

ESTUDO DO CAMPO BIFÁSICO FERRITA-AUSTENITA EM AÇO INOXIDÁVEL ABNT 430 POR ENSAIOS DILATOMÉTRICOS¹

Margareth Spangler Andrade²
Francisco Henrique Araújo Silva³
José Mário Carneiro Vilela⁴
Nilton José Lucinda de Oliveira⁵

Resumo

Objetivando contribuir para a melhor compreensão da influência da austenita presente durante as etapas de laminação a quente de um aço tipo ABNT 430 na formação de textura nas chapas, ensaios dilatométricos foram realizados para a quantificação relativa desta fase no campo bifásico, isto é, no intervalo de temperaturas de 900 a 1200°C. Amostras foram retiradas de chapas de 0,6mm de espessura de um aço tipo ABNT 430 de fabricação comercial e ensaios dilatométricos foram realizados da temperatura ambiente até temperaturas no intervalo de 900 a 1200°C. A presença de austenita foi avaliada através da martensita formada durante o resfriamento. As temperaturas de início da transformação martensítica, M_s , e a quantidade relativa desta fase foram medidas nas curvas dilatométricas. Os corpos de prova foram submetidos à preparação metalográfica convencional e a martensita foi quantificada por microscopia óptica. A microscopia de força atômica foi utilizada para acompanhar a dissolução de carbonetos após os diferentes tratamentos térmicos. A dureza das fases ferrítica, martensítica e dos precipitados foi medida por meio de ensaios de nanoindentação por penetração instrumentada. A quantificação da martensita realizada por microscopia óptica apresentou boa correlação com os resultados dilatométricos. A maior quantidade da fase austenítica foi observada para temperaturas em torno de 1050°C.

Palavras-chave: Dilatometria; Aços inoxidáveis ferríticos; Microscopia de força atômica; Nanoindentação.

STUDY OF THE GAMMA LOOP FERRITE AND AUSTENITE CONTENT IN AISI 430 STAINLESS STEEL BY DILATOMETRY

Abstract

AISI 430 ferritic stainless steel is hot rolled in the 1200 - 900°C temperature range. In this range the steel is duplex, showing a mixture of austenite and ferrite. Dilatometric tests were performed in order to quantify the austenite in the temperature range from 900 to 1200°C, aiming a better understanding of the influence of this phase content during hot rolling of an AISI 430 in the crystallographic texture of the sheet. The tests were performed with specimens cut along the rolling direction of the stainless steel sheets. The austenite formed on heating undergoes a martensitic transformation during quenching at temperatures around 200°C. The dilatometric curves were employed to quantify the martensite (α') and in consequence the γ phase formed at high temperatures. The magnitude of the $\gamma \rightarrow \alpha'$ transformation was obtained by measuring the distance between the extrapolated austenite and martensite curves. It is observed that the amount of the $\gamma \rightarrow \alpha'$ transformation increases from 900 to 1050°C, and, then, decreases until 1200°C. A shift of the martensite transformation temperature, M_s , can also be observed. This effect can be explained by the carbon and nitrogen enrichment of the austenite, due to the dissolution of carbides. The microstructure of the samples were analyzed by optical microscopy and quantified using an image analysis tool. A good correlation was achieved between the amount of the martensite measured from dilatometric curves and from the microstructural analysis. Atomic force microscopy was used to follow the dissolution of the precipitates after the thermal treatments. Depth-sensing indentation test were performed in order to measure the hardness of each phase and precipitates.

Key words: Dilatometry; Ferritic stainless steels; Atomic force microscopy; Depth-sensing nanoindentation.

¹ Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, Julho de 2007, Vitória.

² Membro da ABM, Físico, Dr., Pesquisadora do CETEC, Profª. da REDEMAT/UFOP.

³ Físico, Mestrando REDEMAT/UFOP

⁴ Eng., Dr., Pesquisador do CETEC

⁵ Eng., M.Sc., Pesquisador associado, CETEC

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis constituem um vasto grupo de ligas ferrosas desenvolvidas para resistir à corrosão. O cromo é o elemento que confere a estas ligas tal propriedade, mas outros elementos são normalmente adicionados para elevar o desempenho em relação à corrosão, melhorar as propriedades mecânicas, estabilizar precipitados e outras fases além da ferrita.⁽¹⁾ Assim sendo, o conhecimento, bem como a capacidade de explorar experimentalmente o diagrama de fases do sistema Fe-Cr é importante no estudo e na aplicação de aços inoxidáveis. Este sistema apresenta, em altas temperaturas, um campo bifásico no qual coexistem as fases ferrita (α - fase cúbica de corpo centrado) e austenita (γ - fase cúbica de face centrada). A adição de elementos como carbono e nitrogênio às ligas ferro-cromo ampliam o campo bifásico, deslocando para direita a linha que separa os campos $\gamma + \alpha \rightarrow \alpha$, como mostrado na Figura 1.

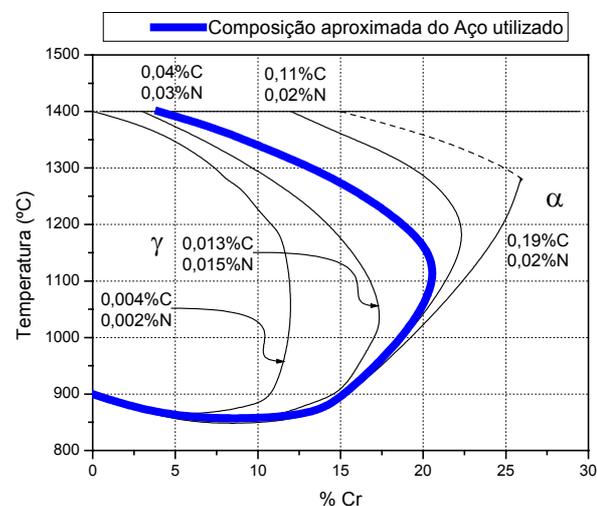


Figura 1 – Diagrama de fases do sistema ferro-cromo mostrando a região do campo bifásico para diferentes concentrações de carbono e nitrogênio.⁽²⁾

O domínio preciso do campo bifásico do sistema ferro-cromo é de grande utilidade para os processos industriais, uma vez que as etapas iniciais do processo de conformação a quente de alguns desses aços são normalmente realizadas em temperaturas entre 1200 e 900°C com a presença das duas fases.⁽³⁾ A ocorrência de textura deletéria às propriedades mecânicas em aços inoxidáveis tipo ABNT 430 está associada à quantidade relativa destas fases.⁽⁴⁾

O campo bifásico é muito sensível tanto à presença de carbono e nitrogênio, como mostrado na figura 1, bem como de outros elementos como Mn, Ni, Si, entre outros. Pequenas variações na composição das ligas podem levar a diferentes microestruturas, ou seja, diferentes frações volumétricas das fases ou mesmo ausência da fase austenítica durante a laminação a quente. A dilatometria é uma técnica utilizada para explorar regiões de diagrama de fases, como o campo bifásico, fornecendo resultados rápidos e de baixo custo.⁽⁵⁾

Neste trabalho, ensaios dilatométricos foram realizados para quantificação relativa das fases ferrita e austenita no intervalo de temperaturas de 900 a 1200°C. As microestruturas dos corpos de prova de dilatometria foram posteriormente analisadas por microscopia ótica e microscopia de força atômica para identificação e

quantificação das fases, bem como para acompanhar a dissolução dos precipitados presentes neste aço.⁽⁶⁾ Ensaios de penetração instrumentada foram realizados para avaliar a segregação de carbono e nitrogênio nas duas fases.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Foi estudado um aço comercial tipo ABNT 430, fornecido pela Acesita na forma de chapas de 0,6mm de espessura, cuja composição encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química do aço ABNT 430 (% em peso).

C	Si	Mn	Cr	P	S	N
0,05	0,45	0,30	16,2	0,035	0,01	0,03

Amostras para os ensaios de dilatométrica, medindo 12mm de comprimento e 2mm de largura, foram retiradas das chapas fornecidas. Os ensaios foram realizados em dilatômetro de têmpera ultra-rápida Adamel Lhomargy LK2, com taxa de aquecimento de 10°C/s até as temperaturas de 900, 950, 1000, 1050, 1100, 1150 e 1200°C, tempo de permanência de 30s, seguido de resfriamento ao ar. Curvas de variação do comprimento das amostras em função da temperatura, bem como suas derivadas, foram analisadas. A quantificação da fração de martensita existente nas amostras aquecidas nas diferentes temperaturas foi realizada através da medida do desvio da curva de dilatação em relação à reta tangente à parte linear da curva de resfriamento.

As amostras foram submetidas à preparação metalográfica convencional, constituída de embutimento, lixamento e polimento em panos de diamante de 3 μ m e 1 μ m. Para observação da martensita foi utilizado para o ataque químico o reagente Lepera composto de partes iguais das soluções A e B (Solução A: metabissulfato de potássio - 1g, H₂O destilada - 100ml; Solução B: ácido pícrico - 4g, álcool etílico - 100ml). Para observação dos precipitados as amostras foram polidas com suspensão de sílica coloidal e submetidas a ataque químico com reagente Vilella (5ml HCl, 1g ácido pícrico, 100ml etanol).⁽⁷⁾

Imagens das amostras foram realizadas por microscopia óptica e microscopia de força atômica. As imagens de microscopia de força atômica foram obtidas em equipamento Dimension 3000, da Digital Instruments Inc., operando no modo de contato intermitente.

Para a medida das durezas das fases ferrítica e martensítica, ensaios de penetração instrumentada foram realizados em equipamento TriboScope da Hysitron Inc. acoplado ao microscópio de força atômica, operando com indentador Berkovich, com carga máxima de 500 μ N e tempos de carga, permanência na carga máxima e descarga de 15, 5 e 5s, respectivamente. Para observação dos precipitados, a carga máxima foi reduzida para 200 μ N para evitar influência da matriz.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra a curva dilatométrica típica de uma amostra de aço ABNT 430, durante aquecimento e resfriamento. No aquecimento, observa-se o início da transformação de fase ferrita \rightarrow austenita ($\alpha \rightarrow \gamma$) em torno de 900° C, quando a temperatura atinge a região do campo bifásico. A contração devido a transformação é pequena, dificultando a quantificação de γ formada em função da temperatura. No resfriamento, a austenita formada em temperaturas elevadas sofre a transformação

austenita→martensita ($\gamma \rightarrow \alpha'$, α' - fase tetragonal de corpo centrado). A contração relacionada à transformação martensítica é acentuada e a temperatura de início bem definida, possibilitando avaliar a quantidade de martensita formada. A temperatura M_s situa-se em torno de 200°C.

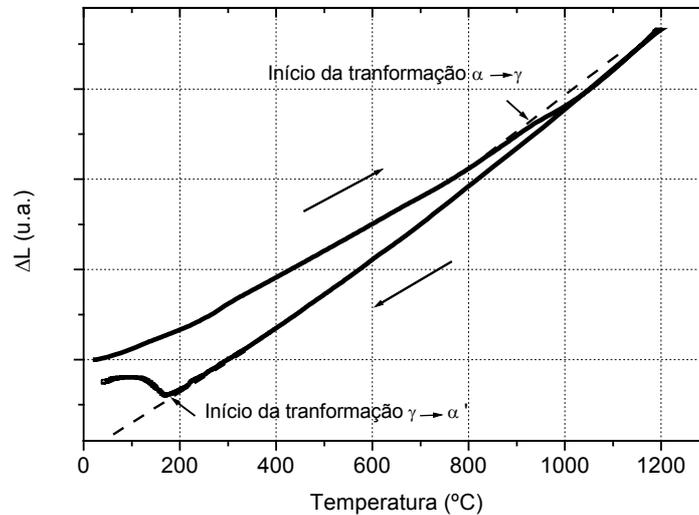


Figura 2 – Curva dilatométrica no aquecimento e resfriamento de amostra de aço ABNT 430 mostrando, no aquecimento, o início do campo bifásico $\alpha \rightarrow \gamma + \alpha$ e, no resfriamento, a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$.

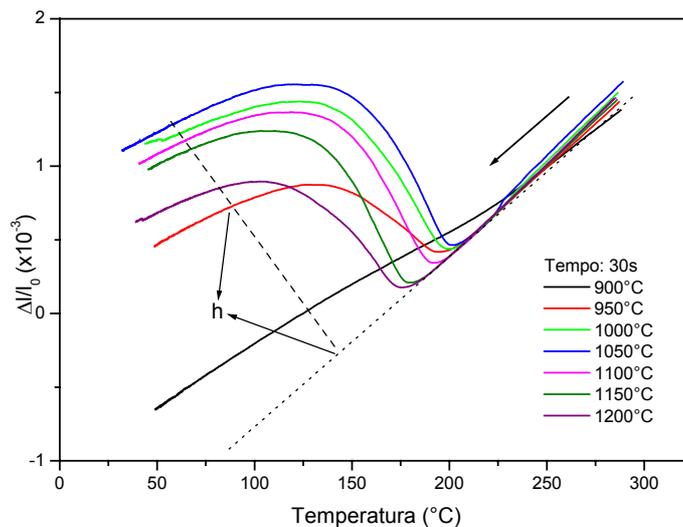


Figura 3 – Curvas dilatométricas de resfriamento do aço ABNT 430 mostrando a transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$ em amostras aquecidas em diferentes temperaturas no intervalo 900-1200°C.

A Figura 3 mostra em detalhe as curvas de transformações $\gamma \rightarrow \alpha'$ em amostras aquecidas até as temperaturas de 900 a 1200°C. Assumindo que as quantidades de martensita transformada sejam proporcionais às alturas em relação às linhas bases, como por exemplo, a altura “h” indicada na curva de 950°C, pode-se avaliar estas quantidades e correlacioná-las com as frações volumétricas de austenita em cada temperatura. Trata-se de uma medida proporcional e não absoluta da fração de γ .

A Figura 4 mostra as microestruturas dos corpos de prova dos ensaios de dilatométrica apresentados na Figura 3. A matriz cinza é a ferrita e as regiões claras correspondem a martensita.

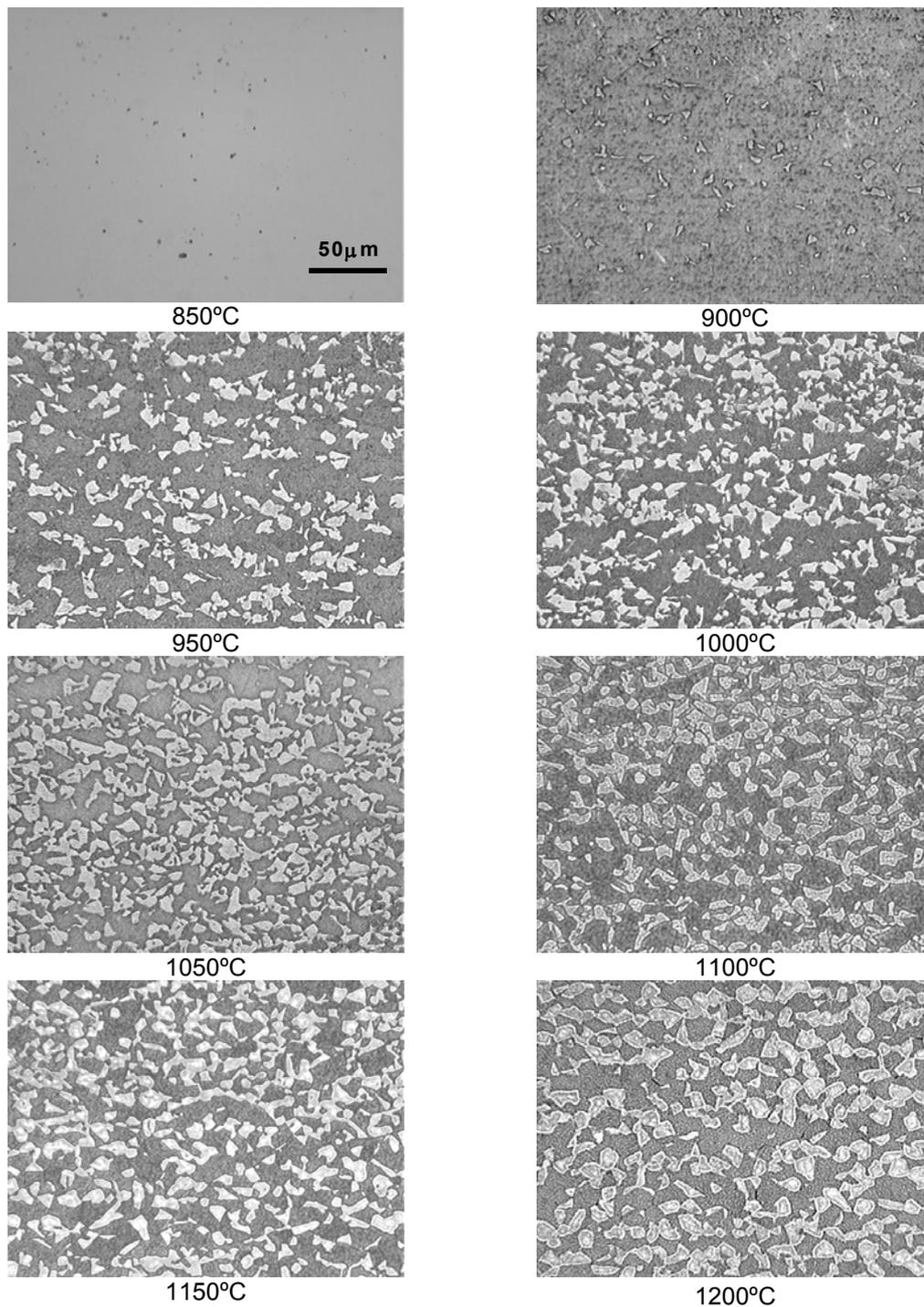


Figura 4 – Microestrutura dos corpos de prova de dilatométrica dos ensaios da figura 3 após ataque com reagente Lepera.

A Figura 5 relaciona as quantidades da fase γ em função das temperaturas no campo bifásico obtidas por dilatométrica e análise microestrutural. Observa-se a semelhança entre as duas curvas, mostrando a boa correspondência entre os resultados das técnicas de análise utilizadas. A quantidade máxima da fase γ foi obtida, pelas duas técnicas, na temperatura de 1050°C.

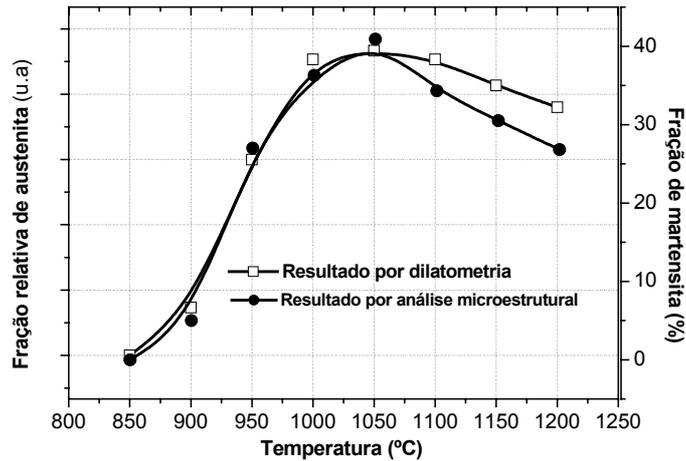


Figura 5 – Frações volumétricas de austenita em diferentes temperaturas de aquecimento no campo bifásico obtidas por dilatométrica e por análise microestrutural.

Outro resultado que pode ser extraído da Figura 3 é que a temperatura de início da transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$, M_s , decresce com a temperatura de aquecimento, conforme mostrado na Figura 6. Este fato deve estar, provavelmente, associado à variação da concentração de carbono e nitrogênio na austenita. O aumento do teor destes intersticiais na austenita acarreta em diminuição de M_s .

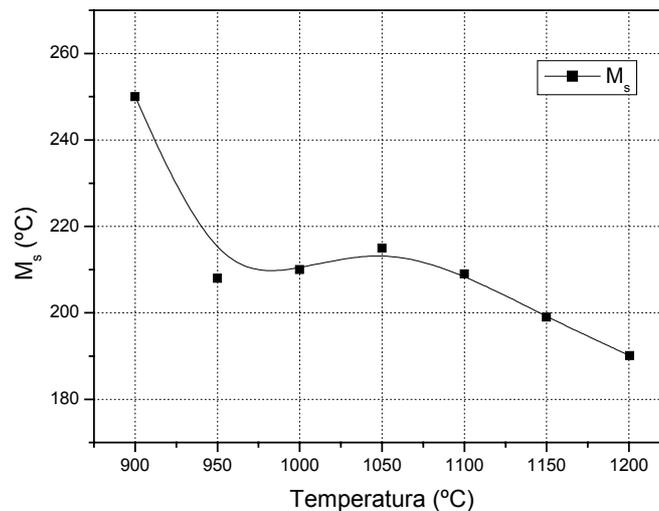


Figura 6 – Temperatura de início das transformações obtidas a partir das curvas de resfriamento da figura 3 em função da temperatura de pico no campo bifásico.

Três fatores devem ser considerados para estimar-se os teores de carbono e nitrogênio na austenita:

- a dissolução dos carbonetos,
- a distribuição destes elementos nas duas fases,
- e a fração volumétrica de austenita.

A dissolução dos precipitados tende a baixar M_s uma vez que eleva a quantidade de carbono e nitrogênio em solução.⁽⁸⁾ Estes intersticiais apresentam maior solubilidade na austenita do que na ferrita, segregando então para essa fase. A fração volumétrica de austenita apresenta um máximo em torno de 1050°C, resultando em

teores mais baixos de carbono e nitrogênio na austenita nesta temperatura, acarretando aumento de M_s (Figura 6).

A Figura 7 mostra micrografias obtidas por microscopia de força atômica nas amostras aquecidas no intervalo entre 900 e 1050°C, durante 30s. Observa-se a presença de precipitados em ambas as fases até 1000°C, indicando que acima desta temperatura o carbono encontra-se totalmente em solução sólida.

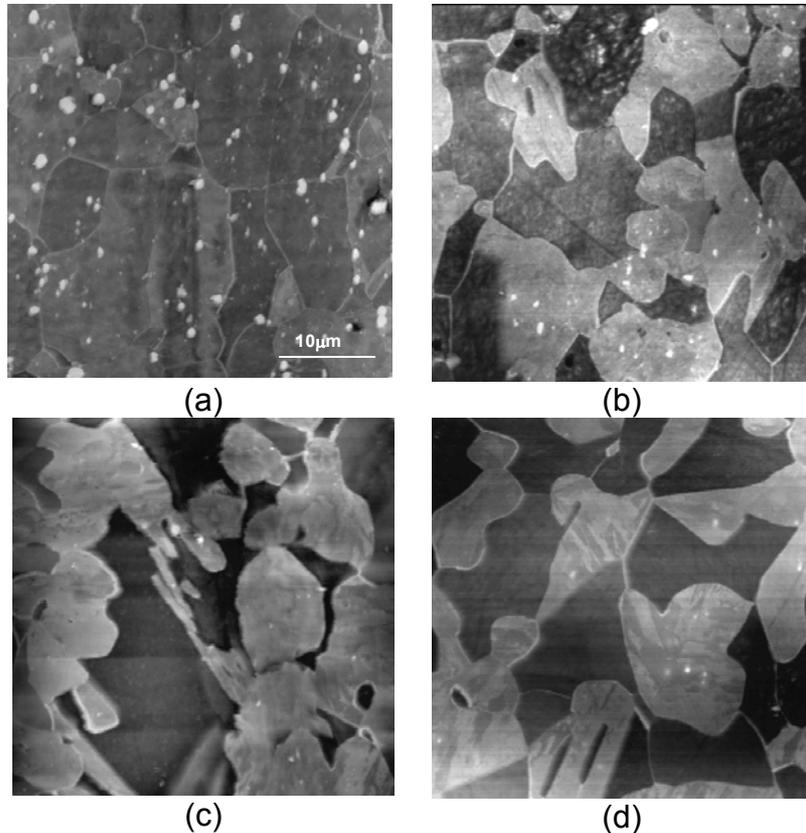
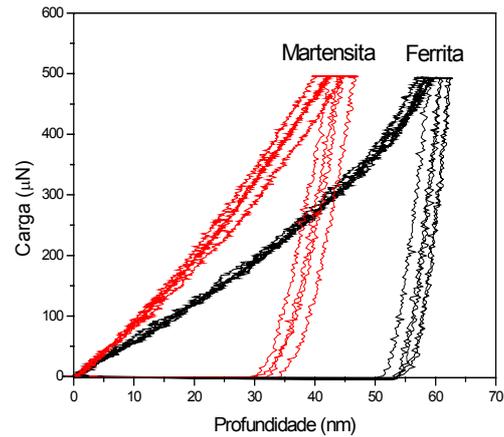
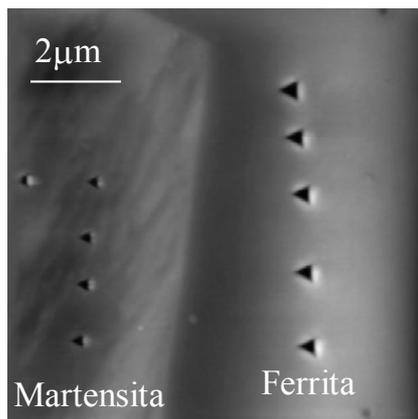


Figura 7 – Imagens de MFA das amostras aquecidas a (a)900, (b)950, (c)1000 e (d)1050°C respectivamente, mostrando a dissolução dos precipitados.

As Figuras 8(a) e 8(b) mostram imagens de microscopia de força atômica de indentações realizadas na ferrita e na martensita na amostra aquecida até 1150°C, e suas curvas de penetração instrumentada, respectivamente. A diferença de dureza das duas fases pode ser percebida pelo tamanho das indentações e pelos valores obtidos nas curvas 3,7GPa (dureza) para a ferrita e 6,5GPa para a martensita. Não foram observadas diferenças significativas na dureza das duas fases nas amostras aquecidas nas temperaturas entre 950 e 1150°C, corroborando os resultados de M_s que variou pouco nesta faixa de temperaturas.



(a)

(b)

Figura 8 – Indentações (a) e curvas de penetração instrumentada (b) obtidas nas na ferrita e na martensita da amostra aquecida a 1150°C.

A Figura 9 mostra curvas de penetração instrumentada obtidas em precipitados e na matriz ferrítica do aço ABNT 430 como recebido. Os valores de dureza dos precipitados e da matriz obtidos das curvas foram: 23,0GPa e 5,5GPa, respectivamente. O valor medido para a ferrita é mais elevado do que aquele da amostra aquecida a 1150°C. Esta diferença se deve ao fato da carga máxima ter sido reduzida de 500μN para 200μN para avaliação dos precipitados. Com esta carga mais baixa o efeito do tamanho da indentação⁽⁹⁾ leva a um aumento no valor de dureza medida.

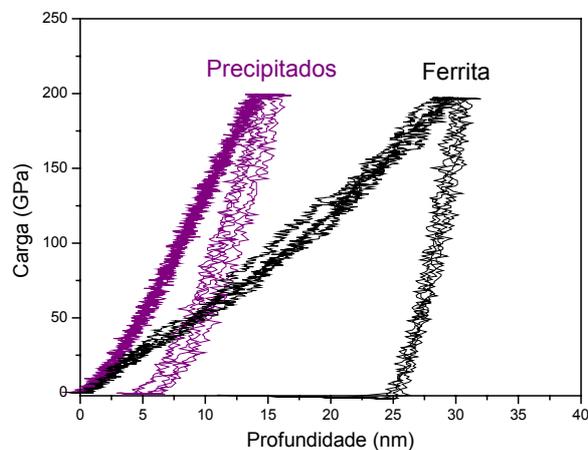


Figura 9 – Curvas de penetração instrumentada obtidas em carbonetos e na matriz ferrítica de aço ABNT 430.

4 CONCLUSÕES

- As transformações $\alpha \rightarrow \gamma$, $\gamma \rightarrow \alpha'$ do aço ABNT430 são observadas por dilatometria. A transformação martensítica é mais evidente na curva dilatométrica que a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$.
- A quantidade de austenita formada na região bifásica pode ser estimada indiretamente nas curvas dilatométricas por meio da transformação $\gamma \rightarrow \alpha'$.

- A análise das curvas de dilatométrica é complementada por análises metalográficas objetivando resultados quantitativos das frações das fases presentes.
- M_s decresce em função do aumento do teor de C e N na austenita, que por sua vez são inversamente proporcionais a quantidade de austenita
- A dissolução de precipitados nas temperaturas do campo bifásico foi investigada por microscopia de força atômica, mostrando ser esta técnica ferramenta adequada ao estudo microestrutural.
- Medidas de nanodureza por ensaios de penetração instrumentada possibilitam a análise das diferentes fases, bem como dos precipitados, separadamente, fornecendo informações complementares para a avaliação da microestrutura.

Agradecimentos

Os autores agradecem a ACESITA pelo fornecimento de material. JMCV e NJLO agradecem ao RHAEC/CNPq por bolsa de Especialista Visitante, FHAS agradece a Capes pela concessão de bolsa de Mestrado e MSA agradece a FAPEMIG pela bolsa de pesquisa.

REFERÊNCIAS

- 1 KRAUS, G.; **Steels: Heat Treatment and Processing Principles**, ASM International, 1990, p 351–399.
- 2 PECKNER, Donald; BERNSTEIN, I. M.; **Handbook of Stainless Steels**, McGraw-Hill Book Company; 1977, p 5-4.
- 3 SUZUKI, K., ASAMI, S., SUZUKI K., Microsegregation of chromium and carbon and ridging phenomenon in 18 Cr stainless steel sheets. In: Transactions ISIJ, 24, p 1–6, 1984.
- 4 Huh, M.-Y, Engler, O.: Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17% Cr ferritic stainless steel sheet. **Materials Science and Engineering A308**, p. 74-87, 2001.
- 5 ANDRADE M. S.; SILVA F. H. A.; VILELA J. M. C.; OLIVEIRA N. J. L.; MORAES J. M. D.; Quantification of ferritic and austenitic phases in AISI 430 stainless steel. SBPMat Florianópolis 2006.
- 6 VILELA J. M. C; OLIVEIRA N. J. L; TALARICO M. L.; ANDRADE M. S.; BARBOSA R. A. N. M.; GONÇALVES I. N.; OLIVEIRA T. R.; Grains and sub grains identification in AISI430 stainless steel with atomic and magnetic force microscopies. **Microscopy & Microanalysis**, V11, n S03, p. 150-153, 2005
- 7 VUROBI Jr. S., CINTHO O. M. Técnicas Metalográficas Para Caracterização Microestrutural dos Aços, II Encontro de Engenharia e Tecnologia dos Campos Gerais 2006.
- 8 REED-HILL R. E. **Princípios de Metalurgia Física**. 2ª edição, 1973, cap 18, p. 593-634.
- 9 FISCHER-CRIPPS, Anthony C.; **Mechanical Engineering Series – Nanoindentation**, Springer-Verlag, 2002, p.67-71.