

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE REAQUECIMENTO E DO TEMPO ENTRE PASSES NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS*

Mariana Beatriz dos Reis Silva¹
José Maria Cabrera Marrero²
Virgine Roche³
Telma Blanco Matias⁴
Oscar Balancin⁵
Alberto Moreira Jorge Júnior⁶

Resumo

A influência da temperatura de reaquecimento e do tempo entre passes na evolução microestrutural dos ASTM F138 e ISO 5832-9 durante o processamento termomecânico simulado foram investigados. Ambos os materiais foram reaquecidos a 1200°C e, por comparação, o ISO 5832-9 foi reaquecido a 1250°C. As amostras foram submetidas a simulações de deformações em testes de torção com tempo entre passes de 50 e 5 s. As amostras foram caracterizadas por MO, MET, EDX, EBSD e testes de microdurezas. As curvas de tensão-deformação, a evolução microestrutural e precipitação foram analisadas e correlacionadas com o refinamento de grãos. O aço ISO 5832-9 reaquecido a 1250°C mostrou um comportamento diferente devido a maior dissolução dos precipitados.

Palavras-chave: Processamento termomecânico; Recristalização; Nióbio.

INFLUENCE OF REHEATING TEMPERATURE AND INTERPASS TIME ON THE MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF AUSTENITIC STAINLESS STEELS

Abstract

The influence of the reheating temperature and the interpass time on the microstructural evolution of ASTM F138 and ISO 5832-9 steels during the simulated thermomechanical-processing was investigated. Both materials were reheated to 1200°C and, for comparison, ISO 5832-9 was also reheated to 1250°C. Samples were subjected to schedules of deformation by torsion testing with interpass times of 50 or 5 s. Samples were characterized by OM, TEM, EDS, EBSD and microhardness tests were also performed. The flow stress curves, microstructural evolution and precipitation were analyzed and related to grain refinement. Steel ISO 5832-9 reheated to 1250°C showed a behavior something different due to greater dissolution of precipitates.

Keywords: Thermomechanical processing; Recrystallization; Niobium.

¹ Química, Doutora, Estudante de Pós-Doutorado, Departamento de Engenharia de Materiais - UFSCar, São Carlos-SP, Brasil.

² Engenheiro Industrial, Doutor, Professor, Departamento de Ciências dos Materiais e Engenharia Metalúrgica – UPC, Barcelona e Fundação CTM Centro de Tecnologia, Manresa, Espanha.

³ Engenheira Química, Doutora, Prof. Assistente - Université Joseph Fourier - Grenoble - France.

⁴ Química, Doutora, Pesquisadora, Departamento de Engenharia de Materiais - UFSCar, São Carlos-SP, Brasil.

⁵ Físico, Doutor, Professor, Departamento de Engenharia de Materiais - UFSCar, São Carlos-SP, Brasil.

⁶ Engenheiro Eletricista, Doutor, Professor, Departamento de Engenharia de Materiais - UFSCar, São Carlos-SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis austeníticos têm sido amplamente aplicados em implantes ortopédicos. Entre estes aços, o F138 é o mais usado. Entretanto devido ao alto teor de níquel presente no F138 e sua baixa resistência na condição recozida e susceptibilidade a corrosão localizada [1], um aço com alto nitrogênio e nióbio, o ISO 5832-9, tem sido utilizado como uma alternativa para o F138.

É bem conhecido que há vários fatores determinantes no condicionamento da microestrutura e que as propriedades finais dos materiais dependem do efeito combinado da composição química e do processamento termomecânico [2]. Estes fatores determinam as condições de recristalizações, que poderá de fato, controlar o tamanho de grão final e conseqüentemente às propriedades mecânicas finais.

Dentro do contexto acima, a rota de processamento deve ser levada em consideração. Assim, temperaturas de processamento e número de passes de deformações devem ser considerados. A escolha correta da temperatura para processamentos de aços com elementos microligantes é de extrema importância porque ela determina o tamanho de grão inicial, a quantidade de solução sólida e a fração volumétrica dos precipitados no começo do processamento. O controle da re-precipitação é crítico porque o tamanho, a distribuição e a fração volumétrica dos novos precipitados são responsáveis pelo refinamento de grão. Durante o processamento termomecânico, há a competição entre recuperação, recristalização, precipitação e efeito de soluto. O conhecimento dos mecanismos operantes pode ajudar na obtenção de materiais com microestruturas finas e homogêneas e boas propriedades mecânicas [3]. No presente trabalho, os aços inoxidáveis austeníticos F138 (sem nióbio) e o ISO 5832-9 (alto N e Nb) foram submetidos a processamento termomecânico simulado em temperaturas de início distintas e diferentes tempos entre passes durante múltiplas deformações em resfriamento contínuo, na tentativa de elucidar o efeito destes parâmetros na microestrutura final.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os aços foram fornecidos pela Villares Metals (Brasil) na forma de barras com diâmetro de 20 mm e a composição química é dada na Tabela 1. As barras foram recozidas por 1030°C por 60 min e resfriadas em água. Corpos de provas com raios de 5 mm e 10 mm de comprimento com redução na secção central foram confeccionados a partir das barras. As espécies foram testadas em torção a quente com múltiplas deformações em resfriamento contínuo, simulando um processo industrial. As amostras dos aços F138 e ISO 5832-9 foram reaquecidas a 1200°C a uma taxa de 5,5°C/s e mantidas nesta temperatura por 300 s. Assim, estas condições foram nomeadas como F138 (1200°C) e ISO (1200°C). Para comparação, o ISO 5832-9 também foi aquecido para a condição operacional de 1250°C, nomeado de ISO 1250°C. As espécies foram então submetidas a passes de deformações sucessivos em condições de resfriamento contínuo com deformação verdadeira (ϵ) de 0,3 e taxa de deformação constante de 1.0 s⁻¹. Para avaliar as microestruturas, os testes foram interrompidos nos 2º, 6º e 13º passes. Os tempos entre passes foram de 50 ou 5 s. As taxas de resfriamento foram de 24°C/min (50 s) e 240°C/min (5 s), de maneira que a temperatura foi reduzida de 20°C em cada passe em qualquer condição de tempo entre passes. Após a última deformação, as amostras foram resfriadas em água.

Microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica da transmissão (MET), espectroscopia de energia dispersiva (EDX), difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e testes de microdurezas foram usados para caracterizar os materiais. As microestruturas para MO foram reveladas por ataque eletrolítico usando solução de ácido nítrico (65%), densidade de corrente de 0,5 A/cm² e tempos variando de 20 a 60 segundos, dependendo da microestrutura. O tamanho de grão médio foi determinado pela medida do diâmetro de Feret (ao menos 400 grãos). Análises de MET foram feitas em lâminas finas e replicas de carbono. Lâminas finas foram preparadas por polimento eletrolítico utilizando mistura de ácido acético (95%) e perclórico (5%). Microdurezas foram determinadas com um indentador Vickers com carga de 500 g e em algumas regiões específicas com carga de 25 g.

Tabela 1. Composições químicas dos aços inoxidáveis austeníticos (wt%)

| | C | Si | Mn | Ni | Cr | Mo | S | P | Cu | N | Nb | V | Ti | Fe |
|-------------|-------|------|------|-------|-------|------|--------|-------|------|-------|------|------|-------|------|
| ISO | 0,031 | 0,38 | 3,98 | 10,43 | 20,43 | 2,46 | 0,0018 | 0,022 | 0,12 | 0,35 | 0,28 | 0,12 | 0,005 | bal. |
| F138 | 0,011 | 0,19 | 1,75 | 14,30 | 17,30 | 2,77 | <0,001 | 0,019 | 0,09 | 0,079 | - | - | - | bal. |

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1.a mostra as curvas de tensão-deformação dos testes de torção nas condições estudadas. Em geral, a tensão aumenta com o decréscimo da temperatura. Em qualquer temperatura de reaquecimento, na mesma temperatura, o nível de tensão para deformar o ISO 5832-9 foi maior do que para o F138. A diferença é ainda maior em temperaturas menores. A diferença nos níveis de tensão pode ser associada com a presença de partículas de segunda fase, que estão unicamente presentes no aço ISO, devido ao alto teor de N e Nb. Quando os experimentos começam em 1200°C, não foram observadas diferenças significativas entre as curvas obtidas em 50 ou 5 s para o mesmo material. Entretanto, diferenças nas formas das curvas e nos níveis de tensão são claramente observados quando o ISO (1250°C) foi processado com diferentes tempo entre passes.

Os comportamentos descritos acima podem melhor serem visualizados na Figura 1.b, em que é apresentada a tensão média equivalente (TME) vs. o inverso da temperatura absoluta (1/T) para tempo entre passes de 50 s. Comparando as condições de reaquecimento de 1200°C e 1250°C, pode-se ver que para as simulações começando em 1200°C, as curvas cresceram gradualmente. Entretanto, o crescimento da curva é significativamente maior para o aço ISO. Durante a primeira deformação, o aço (1250°C) endurece e sequentemente recristaliza estaticamente no tempo entre passes. Embora a temperatura diminua no segundo passe, o nível de tensão é menor que no primeiro passe, indicando que mais de um mecanismo estava agindo. Este efeito pode ser associado com o coalescimento dos precipitados presentes durante a deformação (região I). Entre o 3º e 6º passes (região II) o aumento de tensão deve ao decréscimo da temperatura e precipitados formados, e entre o 7º e 13º passes (região III), em adição ao efeito da temperatura, provavelmente ocorre maior quantidade de precipitados finos, fazendo com que o aumento da tensão seja mais acentuado. A transição entre as regiões II e III caracteriza a temperatura de transição análoga a temperatura de não-recristalização (T_{nr}) observada em aços microligados, em que há uma transição entre regiões completamente recristalizadas para regiões recristalizadas parcialmente.

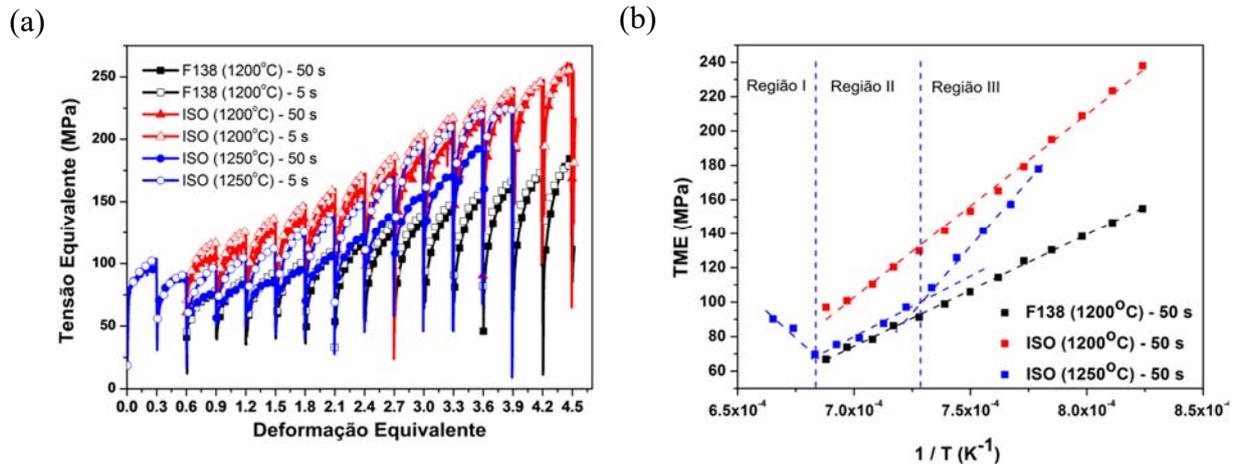


Figura 1. Curvas tensão-deformação com 13 passes de deformação e tempo entre passes de 50 e 5 s, para o F138 e ISO 5832-9 (a). Dependência da tensão média equivalente (TME) com o inverso da temperatura absoluta ($1/T$) para tempo entre passes de 50 s.

Com a finalidade de monitorar a evolução microestrutural, as amostras foram resfriadas em água imediatamente após o 2º, 6º e 13º passes ou após o tempo entre passes. A Figura 2 mostra resultados de EBSD para o ISO (1200°C) após 6 passes e tempo entre passes de 50 s para a amostra resfriada imediatamente após a deformação (Figuras 2.a e 2.b) e após o tempo entre passes (Figuras 2.c e 2.d). Após a deformação (Figura 2.a), foi observado a presença de grãos alongados, cercados por grãos pequenos em processo de crescimento. Isto caracteriza o mecanismo de necklace, que foi encontrado em todos os materiais analisados neste trabalho e é típico de materiais que sofrem recristalização dinâmica. A Figura 2.b mostra contornos de alto ângulo (linhas azuis) e de baixo ângulo (linhas vermelhas), indicando recristalização parcial: aproximadamente 60% dos grãos estão recristalizados.

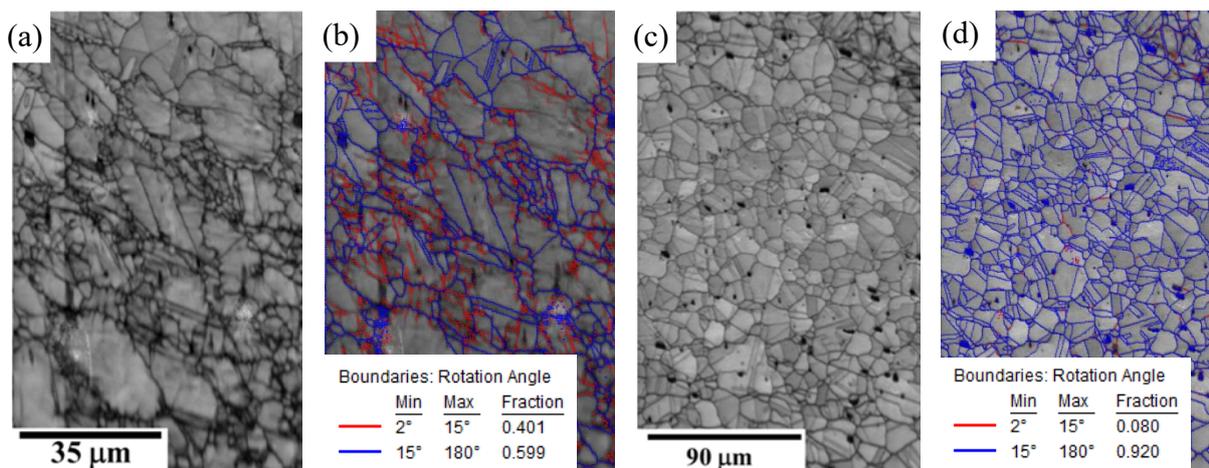


Figura 2. Imagens de EBSD das amostras com 6 passes e tempo entre passes de 50 s para o ISO 1200°C: (a) e (b) resfriadas imediatamente após a deformação e (c) e (d) após o tempo entre passes. Mapas da qualidade de imagem: (a) e (c). Mapas de orientação da imagem (OIM) mostrando contornos de alto ângulo (grãos - $\theta > 15^\circ$ - linhas azuis) e baixo ângulo (subgrãos - $2^\circ < \theta < 15^\circ$ - linhas vermelhas): (b) e (d).

A Figura 2.c mostra uma imagem obtida na mesma condição da Figura 2.a, mas após o tempo entre passes. Neste caso, a microestrutura é composta por grãos não

deformados com alguns grãos ligeiramente maiores que outros, quando comparados com os da Figura 2.a. A quantidade de contornos de alto ângulos (Figura 2.d) é maior que na Figura 2.b. Neste caso, a fração recristalizado foi de 92%. Em média, para outras condições (após tempo entre passes) as frações ficaram acima de 85%, indicando amaciamento total dos materiais.

As microestruturas foram caracterizadas após reaquecimento, sendo observado que os tamanhos de grãos foram de 91 μm para o F138, 42 μm para o ISO 1200°C e 62 μm para o ISO 1250°C. O gráfico (Figura 3.a) apresenta a evolução do tamanho de grão em função do número de passes e tempo entre passes. Pode ser observado que o tamanho de grão diminui conforme as deformações foram aplicadas, e menores tempo entre passes (5 s) produziram menores tamanhos de grãos médios. Após 13 passes, a microestrutura para a condição do ISO (1200°C) (Figura 3.b) foi mais refinada e homogênea que para a condição do ISO (1250°C) (Figura 3.c). Adicionalmente, pode ser notado que alguns grãos são mais alongados (grãos mais claros) para o ISO (1250°C), indicando recristalização para parcial. Neste caso (13 passes e tempo entre passes de 50s), medidas deram um tamanho de grão médio de 11,1 μm para o ISO (1250°C) e 6,5 μm for ISO (1200°C). Quando o tempo entre passes foi de 5 s, os resultados foram de 5,1 μm para o ISO (1250°C) e 2,5 μm para o ISO (1200°C). Analisando a evolução para o ISO (1200°C) e ISO (1250°C), foi observado que os grãos obtidos no final do processamento para o ISO (1200°C) e no F138 (1200°C) são menores do que no ISO (1250°C).

Testes de microdurezas para o F138 e ISO 5832-9 são mostrados na Figura 4.a para todas as amostras. No geral, independente do material ou condição, a dureza aumenta conforme aumenta o número de passes. A primeira vista, isto pode ser diretamente relacionado com o tamanho de grão. Entretanto, é válido notar que a

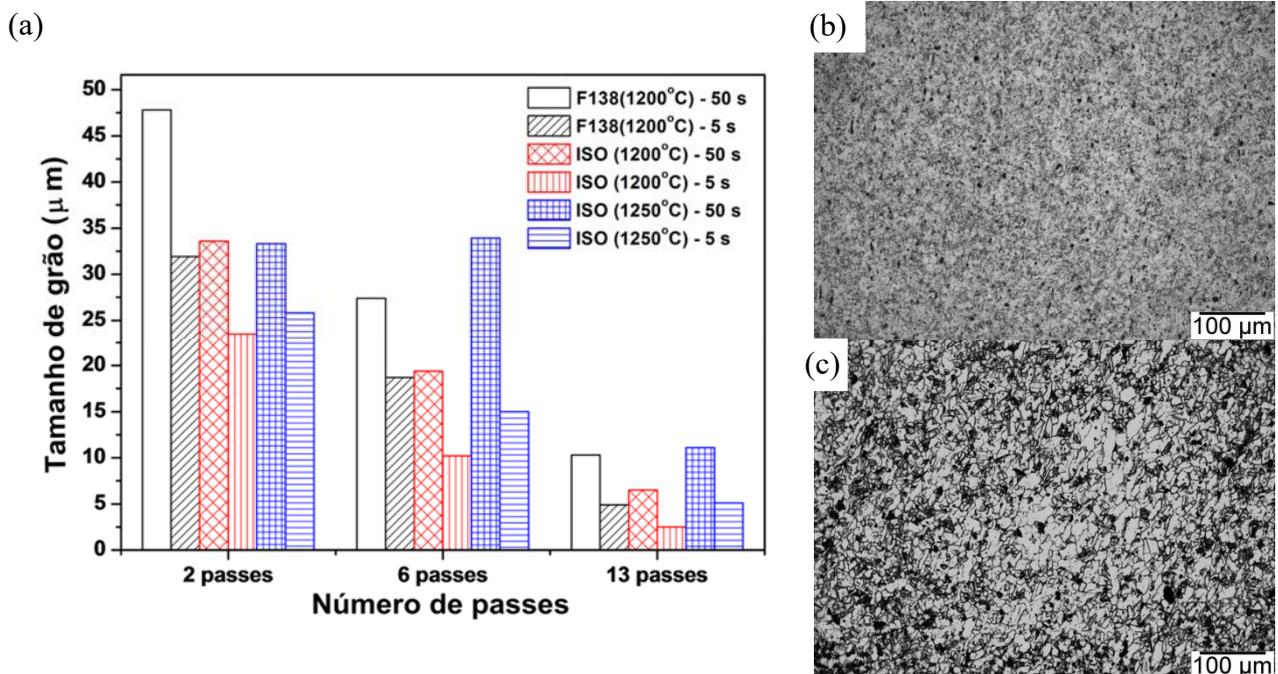


Figura 3. Gráfico da evolução do tamanho de grão em função dos números de passes e tempo entre passes (a). Micrografias óticas do ISO 5832-9 após 13 passes e tempo entre passes de 50 s: ISO 1200°C (b) e ISO 1250°C (c).

dureza do F138 é sempre, em média, 90 HV menor que para os aços ISO. Isto significa que existe também a contribuição de partículas de segunda fase nas

condições com o ISO. Medidas de microdurezas adicionais para o ISO (1250°C) foram feitas com uma carga de 25 em regiões específicas, como apresentado nas Figuras 4.b e 4.c. Os resultados das medidas deram 346 ± 22 HV para partículas grandes + matriz (1), 271 ± 11 HV para contornos de grãos (2) e 293 ± 15 HV dentro dos grãos (3). É interessante observar é que a dureza para o ISO (1200°C) é sempre maior que para o ISO (1250°C), assim como o campo de tensão ao redor de partículas grandes é aproximadamente 27% maior que na matriz; a dureza aumenta conforme partículas maiores estão presentes. Nosso trabalho anterior [4] acompanhou a evolução dos tamanhos dos precipitados, mostrando que maiores tempo entre passes favorece o crescimento dos precipitados. Levando em consideração que não houve a dissolução de partículas maiores no ISO (1200°C), este efeito é esperado ser mais pronunciado nesta condição.

A Figura 5 mostra detalhes da precipitação no ISO (1250°C) (Figura 5.a) e no ISO (1200°C) (Figura 5.b) após dois passes de deformação. Pode ser visto que o último tem maior quantidade de partículas grandes bem distribuídas em um mesmo volume que a anterior, justificando os comentários acima sobre o efeito de reforço destas partículas. Precipitação fina foi importante para controlar o tamanho de grão na condição do ISO (1250°C). A Figura 5.c mostra uma imagem de MET (lâminas finas) para a amostra após 13 passes do ISO (1250°C) onde pode ser observada grande quantidade de precipitados: alguns livres no interior dos grãos, outros estão interagindo com os contornos de grãos e outros com discordâncias (grão central superior). Replicas de carbono foram produzidas para analisar os precipitados sem a interferência da matriz. Os resultados mostraram que precipitados não dissolvidos durante o reaquecimento são TiNbN e os outros formados durante o processamento são fase Z (CrNbN). A Figura 5.d mostra precipitados formados em alta temperatura (2 passes), análises de EDX (Figura 5.e) e difração de elétrons (Figura 5.f) do precipitado 1, confirmando a fase Z.

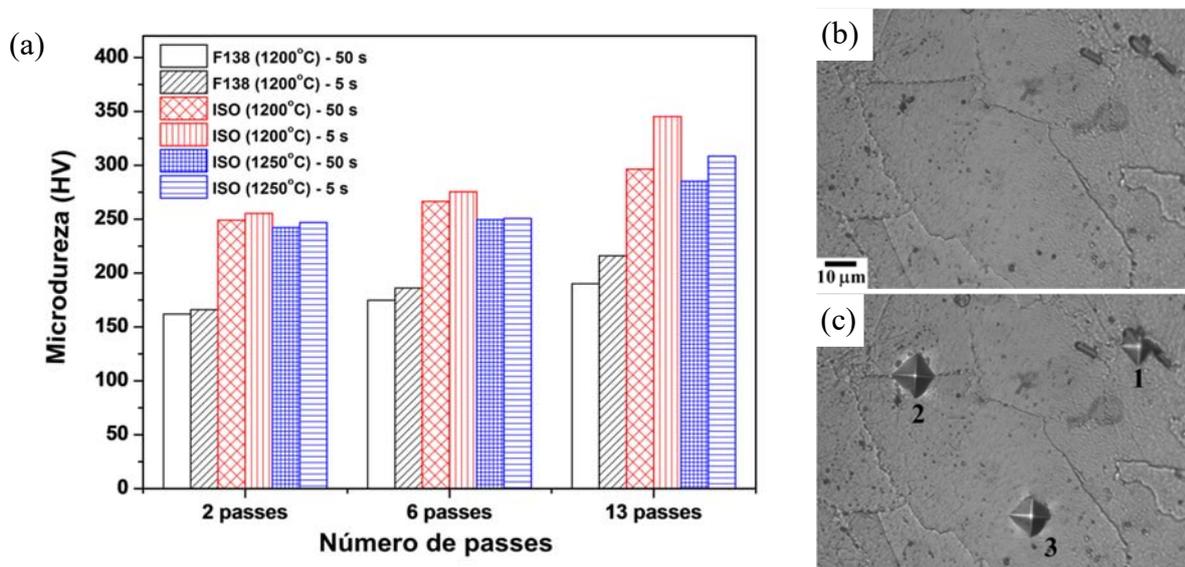


Figura 4. Dependência da microdureza em função do número de passes e tempo entre passes para os aços F138 e ISO 5832-9 (a). Imagens mostrando as medidas de microdurezas nos contornos de grãos, partículas grandes e pequenas na amostra do aço ISO 5832-9 (1250°C – 2 passes) resfriado imediatamente após a deformação (b) e (c).

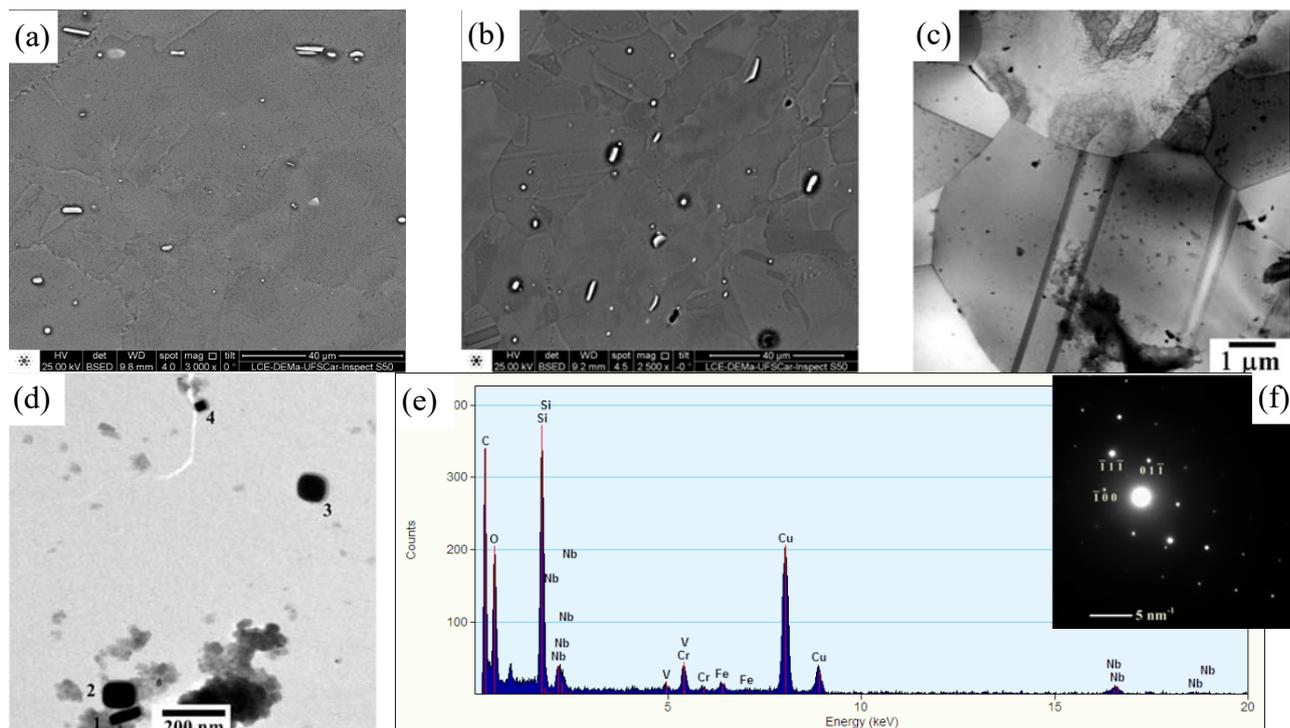


Figura 5. Micrografias de MEV mostrando precipitados para o ISO 5832-9: ISO (1250°C) (a) e ISO (1200°C) (b). Micrografias de MET para condições do ISO (1250°C) (c-f): Imagem de campo claro de lâminas finas após 13 passes (c). Imagem de campo claro em réplicas de carbono após 2 passes e 50 s de tempo entre passes (d). Do precipitado 1: EDX (e) e análise de SAED confirmando a fase Z próxima ao eixo de zona [011] (f).

4 CONCLUSÃO

Os dados obtidos indicaram que em uma mesma temperatura, o nível de tensão para deformar o aço ISO 5832-9 foi maior do que para o ASTM F138 e a diferença nos níveis de tensão podem ser associadas com a presença de partículas de segunda fase no aço ISO. Réplicas de carbono indicaram que os precipitados não dissolvidos durante o reaquecimento são TiNbN e os formados durante o processamento são fase Z (CrNbN). Estas partículas podem alterar o nível e forma das curvas de tensão-deformação. No aço ISO reaquecido a 1250°C há uma temperatura de transição análoga a temperatura de não-recristalização (T_{nr}) observada em aços microligados causada pela precipitação induzida, porém esta transição não foi observada no mesmo aço quando o reaquecimento e processamento iniciou em 1200°C. Entretanto, o processamento começando em 1200°C para o ISO produziu grãos menores e microestruturas mais homogêneas que começando em 1250°C sem aumento significativo da carga de processamento nas mesmas temperaturas. Também, o tamanho de grão diminuiu conforme as deformações foram aplicadas, e o menor tempo entre passes (5s) produziu menor tamanho médio de grão. A microdureza aumentou em função do refinamento de grão, claramente mostrado pelo aço F138, que não possui precipitação. Em qualquer condição, o ISO 5832-9 apresentou maior microdureza do que o F138, enfatizando a importância do Nb no efeito das partículas de segunda fase, bem como reforço da matriz ou no controle do tamanho de grão.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), FAPESP (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo) e CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pelo suporte financeiro recebido nos projetos envolvidos e a Villares Metals, São Paulo, pelo fornecimento dos aços. Assim como as cooperações bilaterais CNPq (Brasil) e Ministério da Educação (Espanha) e CAPES (Brasil) e COFECUB/BRAFITEC (França).

REFERÊNCIAS

- [1] E.J. Giordani, A.M. Jorge Jr, O. Balancin, Evidence of strain-induced precipitation on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial. *Materials Science Forum*, 500-501, 2005, 179-186.
- [2] S. Vervynckt, K. Verbeken; B. Lopez, J.J Jonas, Modern HSLA steels and role of non-recrystallization temperature. *International Materials Reviews*, v.57, n.4, 2012, 187-207
- [3] A.J. Deardo, Modern Thermomechanical Processing of Microalloyed Steel: A Physical Metallurgy Perspective. *Microalloying'95 Conference Proceeding* (Pittsburgh). TMS-AIME, Warrendale, 1995,15-33.
- [4] M.B.R. Silva, J. Gallego, J.M. Cabrera, O. Balancin, A. M. Jorge Jr, Interaction between recrystallization and strain-induced precipitation in a high Nb- and N-bearing austenitic stainless steel: Influence of the interpass time, *Materials Science and Engineering A*, 637, 2015, 189-200.