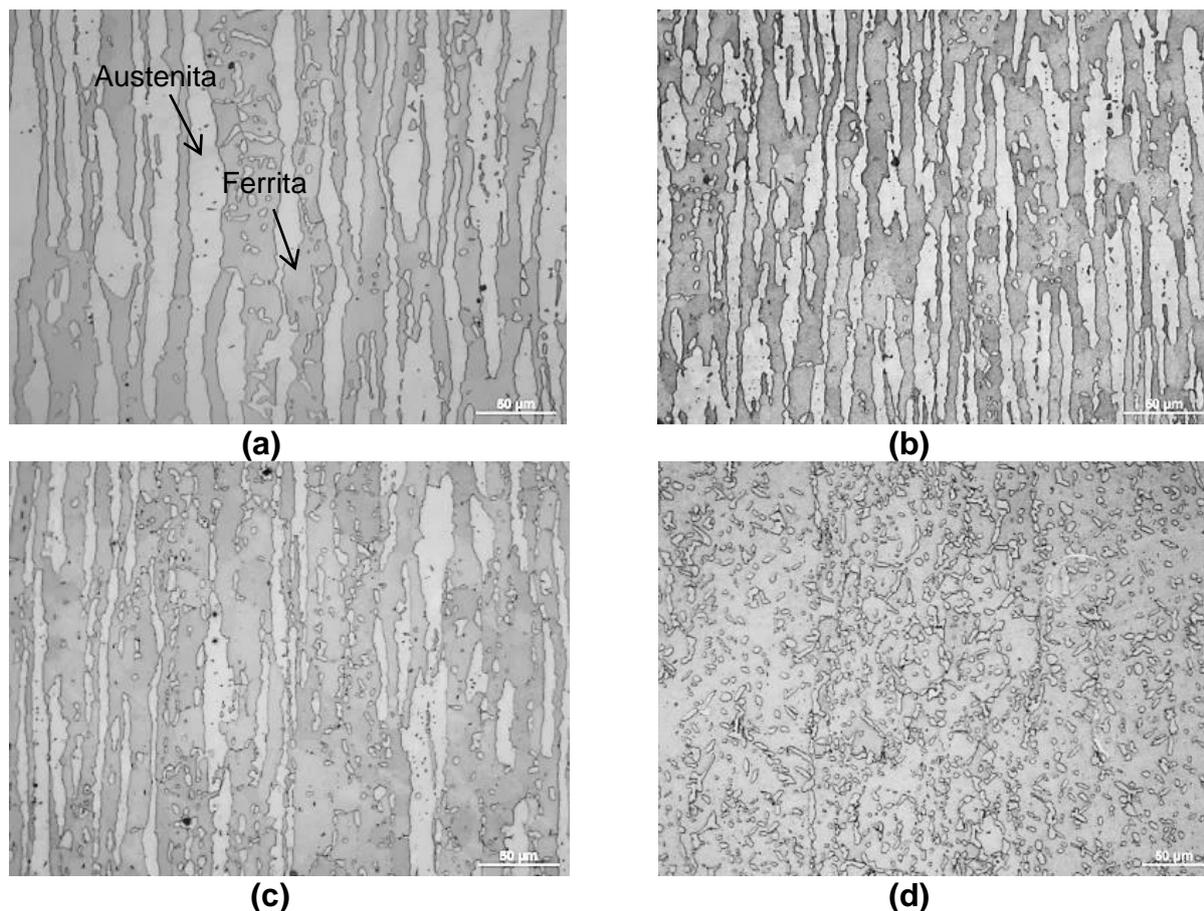


Figura 1. Imagens de microscopia óptica das ligas no estado como recebido com teores de 0%Nb (a); 0,2%Nb(b); 0,4%Nb(c) e 0,8%Nb(d). Ataque Beraha.

Tabela 2. Quantificação das fases por metalografia quantitativa

Ligas	Nb00	Nb02	Nb04	Nb08
% Ferrita	53,4	61,2	63,0	82,4
% Austenita	46,6	38,8	37,0	17,6
Des. Pad.	2,4	3,1	3,1	1,2

Analisando as micrografias da Figura 1 e os resultados da quantificação das fases, apresentado na tabela 2, foi possível verificar a influência do teor de Nióbio na fração volumétrica das fases. A fração de ferrita aumenta com o aumento do teor de Nióbio, sendo superior a 82 % quando o teor de Nióbio foi de 0,8 % em peso.

A Figura 2 apresenta as curvas de tensão equivalente em função da deformação para os ensaios de torção com aplicação de deformação em resfriamento contínuo.

A liga sem adição de Nióbio apresentou maior resistência à deformação no entanto, foi a que suportou menos deformação antes da ruptura, que ocorreu no décimo terceiro passe. Já as ligas Nb02 e Nb04 romperam no décimo quinto e no décimo sétimo passe, respectivamente. A liga Nb08 foi a que apresentou menos resistência à deformação, além de não se romper após 19 passes, número total de passes previstos no ensaio.

De acordo com o gráfico da Figura 2, a trabalhabilidade a quente da liga aumenta na medida em que o teor de Nióbio também aumenta. Acredita-se que esse fenômeno possa ser atribuído principalmente ao fato do Nióbio ser um elemento ferritizante e,

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



por isso, promover a formação de maiores frações de ferrita nos aços em que foi adicionado.

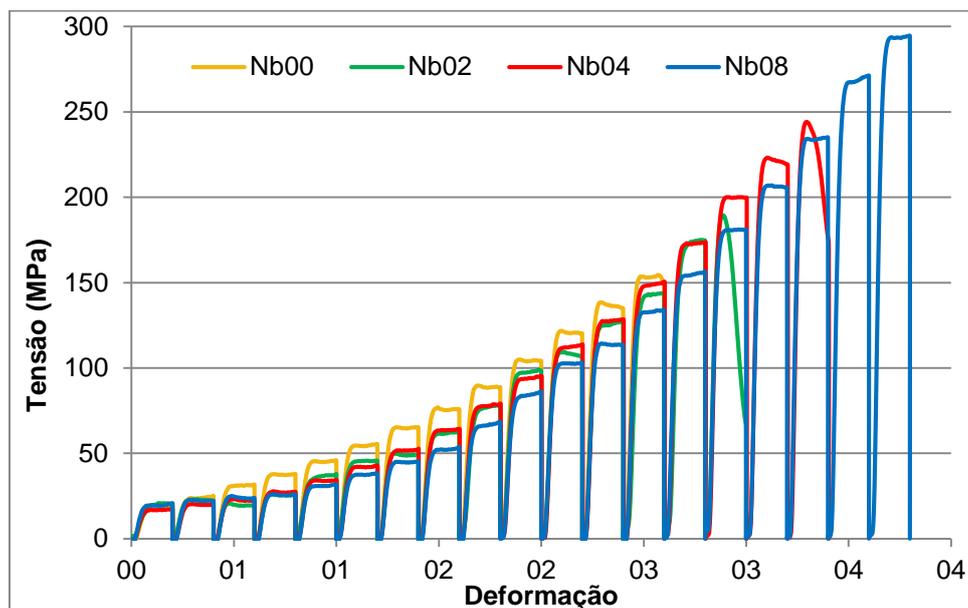


Figura 2. Curva de tensão equivalente em função da deformação equivalente. Ciclos com aplicação de deformações em resfriamento contínuo.

Nas Figuras 3 a 10 são apresentadas as curvas de tensão equivalente em função da deformação equivalente para os ensaios isotérmicos no intervalo de temperaturas de 900 a 1200°C, além das imagens de microscopia óptica de cada amostra deformada no ensaio de torção isotérmico.

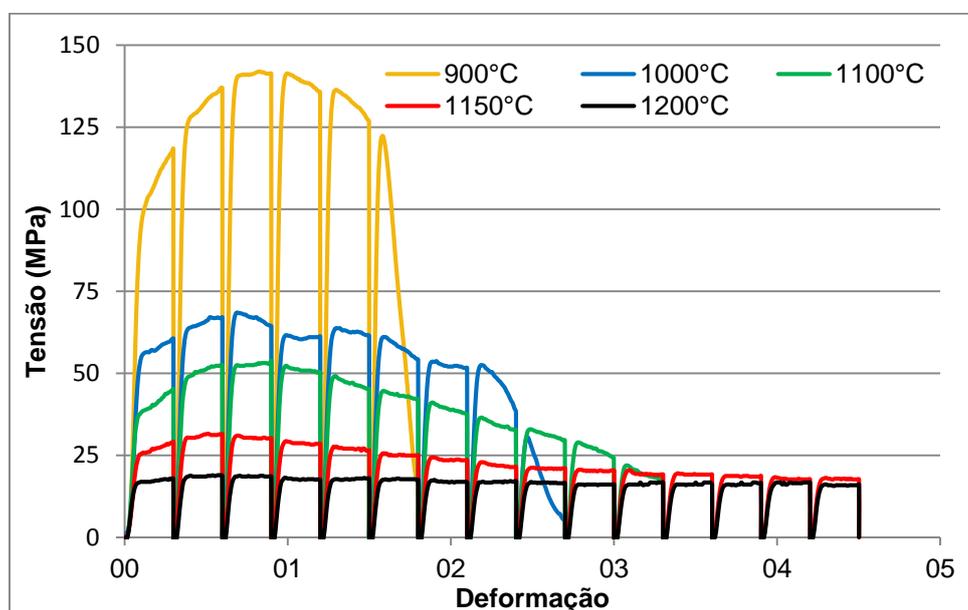


Figura 3. Tensão equivalente em função da deformação para ensaios isotérmicos na liga de Nb00.

Através das curvas ilustradas na Figura 3, é possível observar que houve encruamento nos dois primeiros passes para as amostras ensaiadas nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1100°C, já amostra ensaiada a 1150°C apresentou um pequeno encruamento no primeiro passe, na amostra ensaia a 1200°C em nenhum passe ocorreu encruamento. O encruamento observado em

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



temperaturas mais baixas pode estar relacionado com a maior fração volumétrica de austenita nestas temperaturas (Figura 4). Fato que praticamente não é observado quanto a fração volumétrica de austenita não é dominante no mecanismo de amaciamento da liga. A Figura 3 também ilustra o fato de que o aumento da temperatura aumenta a ductilidade a quente da liga, o que pode ser explicado pelo aumento na fração volumétrica de ferrita no aço, sendo que o número de passes antes da ruptura aumentou quando a temperatura aumentou de 900 até 1100°C. Os corpos de prova não romperam nos ensaios a 1150 e 1200°C.

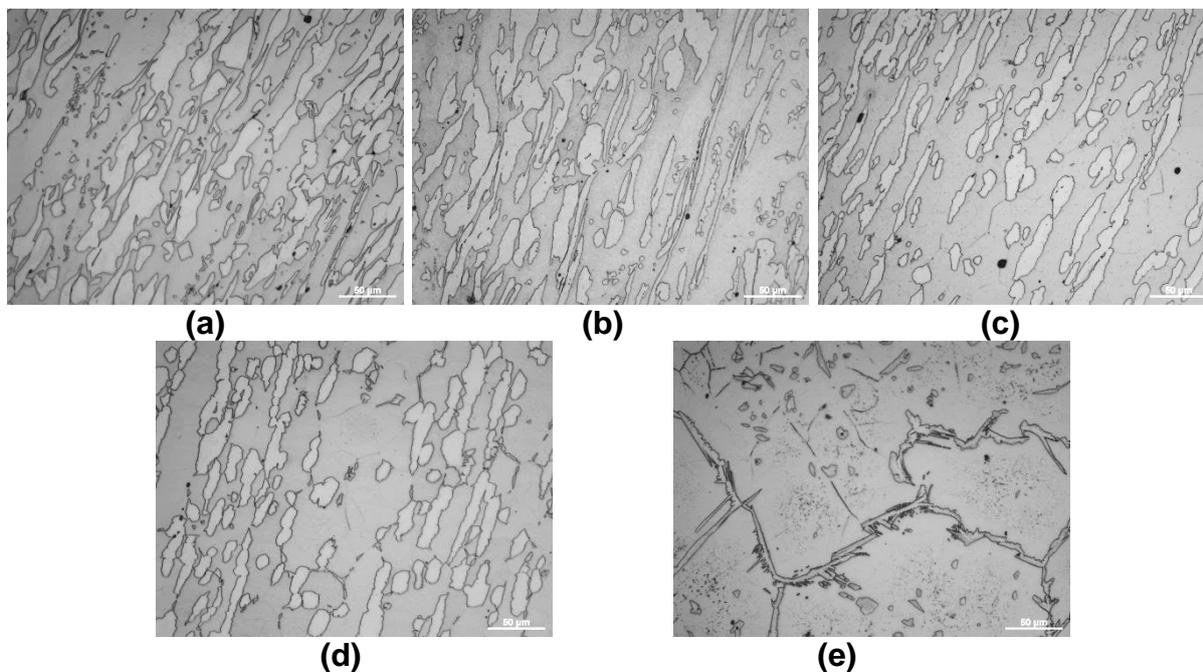


Figura 4. Microscopia óptica dos corpos de prova de torção da liga de 0Nb. Isotérmico a 900°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c), 1150°C (d) e 1200°C (e).

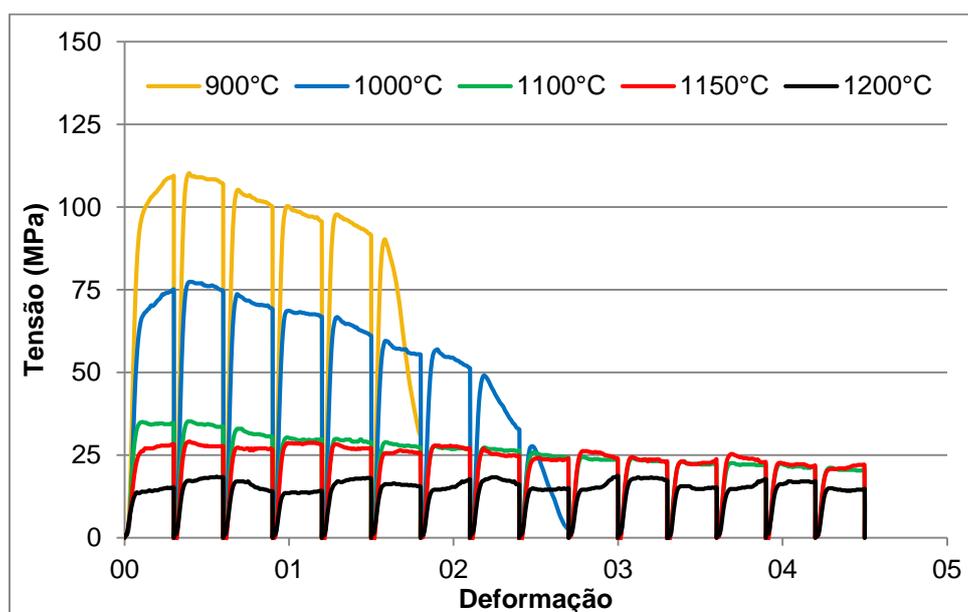


Figura 5. Tensão equivalente em função da deformação para ensaios isotérmicos na liga de Nb02.

Para a liga Nb02 a menor temperatura de ensaio onde não ocorreu ruptura do corpo de prova diminuiu para 1000°C.

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



Também se observou que, devido à maior fração volumétrica de austenita nas temperaturas de ensaio de 900 e 1000°C, ocorreu encruamento no primeiro passe, conforme mostrado na Figura 5. Este fato evidencia a influência da fração de austenita nos mecanismos de deformação nesta faixa de temperatura. Nos passes seguintes, observa-se recuperação dinâmica da ferrita seguida de queda da tensão. As imagens de microscopia óptica ilustradas nas Figuras 6(d) e 6(e) indicam que as deformações ocorrem em um material quase totalmente ferrítico.

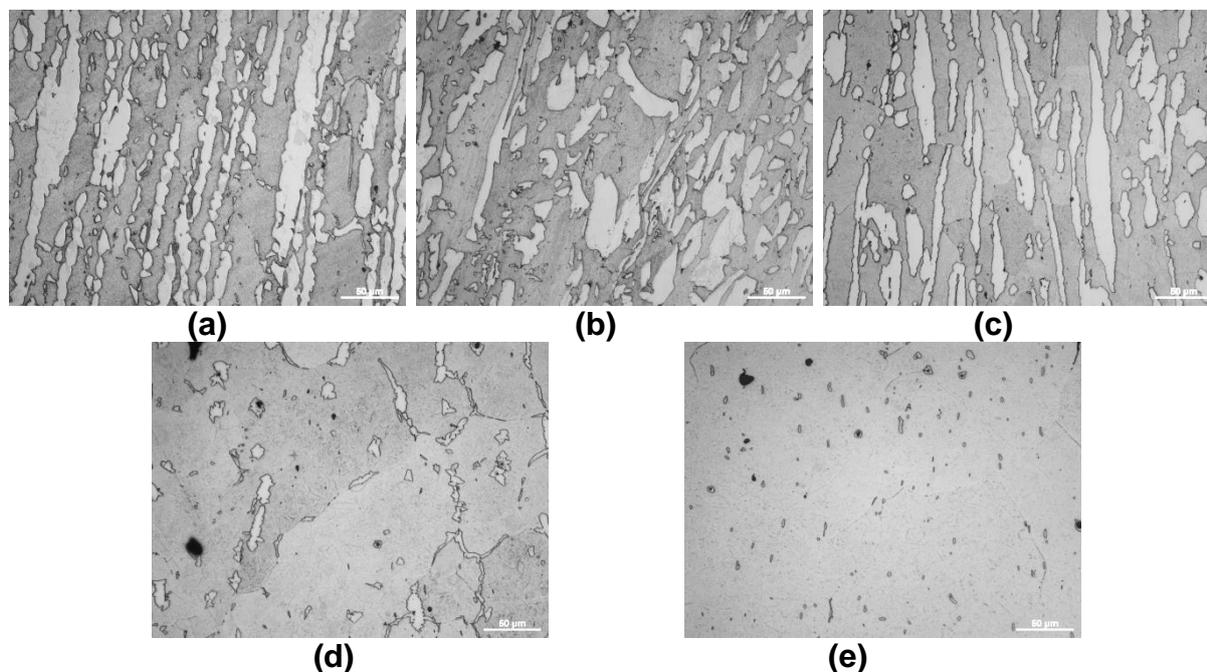


Figura 6. Microscopia óptica dos corpos de prova de torção da liga Nb02. Isotérmico a 900 °C (a), 1000°C (b), 1100°C (c), 1150°C (d) e 1200°C (e).

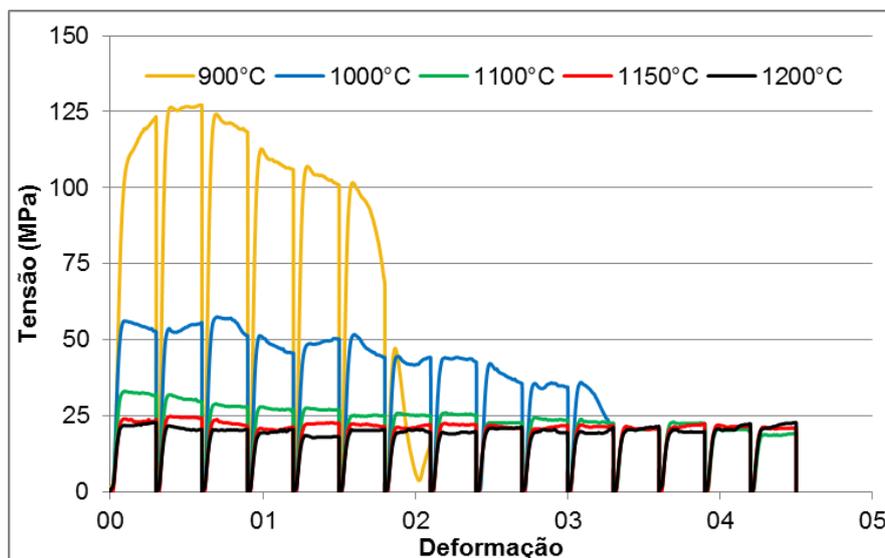


Figura 7. Tensão equivalente em função da deformação para ensaios isotérmicos na liga de Nb04.

O comportamento quanto a ductilidade a quente da liga Nb04 foi bastante similar ao da liga Nb02 destacando-se somente pequena melhora na temperatura de 1000°C, com o aumento do número de passes antes da ruptura do corpo de prova (Figura 7). Observou-se também que ocorreu encruamento apenas na temperatura de ensaio de 900°C. As imagens de microscopia óptica ilustradas na Figura 8 indicam ter

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



ocorrido pequeno aumento na fração volumétrica de ferrita da liga Nb04 quando comparada à liga Nb02.

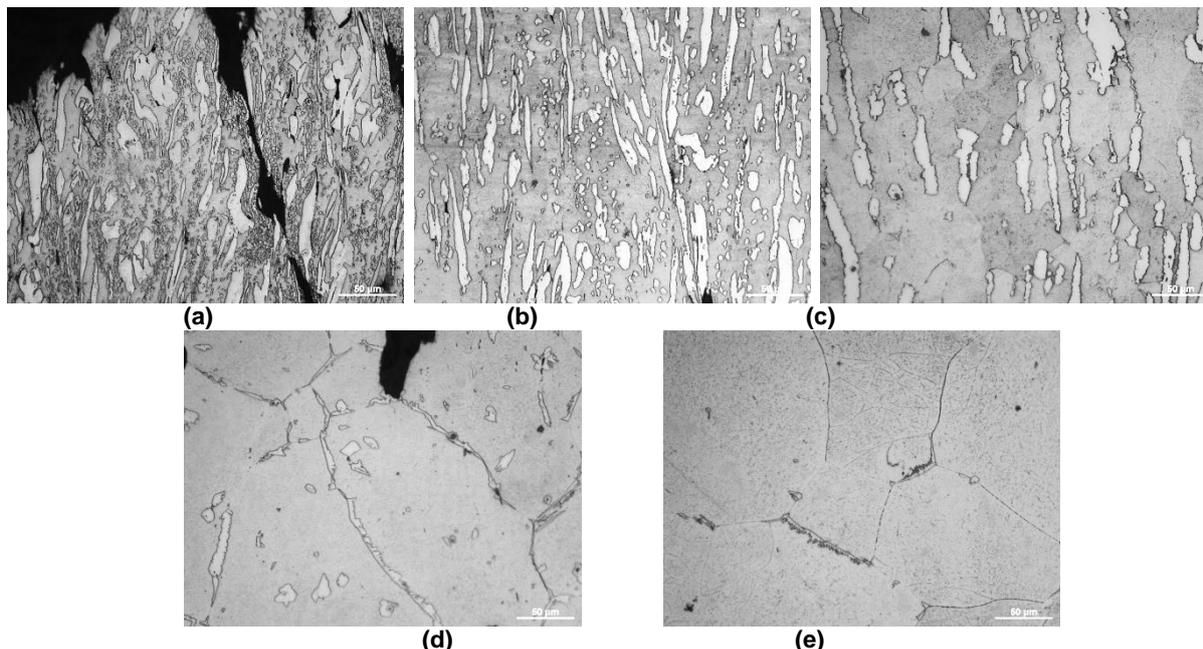


Figura 8. Microscopia óptica dos corpos de prova de torção da liga Nb04. Isotérmico a 900°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c), 1150°C (d) e 1200°C (e).

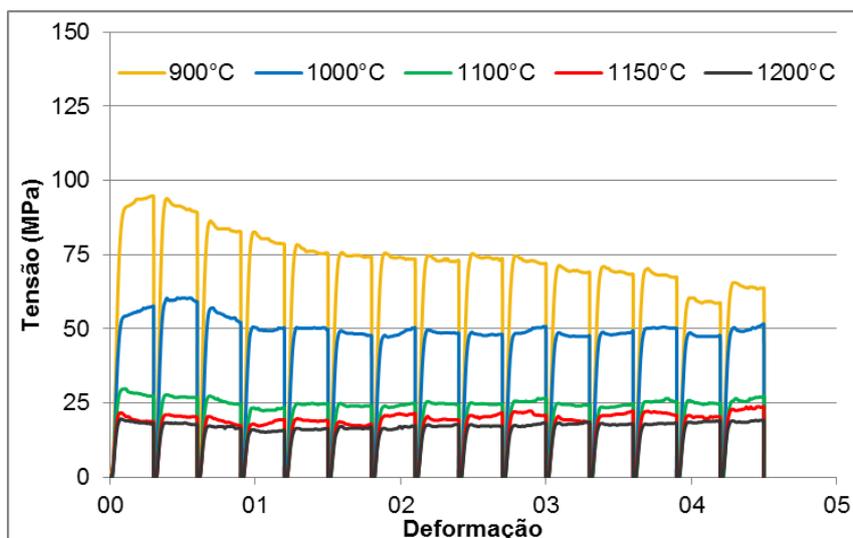


Figura 9. Tensão equivalente em função da deformação para ensaios isotérmicos na liga Nb08.

Além da microestrutura, a liga Nb08 apresentou trabalhabilidade a quente bastante diferente das demais ligas. Conforme está ilustrado na Figura 9, não ocorreu ruptura dos corpos de prova em nenhuma das temperaturas ensaiadas. As imagens de microscopia óptica ilustradas na Figura 10 indicam que as frações volumétricas de ferrita e austenita são bastante diferentes das demais ligas, principalmente nas temperaturas de ensaios mais baixas.

Conforme tem sido descrito na literatura, a trabalhabilidade a quente de aços inoxidáveis duplex é comprometida pelos diferentes mecanismos de amaciamento das fases ferrita e austenita. Isto contribui para que ocorra o trincamento exatamente nas regiões de interfase. Com adição de maior quantidade de Nióbio ocorreu acentuado aumento da fração volumétrica de ferrita na liga Nb08, uma vez que este

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



elemento é ferritizante e atua estabilizando o Nitrogênio e o Carbono. O que ocasionou que a densidade de fronteiras entre ferrita e austenita diminuísse também acentuadamente. Fato que correlaciona com os resultados expressivos quanto à trabalhabilidade a quente desta liga quando comparada com as demais.

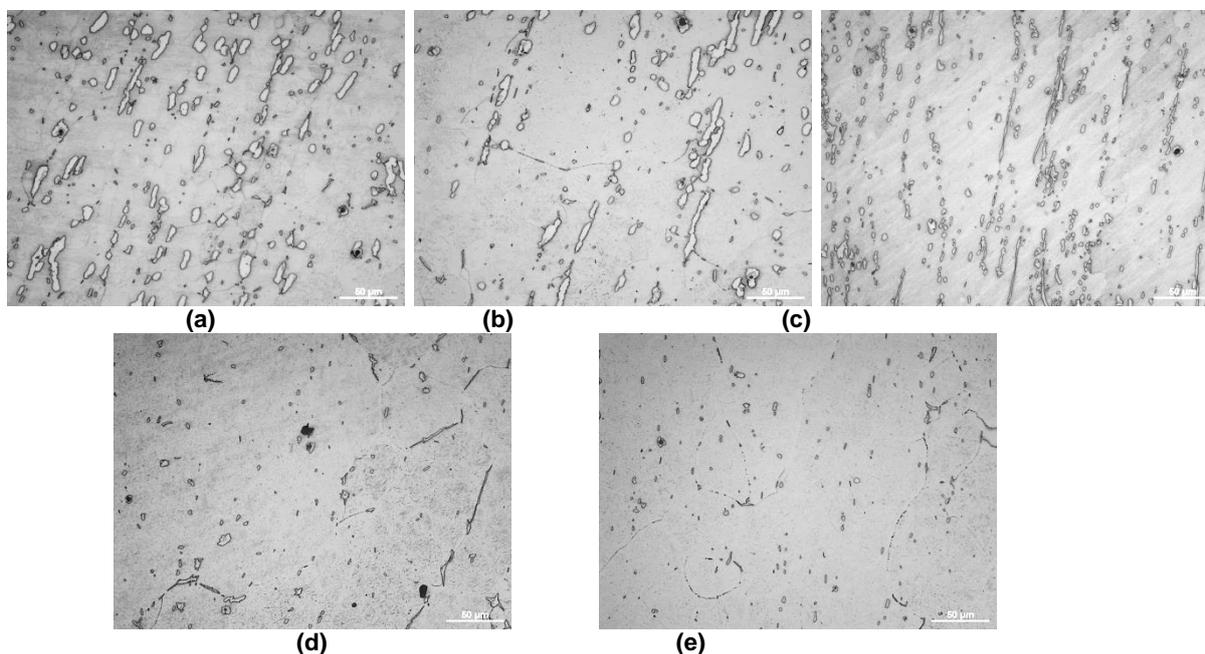


Figura 10. Microscopia óptica dos corpos de prova de torção da liga Nb08. Isotérmico a 900°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c), 1150°C (d) e 1200°C (e).

De uma forma geral, o aumento da fração volumétrica de ferrita ocasionado pela adição de nióbio ao aço UNS S32304 melhorou a trabalhabilidade a quente destas ligas, mas ocasionou um desbalanceamento entre as fases ferrita e austenita. Trabalhos estão sendo realizados objetivando o equilíbrio dos elementos de liga e a adequação das variáveis de processo, para a obtenção de aços com proporções iguais de ferrita e austenita. Dessa forma, será possível melhor avaliar a influência de adições de nióbio na trabalhabilidade a quente e nas propriedades de aços inoxidáveis duplex.

4 CONCLUSÃO

Análise metalográfica das amostras como recebidas, submetidas a tratamento de solubilização a 1020°C com tempo de encharque de 30 minutos mostrou que a fração volumétrica de ferrita aumenta com o aumento do teor de Nióbio presente no aço inoxidável duplex UNS S32304, sendo que esta passou de 53% no aço sem adição de Nióbio para 82% no aço com teor de Nb de 0,8%. Este comportamento foi também observado nos corpos de prova dos ensaios isotérmicos. O Nióbio desestabiliza a austenita por ser ferritizante e por combinar com os elementos autenitizantes C e N, formando carbonitretos.

Para o ensaio realizado em resfriamento contínuo, a deformação acumulada na ruptura aumentou com a concentração de Nb, passando de 2,6 de deformação equivalente no aço sem adição de Nióbio para 3,2 no aço com 0,4% de Nióbio. A liga com 0,8% de Nióbio foi submetida a todos os passes previstos no ensaio sem se romper.

* Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.



Nos ensaios isotérmicos, em temperaturas acima de 1100°C, nenhuma das ligas com Nb se rompeu, suportando todos os passes programados. Para a liga sem adição de Nióbio, este comportamento ocorreu a partir de 1150°C.

A trabalhabilidade a quente do aço inoxidável duplex UNS S32304 foi melhorada com o aumento do teor de Nióbio, devido ao aumento da fração volumétrica de ferrita nas temperaturas de deformação utilizadas nos ensaios de torção. A continuidade deste estudo prevê a realização de tratamentos térmicos e ajustes na composição química visando o balanceamento entre as fases ferrita e austenita, para melhor avaliar a influência de adições de nióbio na trabalhabilidade a quente e nas propriedades destes aços inoxidáveis duplex.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Companhia Brasileira de Mineração e Metalurgia-CBMM pelo apoio financeiro e discussões, à Aperam South America pelo apoio técnico e fornecimento de amostras. MSA agradece ao CNPq pela bolsa concedida.

REFERÊNCIAS

- 1 Cabrera JM, Mateo A, Llanes L, Prado JM, Anglada M. Hot deformation of duplex stainless steels, *Journal of Materials Processing Technology*, 2003; 143–144: 321–325.
- 2 Pohl M, Storz O, Glogowski T. Effect of Intermetallic Precipitations on the Properties of Duplex Stainless Steel. *Materials Characterization*, 2007; 58: 65-71.
- 3 Escriba DM, Materna-Morris E, Plaut RL, Padilha AF. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel, *Materials Characterization*, 2009; 60: 1214-1219.
- 4 Evangelista E. et. al. Hot workability of 2304 and 2205 duplex stainless steels. *Canadian Metallurgical Quarterly*, Canadá, 2003; 43(3): 339-354.
- 5 Balancin O, Hoffmann WAM, Jonas JJ. Influence of Microstructure on the Flow Behavior of Duplex Stainless Steels at High Temperatures, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2000; 31A: 1353 – 1364.
- 6 Andrade MS, Oliveira NJL, Reis AG, Oliveira TR. Influência do Enxofre na Trabalhabilidade a Quente de Aços Inoxidáveis Duplex. In: Congresso Anual Da Associação Brasileira De Metalurgia E Materiais, 2013, Belo Horizonte, Brasil, Anais 2013, ABM 2013.
- 7 Cizek P, Wynne BP. A mechanism of ferrite softening in a duplex stainless steel deformed in hot torsion, *Materials Science and Engineering*, 1997; A230: 88-94.
- 8 Davison RM, Redmond JD. A guide to using duplex stainless steels. *Materials & Design*, 1991; 12(4): 187-192.
- 9 Dupouiron F, Audouard, JP. Duplex stainless steels: a high mechanical properties stainless steels family. *Scandinavian journal of metallurgy*, 1996; 25(3): 95-102.
- 10 Reick W, Pohl M, Padilha AF. Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. *ISIJ international*, 1998; 38(6): 567-571.
- 11 Reis GS. Estudo experimental da trabalhabilidade a quente de aços inoxidáveis duplex com estruturas brutas de fusão através do ensaio de 1995. 112 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), UFSCar, São Carlos, 1995.
- 12 Martin G. Hot workability of duplex stainless steels. 2011. 242f. Tese (Doutorado em engenharia de materiais) - Universidade de Grenoble, Grenoble, França, 2001.
- 13 Reis TJA. Efeito de tratamentos isotérmicos às temperaturas de 475°C e 850°C na microestrutura e na resistência à fratura de um aço inoxidável duplex UNS S32304. 2013. 142 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), RedeMat, UFOP, Ouro Preto, 2013.

* *Contribuição técnica ao 51º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 28 a 31 de outubro de 2014, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.*