

# INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO AUSTENÍTICO DE LIGAS À BASE DE Fe-Mn-Si COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA – RESULTADOS PRELIMINARES <sup>1</sup>

Christian Egidio da Silva <sup>2</sup>  
Jorge Otubo <sup>3</sup>

## Resumo

Ao longo da última década, ligas à base de Fe-Mn-Si com efeito de memória de forma têm sido estudadas intensamente como substitutas às tradicionais ligas Ni-Ti, apresentando menor custo, boa trabalhabilidade, boa usinabilidade e também boa soldabilidade. No entanto, pouquíssimos estudos têm avaliado a influência do tamanho de grão austenítico e orientações cristalográficas na capacidade de recuperação de forma de certos aços inoxidáveis. O presente estudo foi desenvolvido visto a escassez de bibliografia acerca deste tema. Para tanto, foram simulados, em laboratório, ciclos de austenitização, sempre seguidos de uma têmpera, a temperaturas de solubilização distintas – entre 800°C e 1.050°C. A composição química do material de partida é Fe-8,64Cr-5,13Ni-13,66Mn-5,59Si-0,014C. As amostras foram analisadas em microscópio ótico. Avaliou-se a alteração morfológica dos grãos, em função da temperatura, através do número de intersecções em uma determinada área, que acabou conduzindo a uma estimativa do tamanho médio do grão austenítico respectivo. Pode-se perceber que entre 800°C e 900°C a estrutura manteve-se similar. A partir da temperatura de 950°C pode-se observar um aumento do tamanho de grão austenítico. Comparando-se as temperaturas de 900°C e 1.050°C, observou-se um aumento do tamanho médio de grão de aproximadamente 2 (duas) vezes. Este trabalho apresenta alguns resultados preliminares.

**Palavras-chave:** Efeito de memória de forma; Fe-Mn-Si; Tratamento térmico; Solubilização.

## THE INFLUENCE OF HEAT TREATMENT TEMPERATURE ON THE MICROSTRUCTURE OF 'Fe-Mn-Si' SHAPE MEMORY ALLOY – FIRST RESULTS

### Abstract

In the last decade, Fe-Mn-Si shape memory alloys have been studied deeply in comparison to Ni-Ti shape memory alloys due to its low cost, good workability, machining and weldability. However, it have not been developed any studies in terms of the influence of austenitic grain size and/or crystallographic directions on the shape recovery capacity of stainless steel. This work was developed because the limitation of studies focused on those aspects. It were simulated heat treatment cycles at different austenitizing temperatures – from 800°C to 1,050°C – followed by a water quenching operation. The chemical composition of the material is Fe-8.64Cr-5.13Ni-13.66Mn-5.59Si-0.014C. It was used an optical microscopy to performing the analysis. It was analysed the grain size as a function of austenitizing temperature, in terms of intersection density within a specific area. For temperature 950°C it was noted an abrupt drop of number of intersections. It is possible to note an increase of 4 (four) times on the grain size when compared with the structures at 950°C and 1,050°C. In the range from 800°C to 900°C the structure remains quite similar. This work presents the first results obtained from the simulation of different grain size and its influence on the shape recovery capacity.

**Key words:** Shape memory alloy; Fe-Mn-Si; Heat treatment; Ageing.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

<sup>2</sup> Doutorando; Engenheiro Químico – Aços Villares / PPG-EAM ITA.

<sup>3</sup> Doutor, Professor Adjunto; Área de Física e Química dos Materiais Aeroespaciais – EAM ITA.

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Efeito de Memória de Forma

É bem conhecido que o processo de deformação de metais “convencionais” é constituído por alguns estágios: (i) deformação elástica; (ii) deformação plástica; (iii) fratura.

No entanto, alguns materiais, designados por “ligas com memória de forma”, apresentam um comportamento diferente para o processo de deformação (itens “i” e “ii”). Este comportamento deve-se à capacidade do material “recuperar a forma” original durante o processo de deformação.

O efeito de memória de forma é o termo usado para descrever a capacidade de certos materiais, após serem deformados plasticamente, de voltarem ao estado original com o aquecimento em temperaturas acima da temperatura de fim da reversão da martensita em austenita (ou seja, acima de  $A_F$ ). Quando um material “convencional” é deformado além do seu limite elástico, seja por tração, compressão ou dobramento, ele apresentará uma deformação plástica permanente, não retornando a sua forma original com posterior aquecimento. Sendo o mesmo procedimento aplicado a um material que apresenta “efeito de memória de forma”, ao ser posteriormente aquecido (desde que seja ultrapassada  $A_F$ ), o mesmo voltará ao estado original.<sup>(1,2)</sup>

## 1.2 Histórico do Desenvolvimento de Ligas com Efeito de Memória de Forma

Otubo, Mei e Koshimizu<sup>(1)</sup> e Kajiwara<sup>(3)</sup> descrevem um breve histórico do desenvolvimento de tais ligas ao longo do tempo. As primeiras ligas com efeito de memória de forma foram desenvolvidas na década de 50, utilizando-se como material Ouro-Cádmio (1951) e Índio-Tálio (1953). Na década de 60 foram desenvolvidas as ligas Níquel-Titânio pela NASA (*National Aeronautics and Space Administration*) e ligas à base de Cobre. Embora as ligas à base de Cobre sejam de fabricação mais fácil, as ligas Níquel-Titânio são as mais conhecidas e as mais importantes em termos de aplicação, apresentando recuperação de forma entre 6% e 8%. Porém, ainda são ligas caras e de difícil elaboração, o que inviabiliza uma maior aplicabilidade, abrindo a possibilidade do desenvolvimento de novas ligas. Ao longo da década de 80 foi verificado que ligas à base de Ferro também exibiam o efeito de memória de forma sob certas condições. Pode-se citar como exemplo, as seguintes ligas: Ferro-Platina, Ferro-Paládio, Ferro-Níquel-Cobalto-Titânio, Ferro-Manganês-Silício, Ferro-Manganês-Cromo-Níquel, entre outras combinações.

Ao longo da última década, ligas à base de Fe-Mn-Si com efeito de memória de forma têm sido estudadas de forma intensa como substitutas às tradicionais ligas Ni-Ti, apresentando menor custo, boa trabalhabilidade, boa usinabilidade e também boa soldabilidade. No entanto, ainda não têm sido plenamente empregadas devido a sua menor recuperação de forma, quando comparadas às ligas Ni-Ti tradicionais. As ligas Fe-Mn-Si necessitam, ainda, da realização de ciclos de treinamento, que para algumas geometrias mais complexas torna-se bastante complicado, encarecendo a liga. Isso explicita a importância de serem desenvolvidos materiais que não necessitem de treinamento para apresentarem uma capacidade de recuperação de forma considerável, possibilitando sua utilização na indústria de forma mais abrangente.<sup>(3-5)</sup> Li, Cheng e Jin<sup>(6)</sup> salientam o potencial uso prático das ligas à base de Fe-Mn-Si, justificado pelo seu baixo custo.

### 1.3 Aplicações das Ligas com Efeito de Memória de Forma

Ao longo do desenvolvimento das ligas com efeito de memória de forma, surgiram várias aplicações práticas, nas mais diversas áreas da ciência. Como exemplos, podem ser citados:

- Acoplamento de tubos;
- Conectores elétricos;
- Abraçadeiras;
- Atuadores elétricos;
- Atuadores térmicos;
- Mãos robotizadas;
- Aplicações na área médica;
- Aplicações na área odontológica;
- Hastes de óculos.

Na revisão bibliográfica feita por Kajiwara,<sup>(3)</sup> a necessidade de desenvolver-se ligas que dispensem a utilização do “treinamento” é reforçada, salientando que essa necessidade atualmente é o grande limitante para uma aplicação maior das ligas à base de “Fe-Mn-Si” no meio industrial. Segundo o autor, o emprego do “treinamento” no processo de fabricação acaba encarecendo o produto (por exemplo, juntas de tubulações), inviabilizando uma maior aplicabilidade destas ligas.

Visando uma melhor compreensão do “efeito de recuperação de forma” nestes materiais, têm-se estudado ao longo da última década, de uma maneira geral, os seguintes itens: a influência da resistência mecânica da matriz, influência de certos elementos químicos e teores, impacto da realização de ciclos de treinamento ao material em questão, influência de ciclos de tratamento termo-mecânico na capacidade de recuperação de forma, necessidade de existência de alta densidade de falhas de empilhamento pré-existentes na estrutura, intensidade da pré-deformação aplicada. No entanto, pouquíssimos estudos têm avaliado a influência do tamanho de grão austenítico e orientações cristalográficas na capacidade de recuperação de forma de certos aços inoxidáveis.

### 1.4 Influência da Microestrutura no Efeito de Memória de Forma

A transformação martensítica direta se dá pela movimentação das discordâncias parciais de *Shockley*, que geram deformações de cisalhamento que devem ser acomodadas elasticamente nos contornos de grão. Essa acomodação pode ser favorecida em amostras com granulometria mais fina, pois disponibilizam maior área superficial. Para que a transformação ocorra, as parciais de *Shockley* devem percorrer a distância de um contorno de grão a outro, varrendo-o lateralmente. Quanto menor o tamanho de grão, menor é a distância que as parciais de *Shockley* devem percorrer para atingir os contornos de grão. Sendo a granulometria mais grosseira, a distância de percurso é maior, e muitas vezes, é energeticamente favorável nuclear uma outra variante para aliviar a tensão de deformação gerada pela transformação. Portanto, granulometria fina favorece o movimento de ida e volta das discordâncias parciais de *Shockley*, favorecendo uma melhor recuperação de forma.<sup>(7,8)</sup> Segundo Bergeon, Kajiwara e Kikuchi,<sup>(9)</sup> se a deformação for grande ou então se o grão for grosseiro, mais do que uma variante necessita ser ativada para acomodar a deformação de escorregamento. Como consequência disso, necessita-se de uma tensão muito maior para induzir a martensita. Se apenas 1 (uma) variante for ativada, o movimento das discordâncias parciais de *Shockley* será facilitado.

Através da presente pesquisa, objetiva-se investigar a influência da temperatura de solubilização no tamanho de grão austenítico de certos tipos de aços inoxidáveis, que apresentam efeito de memória de forma, na capacidade de recuperação de forma.

O presente estudo foi desenvolvido visto a escassez de bibliografia acerca deste tema, além da necessidade de testar e confirmar algumas hipóteses apontadas na bibliografia. Este aprofundamento é fundamental para um melhor entendimento da metalurgia física associada ao fenômeno em questão, o que muito provavelmente pode contribuir, e de maneira significativa, para a viabilização do aperfeiçoamento de algumas aplicações ou até mesmo possibilitando desenvolver outras aplicações industriais.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Elaboração do Material de Partida

O material de partida utilizado para o presente estudo foi elaborado em forno de indução a vácuo. Foram fabricados lingotes de dimensões preliminares 65 mm x 65 mm de seção transversal, sendo posteriormente aquecidos a 1.180°C e submetidos a um forjamento a quente até atingir a seção transversal de 40mm x 40mm. A composição química do lingote utilizado para o presente estudo encontra-se na Tabela 1.

As barras obtidas foram ainda submetidas a um seccionamento longitudinal, de forma que a sua seção transversal passasse a apresentar as dimensões 20 mm x 20 mm, sendo novamente reaquecidas, porém a uma temperatura de 1.100°C por um período de uma hora, e em seguida, submetida a uma nova operação de conformação para arredondamento dos cantos-vivos.

**Tabela 1.** Composição química do lingote utilizado no presente estudo (% peso).

Cr	Ni	Mn	Si	C
8,64	5,13	13,66	5,59	0,014

### 2.2 Procedimento Operacional Adotado para a Retirada das Amostras

A barra originalmente obtida foi cortada em segmentos menores, e estes por sua vez, seccionados em amostras com espessuras em torno de 5 mm, conforme Figura 1. Para tal procedimento, foi utilizada uma serra do tipo *cut-off*, empregando-se discos de corte típicos.



**Figura 1.** Representação esquemática do procedimento de retirada das amostras a partir da barra: dentro do retângulo pode-se ver a amostra que foi submetida ao tratamento térmico e posterior caracterização.

## 2.3 Tratamento Térmico Adotado para a Solubilização das Amostras

Após corte, as amostras foram submetidas a tratamento térmico em forno *Mufla*, modelo *FC1*, fabricado pela *EDG Equipamentos*, variando-se as temperaturas de patamar. Foram adotadas as seguintes temperaturas de patamar para a solubilização das amostras: 800°C, 850°C, 900°C, 950°C, 1.000°C e 1.050°C, sempre mantendo-as na respectiva temperatura de patamar por 2.400s (40min).

A simulação do tratamento térmico das amostras ocorreu da seguinte maneira:

- (i) Regulou-se o forno *Mufla* para a primeira temperatura de solubilização prevista, ou seja, 800°C.
- (ii) Quando a temperatura do forno alcançou o previsto, esperou-se por alguns minutos para que fosse confirmada a estabilização do mesmo. Confirmando-se a estabilização, a amostra respectiva foi inserida dentro do forno.
- (iii) Decorridos 2.400s (40 min) com a amostra mantida à temperatura de patamar prevista, retirou-se a amostra da *Mufla* e a mesma foi submetida a um resfriamento em água, imediatamente após a retirada do forno.
- (iv) Finalizada a primeira solubilização, à temperatura de 800°C, regulou-se o forno para a próxima temperatura de solubilização (850°C).
- (v) Atingindo-se a nova temperatura prevista, aguardou-se alguns minutos para que fosse confirmada a estabilização do forno e uma nova amostra foi inserida para sua solubilização.
- (vi) As etapas de “(i)” a “(v)” foram repetidas para cada uma das temperaturas de solubilização objetivadas.

Na Figura 2 pode-se visualizar uma representação esquemática do ciclo de tratamento térmico completo adotado para a presente simulação.

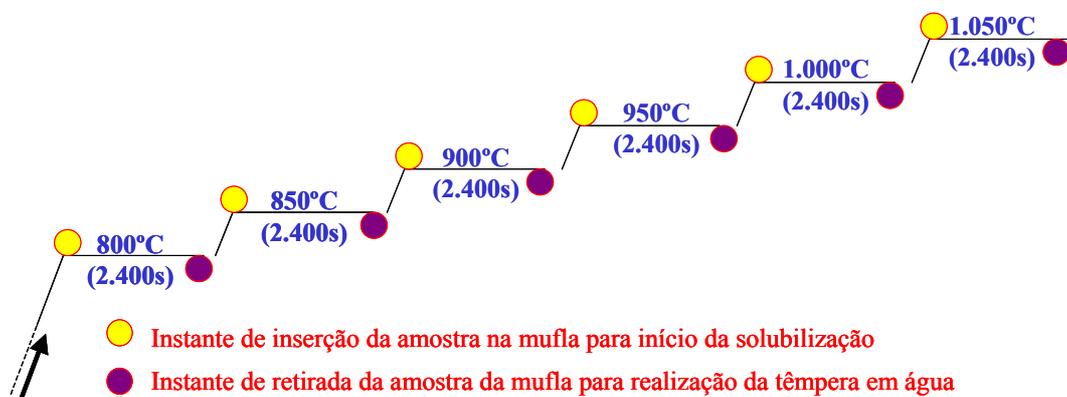


Figura 2 Representação esquemática do ciclo de tratamento térmico empregado.

Após o ciclo de tratamento térmico ter sido concluído, cada uma das amostras obtidas foi preparada para caracterização metalográfica.

## 2.4 Caracterização Metalográfica das Amostras

As amostras, após serem tratadas termicamente, foram embutidas a frio, utilizando-se resina epóxi, e submetidas a lixamento (#180, #220, #320, #400 e #600) seguido de polimento (6  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ ).

Para o ataque químico foram empregados três tipos distintos de reagentes, todos tradicionais, para avaliar-se aquele que proporcionaria melhor visualização da estrutura.

Atacando as amostras com solução de Nital 5%, a intervalos de tempo variando de 30s a 600s (5 min), não foi possível revelar a estrutura presente, o que evidencia que esta solução não é recomendada para este tipo de material.

A segunda solução utilizada consistiu de uma mistura de  $\text{HNO}_3$  ( $5 \text{ cm}^3$ ) com  $\text{HCl}$  ( $5 \text{ cm}^3$ ), e água em quantidade suficiente para  $200 \text{ cm}^3$ . As amostras ficaram imersas nesta solução por intervalos de tempo distintos, chegando até a 600s (10min). Independente do tempo de exposição à solução, este reagente também não se mostrou adequado para revelar a estrutura deste material.

A terceira solução empregada consistiu de uma mistura de  $\text{HNO}_3$  ( $150 \text{ cm}^3$ ),  $\text{HF}$  ( $30 \text{ cm}^3$ ) e água ( $250 \text{ cm}^3$ ). Esta solução atacou de forma satisfatória. Variando-se o tempo de exposição à solução, de 15s a 60s (1 min), encontrou-se como tempo ótimo 30s.

A caracterização microestrutural foi realizada empregando-se um microscópio ótico, modelo *Leica DMLM*. O objetivo desta caracterização foi avaliar a influência de distintas temperaturas de solubilização no tamanho do grão, o que poderá nortear a escolha da melhor temperatura de solubilização para atingir-se um determinado tamanho de grão quando estiverem sendo realizados os ciclos de tratamento termo-mecânico para avaliação da capacidade de recuperação de forma da liga em estudo. O presente trabalho aponta alguns resultados preliminares. Vale reiterar que o objetivo principal das caracterizações que estão em andamento, dentro das quais encontra-se o presente estudo, é avaliar a influência do tamanho de grão e orientação cristalográfica de ligas de aço inoxidável com composição química distintas na capacidade de recuperação de forma deste material.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Utilizando-se dos recursos do analisador de imagens acoplado ao microscópio ótico, estimou-se o tamanho do grão através da quantidade de grãos que são seccionados por uma determinada área (que no presente caso, consiste em um retângulo de dimensões  $83 \mu\text{m} \times 196 \mu\text{m}$ ). Através deste parâmetro, é perfeitamente possível estimar o tamanho do grão para uma determinada condição de tratamento térmico. Para estruturas que não apresentam uma morfologia bastante regular, como é o caso do material do presente estudo, o que dificulta avaliar o tamanho médio dos grãos através da medição de apenas duas diagonais, esta metodologia pode ser utilizada. Recomenda-se, no entanto, a realização de varreduras (contagens) em distintas áreas da amostra para que a análise não seja tendenciosa ou mesmo inadequada, apresentando, com isso, coerência estatística, sendo, portanto, representativa da amostra avaliada.

Para o presente estudo foram avaliados 15 (quinze) campos de cada amostra, todos localizados na região central da seção transversal da amostra sob análise. Os resultados obtidos (número de intersecções) foram transformados em gráficos, para que, além do valor médio, a dispersão estatística também fosse avaliada. De posse destes valores médios, estimou-se o tamanho de grão austenítico para cada condição de tratamento térmico adotada. Nas Figuras 3 e 4 podem ser encontrados estes resultados.

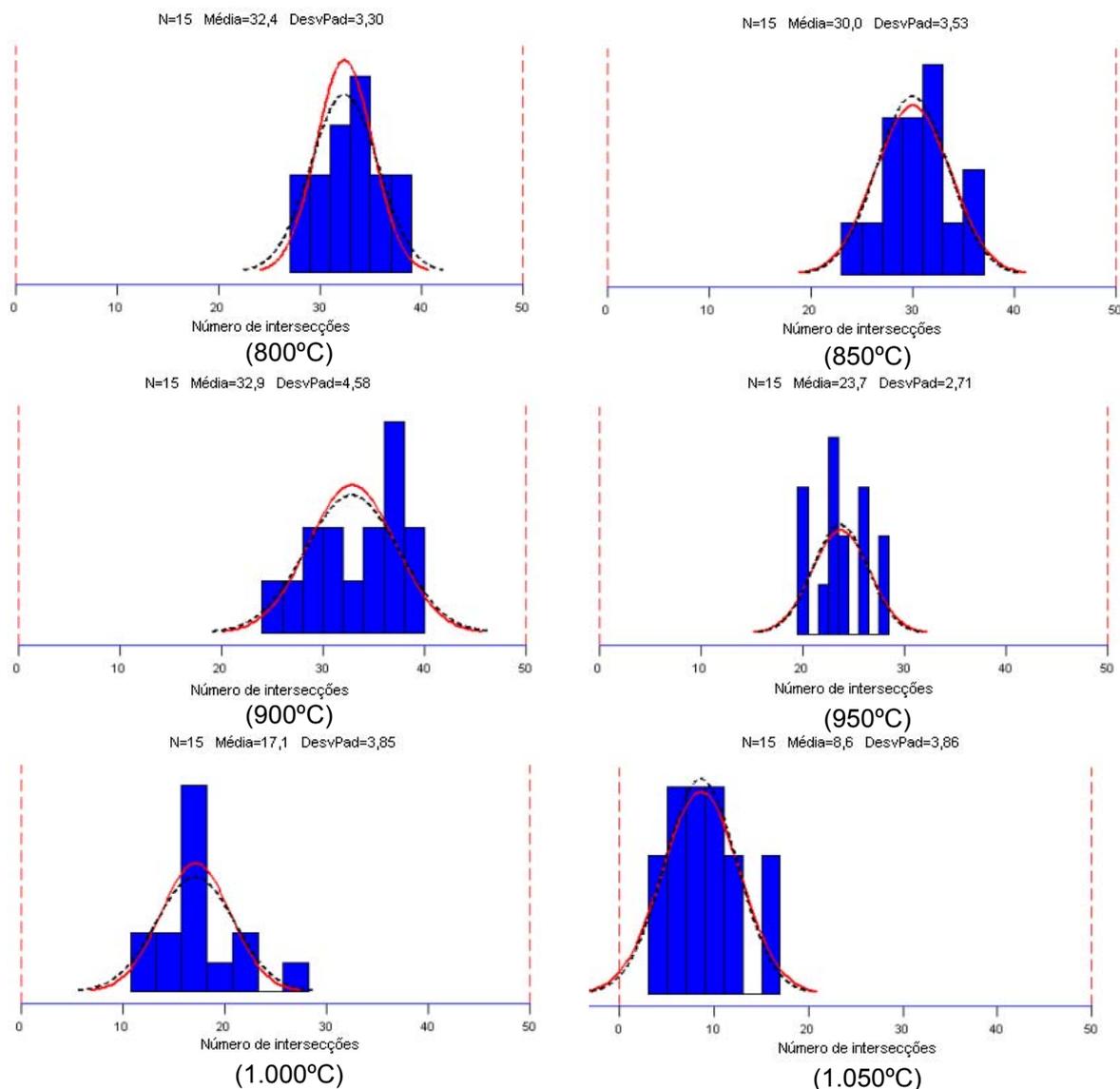


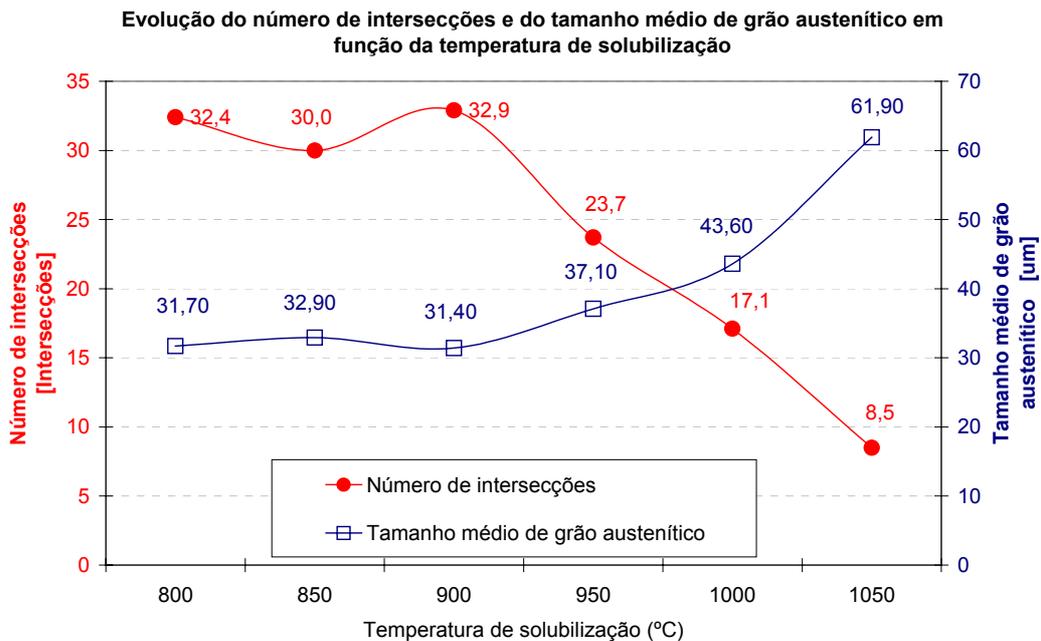
Figura 3. Número de intersecções obtidas para cada uma das amostras avaliadas: histograma com respectiva aproximação “normal”, valores médios (“Média”) e desvio-padrão (“DesvPad”).

Como já era de se esperar, à medida que a temperatura de solubilização aumenta, visualiza-se uma diminuição do número de intersecções (ou seja, aumento do tamanho de grão austenítico). Na faixa de temperaturas entre 800°C e 900°C, a estrutura manteve-se similar, visto que o número de intersecções não variou significativamente nesta faixa (média de 32,4 para 800°C, média de 30,0 para 850°C e média de 32,9 para 900°C). A partir da temperatura de 950°C pode-se observar uma queda expressiva do número de intersecções (média de 23,7 para 950°C, média de 17,1 para 1.000°C e média de 8,5 para 1.050°C). Ou seja, para temperaturas de solubilização superiores a 950°C, promoveu-se uma alteração significativa no tamanho de grão da estrutura.

Vale ressaltar, ainda, que o desvio-padrão apresentado para cada uma das medições efetuadas manteve-se, em valor absoluto, próximo, independentemente da população considerada. Isso evidencia que, proporcionalmente, com o aumento da temperatura de solubilização, ocorre um aumento da dispersão. Isto é, um desvio-padrão de “3,85” para uma média de “8,5” (1.050°C) é muito mais crítico que um desvio-padrão de “3,85” para uma média de “17,1” (1.000°C).

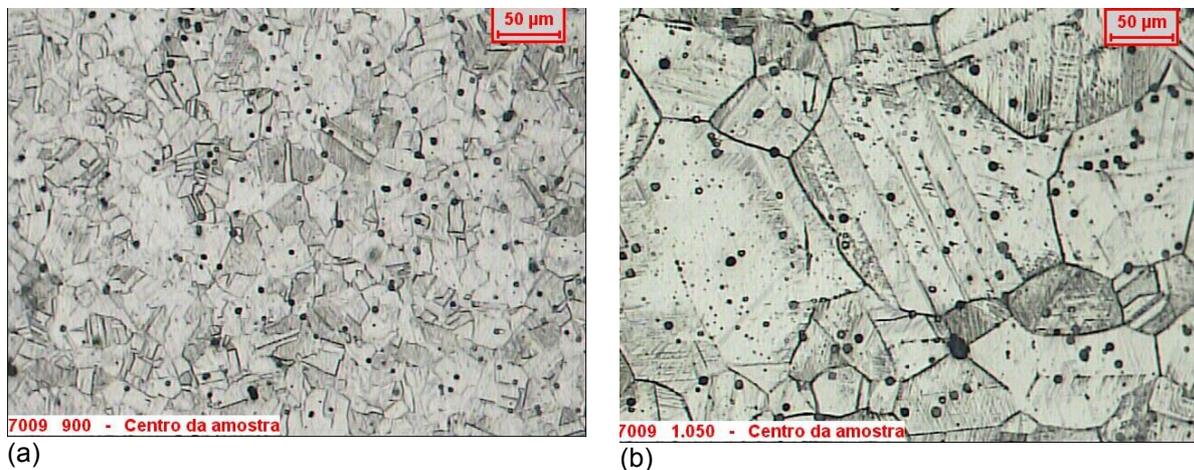
De posse do número “médio” de intersecções estimou-se o tamanho “médio” de grão austenítico para cada condição de solubilização. Comparando-se, portanto, o tamanho médio de grão austenítico para as temperaturas até 900°C com o observado para a temperatura de 1.050°C, ocorreu um aumento do tamanho de grão de aproximadamente 2 (duas) vezes, em média (~61,90µm versus 31,70µm).

Na Figura 4 pode-se visualizar um resumo da variação do número médio de intersecções e do tamanho médio de grão austenítico em função da temperatura de solubilização utilizada.



**Figura 4.** Evolução do número de intersecções e da densidade de intersecções em função da temperatura de solubilização utilizada.

Na Figura 5 podem ser encontradas fotomicrografias representativas da região central da amostra para as temperaturas de solubilização 900°C (5a) e 1.050°C (5b), evidenciando a enorme diferença existente entre o tamanho de grão ao serem empregadas temperaturas de tratamento térmico diferentes.



**Figura 5.** Fotomicrografias típicas das regiões centrais das amostras submetidas à solubilização em temperaturas diferentes: (a) 900°C; (b) 1.050°C.

## 4 CONCLUSÃO

A habilidade de um material em recuperar sua forma após ter sido deformado plasticamente é a característica que o define como “liga com efeito de memória de forma”.

Para que sua capacidade de recuperação seja avaliada, é necessário, portanto, que este material seja submetido a um esforço mecânico (laminação, tração, compressão ou dobramento). No entanto, alguns estudos têm mostrado que o tamanho de grão influencia essa habilidade.

O presente artigo não simulou ciclos de treinamento termo-mecânico para avaliar a recuperação de forma. Tratou da questão de “como” obter-se uma estrutura de granulometria diferenciada, etapa que antecede a aplicação do treinamento.

Através do presente artigo foi possível constatar-se um aumento de 2 (duas) vezes no tamanho de grão austenítico com o aumento da temperatura de solubilização (de 900°C para 1.050°C).

Para a faixa de temperaturas entre 800°C e 900°C não foi observada uma variação significativa no tamanho do grão. No entanto, a partir de 950°C, pode-se perceber uma queda abrupta do número de intersecções, ou seja, um aumento expressivo do tamanho do grão.

## Referências

- 1 OTUBO, J.; MEI, P. R.; KOSHIMIZU, S. Desenvolvimento de novos aços inoxidáveis com efeito de memória de forma. In: IV Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável – INOX’94, 1994, São Paulo, SP.
- 2 OTUBO, J.; MEI, P. R.; KOSHIMIZU, S. Materiais com efeito de memória de forma: características principais e possíveis aplicações. In: XIV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica – COBEM, 1997, Bauru, SP.
- 3 KAJIWARA, S. Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Fe-based alloys. **Materials Science and Engineering A** **273-275**, p.67-88, 1999.
- 4 WEN, Y. H.; YAN, M.; LI, N. Remarkable improvement of shape memory effect in Fe-Mn-Si-Cr-Ni-C alloy by ageing with deformation. **Scripta Materialia**, 50, p.835-838, 2004.
- 5 JEE, K. K.; HAN, J. H.; JANG, W. Y. Measurement of volume fraction of  $\epsilon$  martensite in Fe-Mn based alloys. **Materials Science and Engineering A** **378**, p.319-322, 2004.
- 6 LI, C. L.; CHENG, D. J.; JIN, Z. H. Influence of deformation temperature on shape memory effect of Fe-Mn-Si-Ni-Cr alloy. **Materials Science and Engineering A** **325**, p.375-379, 2002.
- 7 OTUBO, J.; NASCIMENTO, F. C.; MEI, P. R.; CARDOSO, L. P.; KAUFMAN, M. J. Influence of austenite grain size on mechanical properties of stainless SMA. **Materials Transactions**, v.43, n.5, p.916-919, 2002.
- 8 OTUBO, J.; MEI, P. R.; LIMA, N. B.; SERNA, M. M.; GALLEGO, E. O efeito do tamanho de grão austenítico no número de orientações das variantes de martensita em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, MG. p.129-134, Jan-Mar 2007.
- 9 BERGEON, N.; KAJIWARA, S.; KIKUCHI, T. Atomic force microscope study of stress-induced martensite formation and its reverse transformation in a thermomechanically treated Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy. **Acta Materialia**, v.48, n.16, p.4053-4064, 2000.