



# INFLUÊNCIA DO RECOZIMENTO NA LIGA Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co COM EFEITO MEMÓRIA DE FORMA PROCESSADA POR TREFILAÇÃO<sup>1</sup>

Elaine Cristina Andrade<sup>2</sup>  
 Karine Andrea Käfer<sup>3</sup>  
 Heide Heloise Bernardi<sup>4</sup>  
 Jorge Otubo<sup>5</sup>

## Resumo

O presente trabalho descreve a influência do recozimento na liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com efeito memória de forma (EMF) processada por trefilação. Resultados recentes têm demonstrado que um dos principais fatores para a melhoria da recuperação de forma em ligas inoxidáveis com EMF é a diminuição de tamanho do grão austenítico. Neste trabalho, são apresentadas as mudanças que ocorrem na microestrutura e no EMF após o recozimento. A liga inoxidável utilizada foi produzida em um forno de indução a vácuo e processada por trefilação com uma redução de área máxima de 56% (diâmetro final ~ 2 mm). Após a deformação, amostras foram recozidas em diferentes temperaturas, de 550 a 950 °C por 1 h, para obtenção de microestruturas com diferentes tamanhos de grão. A caracterização microestrutural das amostras deformadas e recozidas foi realizada utilizando microscopia ótica e o EMF foi caracterizado com ensaio de tração. Medidas de dureza Vickers também foram realizadas.

**Palavras-chave:** Liga inoxidável; Efeito memória de forma; Trefilação; Ensaio de tração.

## ANNEALING EFFECTS ON Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co ALLOY WITH SHAPE MEMORY PROCESSED BY WIRE DRAWING

### Abstract

The present work describes the influence of the annealing in Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co shape memory alloy (SMA) processed by wire drawing. Recent results have demonstrated that one of the main factors for the improvement of the shape recovery in stainless SMA is the decrease of the austenitic grain size. This work presents the changes that occur in the microstructure and SME after heat treatment. The stainless alloy produced by vacuum induction melting furnace was used and processed by wire drawing with maximum area reduction of 56% (final diameter ~ 2 mm). After deformation, samples were annealed in different temperature, from 550 to 950 °C for 1 h, in order to obtain different grain sizes. The microstructural characterization of the deformed and annealed samples was performed using optical microscopy and the characterization of shape memory effect by tensile test. The Vickers hardness measurements was also done.

**Key words:** Stainless alloy; Shape memory effect; Wire drawing; Tensile test.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Aluna de Mestrado (Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA).

<sup>3</sup> Aluna de Doutorado (Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA).

<sup>4</sup> Pós doutorado (Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA).

<sup>5</sup> Prof. Adjunto (Instituto Tecnológico de aeronáutica, ITA).

## 1 INTRODUÇÃO

Diferente das ligas convencionais, os materiais com Efeito Memória de Forma (EMF) apresentam a capacidade de recuperar sua forma original quando aquecidos acima da temperatura  $A_F$  (temperatura de fim da transformação da martensita para austenita) após terem sido deformados além do seu limite elástico.<sup>(1)</sup> Ligas à base de Fe-Mn-Si com EMF foram descobertas na década de 70 e a melhoria dessas propriedades vem sendo investigada devido suas aplicações em engates fixadores e acoplamentos para tubulação, além do custo de fabricação relativamente baixo quando comparado com outros materiais com EMF.<sup>(2,3)</sup> A adição de alguns elementos na liga base Fe-Mn-Si resultou nas ligas inoxidáveis com EMF, em especial a liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co, a qual apresenta uma boa resistência à corrosão. Além disso, estudos mostram que adição de cobalto melhora o EMF, pois facilita a formação de discordâncias parciais de Shockley.<sup>(4)</sup>

Sabe-se que o EMF das ligas à base de Fe-Mn-Si é um resultado da movimentação reversível das discordâncias parciais de Shockley. O EMF dessas ligas está relacionado com a transformação martensítica não termoelástica  $\gamma(\text{CFC}) \leftrightarrow \varepsilon(\text{HC})$ .<sup>(3,5)</sup> A transformação  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  pode ser afetada pela adição de elementos de liga, taxa de resfriamento; pré-deformação; número de ciclos de treinamento; tamanho de grão austenítico; bem como pelas condições de tratamento térmico, isto é, temperatura de recozimento.<sup>(6)</sup>

Em relação ao tamanho de grão, estudos mostram<sup>(7,8)</sup> que em materiais com granulometria fina, o EMF é melhorado, pois quanto menor o tamanho de grão menor é a distância que as parciais de Shockley devem percorrer dentro do grão facilitando a transformação  $\gamma(\text{CFC}) \leftrightarrow \varepsilon(\text{HC})$ . Estudos recentes<sup>(6,7,9)</sup> mostraram que para um mesmo tratamento termomecânico, o material com tamanho de grão menor sempre apresentava melhor recuperação de forma, facilitando assim a reversão da martensita  $\varepsilon$ . Assim, a tensão necessária para induzir a transformação martensítica  $\gamma(\text{CFC}) \leftrightarrow \varepsilon(\text{HC})$  decresce à medida que o grão austenítico é menor, o que significa que a transformação é favorecida quando a estrutura apresenta um número maior de contornos de grão, pois são regiões que acomodam as deformações estruturais elásticas devido à mudança de fase.<sup>(7,9)</sup>

O refino microestrutural nas ligas inoxidáveis pode ser conseguido através de técnicas convencionais de conformação mecânica, tal como laminação, trefilação e o forjamento. No entanto, dependendo do grau de redução de área pode ocorrer a formação de discordâncias perfeitas no material e a diminuição do EMF. Uma solução para obter materiais com grãos finos preservando esta propriedade seria a combinação de conformação com subsequente recozimento. Trabalhos recentes<sup>(6)</sup> mostram que a temperatura de recozimento é um parâmetro efetivo para o controle do EMF em ligas à base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni, uma vez que o tamanho de grão austenítico aumenta com o aumento da temperatura de recozimento seguida pela diminuição do EMF. Uma razão para isto seria a redução de sítios favoráveis para a nucleação da martensita  $\varepsilon$  induzida por tensão.

Durante o tratamento térmico, ocorrem mudanças microestruturais no material, causado por mecanismos de rearranjo e aniquilação de discordâncias. De acordo com Haessner<sup>(10)</sup> uma das mudanças é absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração, que é referente ao mecanismo de recristalização. A dependência entre a recristalização e a temperatura varia com o grau de encruamento, ou ainda, a energia de ativação para a recristalização está relacionada com o grau de deformação; uma vez que a força

motriz para a recristalização provém da energia armazenada durante o trabalho a frio.<sup>(11)</sup>

Este trabalho tem o objetivo de avaliar o efeito das diferentes temperaturas de recozimento na microestrutura da liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co processada por trefilação com RA de 56%, assim como verificar a influência nas propriedades mecânicas e na recuperação de forma.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

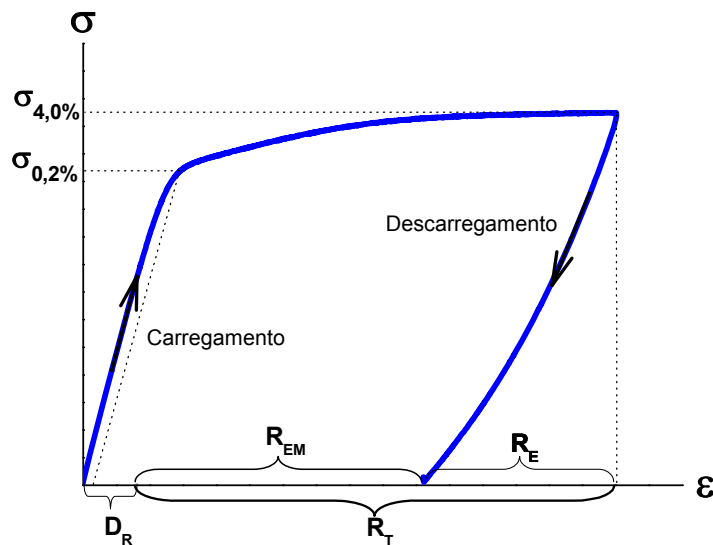
A liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com EMF utilizada no presente trabalho, cuja composição química está mostrada na Tabela 1, foi produzida em um forno de indução a vácuo. Os lingotes produzidos foram conformados até obter vergalhões de 6,75 x 6,75 mm<sup>2</sup>. Os detalhes com relação à elaboração e conformação da liga podem ser encontrados em trabalhos anteriores<sup>(8)</sup>. As barras nas dimensões 6,75 x 6,75 mm<sup>2</sup> foram submetidas a forjamento rotativo e trefilação a frio até diâmetro 2,98 mm. Após a trefilação, os fios foram solubilizados em 990°C/ 1h e resfriados ao ar, sendo este o material de partida. O fio de 2,98 mm foi submetido ao processo de trefilação a frio com uma redução de área (RA) total de 56% (diâmetro final: 1,97 mm).

**Tabela 1.** Composição química (% em peso) da liga inoxidável com EMF

Fe	Mn	Si	Cr	Ni	Co	C
balanço	7,79	5,11	13,04	5,90	11,90	0,044

Realizou-se nas amostras deformadas, um recozimento nas temperaturas de 550°C, 650°C, 750°C, 850°C e 950°C durante 1 h, seguido por resfriamento ao ar. Para análise microestrutural, foram retiradas seções longitudinais do fio no estado solubilizado, encruado e recozidos com RA de 56%. Na preparação metalográfica, as amostras foram embutidas a frio e lixadas até grana 1.200 e polidas mecanicamente em pasta de diamante (6 µm e 1 µm) e finalizadas com sílica coloidal. O ataque químico foi realizado com solução de 50% HF + 50% HNO<sub>3</sub>. O ensaio de dureza Vickers foi realizado ao longo da seção longitudinal em todas as amostras utilizando uma carga de 200 gf/ 9s.

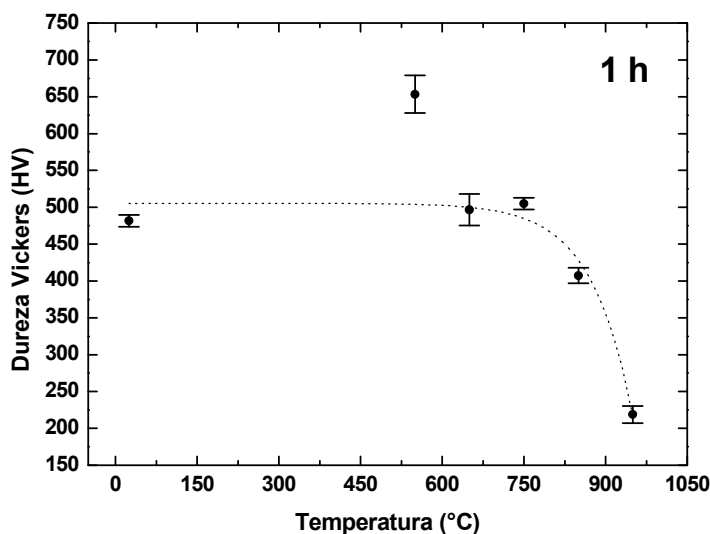
Para a caracterização do EMF foi realizado ensaio de tração em todas as amostras, com um comprimento útil de 50 mm. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal, INSTRON 5500R acoplada a uma câmara ambiental, utilizando célula de carga de 30 kN. A taxa de deformação foi de 2,0 mm/min. Para medir as variações no comprimento útil das amostras durante o ciclo de tração e recuperação de forma foi utilizado um extensômetro. O ensaio de tração foi então conduzido à temperatura ambiente (25°C) até uma deformação de 4 % com alívio de tensão até zero. Aquecimento posterior foi realizado em um forno do tipo Mufla na temperatura de 600°C com patamar de 30 min e então resfriadas em água até a temperatura ambiente. Um gráfico esquemático do ensaio de tração é mostrado na Figura 1.



**Figura 1.** Gráfico esquemático do ensaio de tração para verificação do EMF.

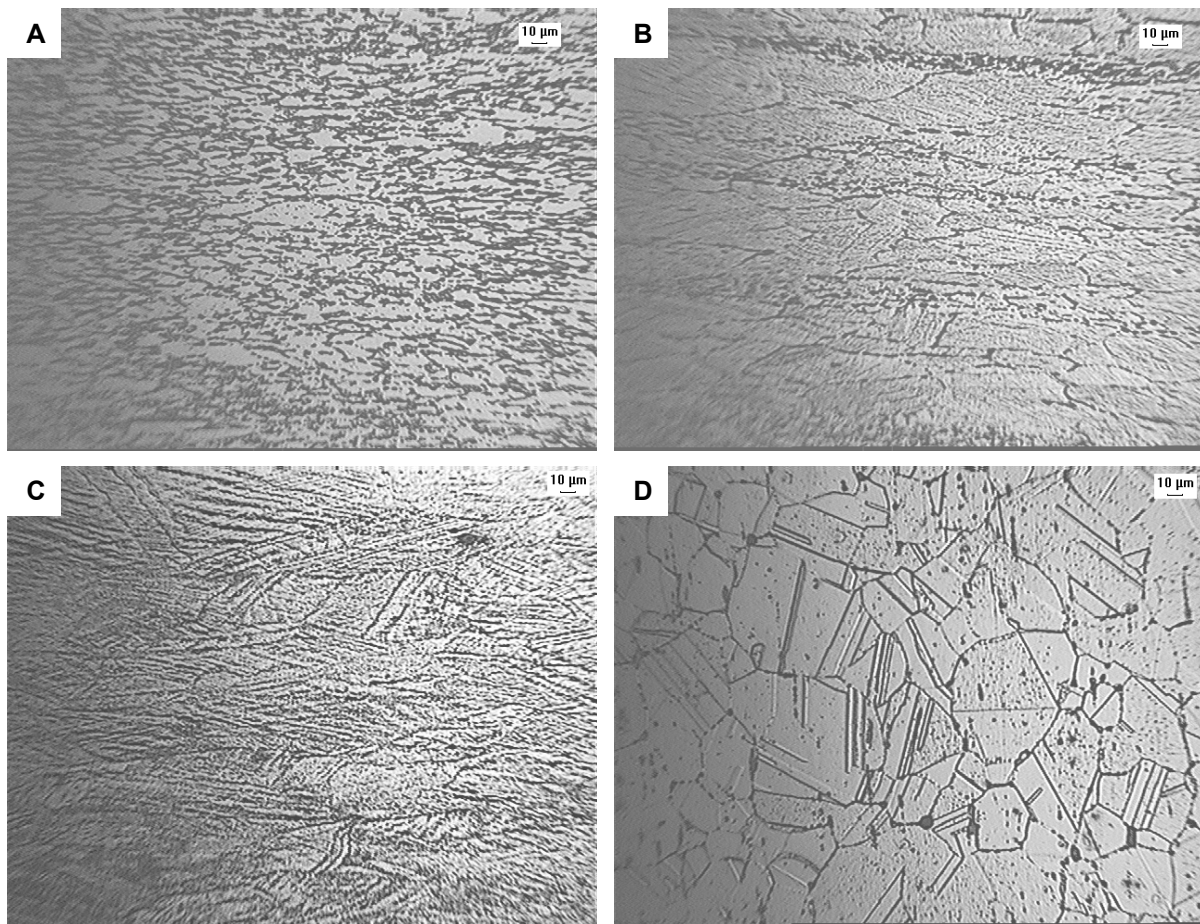
### 3 RESULTADOS

A Figura 2 mostra a curva de dureza em função da temperatura de recozimento da liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com Efeito Memória de Forma (EMF).



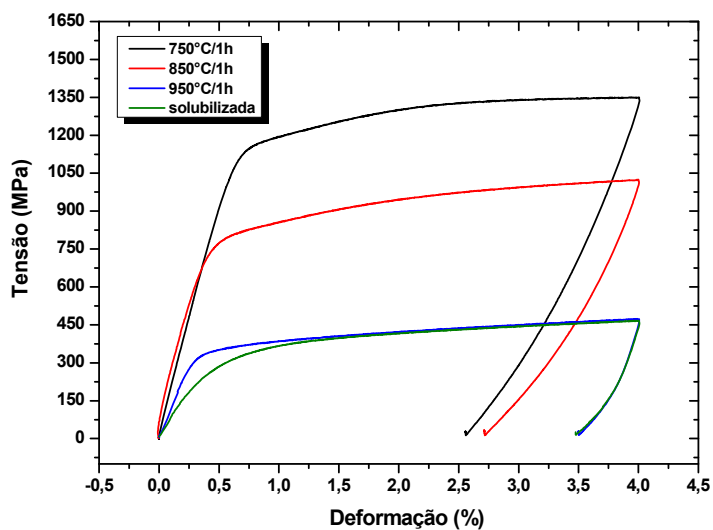
**Figura 2.** Curva de dureza em função da temperatura de recozimento entre 550 e 950°C por 1 h da liga inoxidável com RA de 56%.

As Figuras 3a, 3b, 3c e 3d mostram as micrografias obtidas da amostra deformada, recozida em 550°C, 750°C e 950°C durante 1 h, respectivamente.

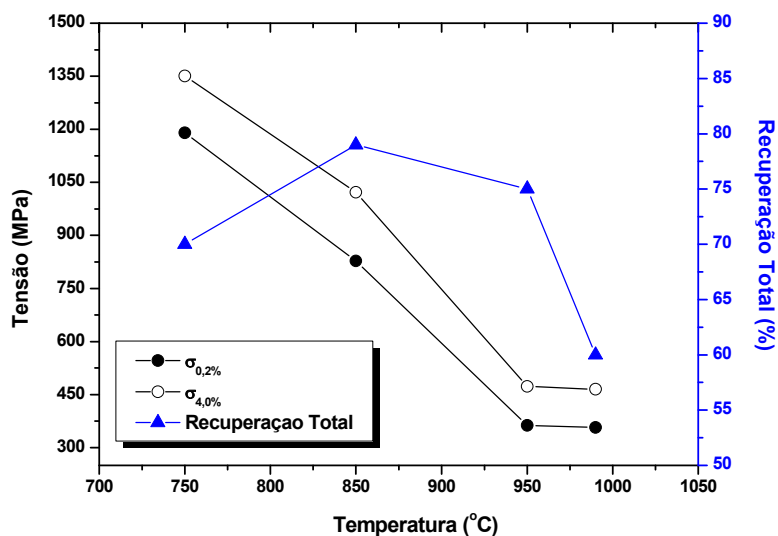


**Figura 3.** Micrografia da seção longitudinal. (a) deformada (56% de RA) e recozidas à: (b) 550°C/1h, (c) 750°C/1h e (d) 950°C/1h. (MO – 200x).

A Figura 4 mostra as curvas obtidas do ensaio de tração para o material de partida e para as amostras recozidas entre 750°C e 950°C durante 1h. Parâmetros como recuperação elástica ( $R_E$ ), recuperação devido ao EMF ( $R_{EM}$ ), recuperação total ( $R_T$ ) e módulo de elasticidade ( $E$ ) estão listados na Tabela 2 e esquematicamente mostrados na Figura 1. A Figura 5 mostra a relação da tensão a 4,0% de deformação,  $\sigma_{4,0\%}$ , tensão a 0,2%,  $\sigma_{0,2\%}$ , em função da temperatura de recozimento.



**Figura 4.** Curvas de tensão em função da deformação até 4% para a liga FeMnSiCrNiCo no estado solubilizado e recozido em diferentes temperaturas.



**Figura 5.** Curvas de tensão e da recuperação total ( $R_T$ ) em função da temperatura de recozimento para a liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co.

**Tabela 2.** Dados de recuperação de forma da liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co em função da temperatura de recozimento

	Temperatura (°C)	$\epsilon$ (%)	$R_E$ (%)	$R_{EM}$ (%)	$R_T$ (%)
Solubilizada	990	4	25	35	60
Deformada RA de 56%	-	<1	80	12	92
Recozidas	550	<1	84	14	98
	650	<1	30	48	78
	750	4	55	15	70
	850	4	63	16	79
	950	4	52	23	75

## 4 DISCUSSÃO

Os resultados obtidos na Figura 2, mostra a influência da temperatura de recozimento na dureza da liga inoxidável FeMnSiCrNiCo. Observou-se que até 750°C (com exceção de 550°C), não há mudanças significativas nos valores de dureza; porém, a partir de 750°C, a dureza decresce continuamente, indicando que nesta temperatura tem-se o início da recristalização do material.

As micrografias obtidas para esta liga nas temperaturas analisadas confirmam os resultados de dureza, como pode ser observado na Figura 3. Inicialmente, a amostra apenas deformada (Figura 3a) encontra-se intensamente encruada, com uma estrutura de grãos alongados no sentido da trefilação. Após o recozimento a 550°C (Figura 3b), a amostra ainda apresenta uma estrutura similar à amostra deformada. O tratamento térmico realizado a 750°C (Figura 3c) foi suficiente para dar início à mudança microestrutural na liga em estudo, mas somente com o recozimento a 950°C (Figura 3d), a estrutura se apresentou totalmente recristalizada com grãos na forma equiaxiais. Maclas de recozimento foram observadas na amostra recozida em 950°C, estas estruturas são características de materiais com baixa energia de defeito de empilhamento. Em outros trabalhos<sup>(1,13)</sup>, nos quais ligas semelhantes foram utilizadas, observou-se a presença de maclas de recozimento após tratamento em elevadas temperaturas.

Curvas de tensão versus deformação para amostras deformadas até 4% são mostradas na Figura 4. Os resultados mostram que a tensão de escoamento ( $\sigma_{0,2\%}$ ) diminui progressivamente com o aumento da temperatura. Sabendo que  $\sigma_{0,2\%}$  é a tensão necessária para induzir mecanicamente a martensita  $\epsilon$ ,<sup>(1,8)</sup> pode-se dizer que o aumento da temperatura de recozimento facilita a transformação martensítica, uma vez que a temperatura de recozimento apresenta uma grande influência na transformação martensítica, pois quando realizado a baixas temperaturas não elimina os defeitos complexos (discordâncias, vacâncias, etc.) introduzidos durante a trefilação, dificultando a transformação  $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ . Assim, a natureza e concentração de defeitos estão diretamente relacionadas com as condições de recozimento. Em relação à deformação de 4% ( $\sigma_{4,0\%}$ ) a amostra recozida em 750°C apresentou maior tensão, seguida das amostras recozidas em 850 e 950°C; assim como, quando comparada com o material de partida. Como visto na curva de amolecimento (Figura 2) e na curva de tensão versus deformação (Figura 4), o encruamento da liga em estudo diminuiu com o aumento da temperatura. As amostras com deformação inferior a 1% não são mostradas na Figura 4.

A Figura 5 permite uma melhor visualização da variação de tensão e da recuperação total em função da temperatura de recozimento das amostras deformadas. Com o aumento da temperatura, houve uma diminuição na tensão de escoamento, tanto em  $\sigma_{0,2\%}$  quanto em  $\sigma_{4,0\%}$  estabilizando para a amostra recozida em 950°C e para o material de partida. O decréscimo nos valores de tensão estaria relacionado à diminuição da densidade de discordâncias com o aumento da temperatura de recozimento. Comparando a recuperação total ( $R_T$ ) na Figura 5, observa-se que até 950°C, a capacidade de recuperação de forma aumenta com a temperatura, enquanto que a tensão de escoamento diminui. Entretanto, para o material de partida este comportamento é modificado, sendo que a recuperação de forma diminui e a tensão de escoamento torna-se constante.

Segundo Li et al.,<sup>(2)</sup> a formação da martensita  $\epsilon$  ocorre a partir das falhas de empilhamento e de alguns defeitos como as discordâncias parciais de Shockley, os quais atuam como núcleos para o crescimento das placas de martensita. Entretanto,



a presença de defeitos complexos que ocorrem a baixas temperaturas, como por exemplo, emaranhados de discordâncias perfeitas, dificultam a movimentação das parciais de Shockley, suprimindo a transformação martensítica.<sup>(6)</sup> Porém, se a temperatura de recozimento for muito elevada, o número de defeitos favoráveis a transformação martensítica será reduzido, assim como a resistência da matriz austenítica. Desta forma, a tendência de escorregamento de discordâncias perfeitas será elevada, diminuindo a recuperação de forma.

Neste trabalho, o recozimento a 850°C apresentou melhores resultados em relação à recuperação total. Uma possível explicação consiste no fato de que o recozimento realizado a 850°C tenha sido suficiente para aniquilar as discordâncias perfeitas, facilitando a movimentação reversível das parciais de Shockley. Segundo alguns autores,<sup>(8,14)</sup> o encruamento do material significa deformação por escorregamento de discordâncias perfeitas e, portanto implica a ocorrência de deformação permanente ou residual que prejudicaria o EMF.

## 5 CONCLUSÃO

- A dureza decresce com o aumento da temperatura de recozimento, indicando que o encruamento do material diminui.
- Os resultados da tensão a 0,2% ( $\sigma_{0,2\%}$ ) e 4,0% ( $\sigma_{4,0\%}$ ) também diminuíram com o aumento da temperatura, facilitando a indução de martensita  $\epsilon$ .
- A amostra recozida a 850°C apresentou um melhor desempenho na recuperação de forma total (79%) em relação às demais.
- O recozimento realizado a 950°C foi suficiente para recrystalizar a estrutura da amostra inicialmente encruada após redução de área de 56%.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a Fapesp (00/09730-1 e 2009/09091-3), a CAPES, ao CNPq Universal (473612/2006-2) MCT/CNPq Casadinho - UFCG/ITA, a FINEP, ao PRO-INFRA, ao IEAv e a AEB.

## REFERÊNCIAS

- 1 NASCIMENTO, F.C.; RIGO, O. D.; OTUBO, J.; MEI, P. R.; MOURA NETO, C. Evolução das fases formadas durante tratamentos termomecânicos em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica. Anais... Natal, RN: CONEM, 2000. CD-ROM.
- 2 LI, H.; YIN, F. et al. Texture evolution analysis of warm-rolled Fe-28Mn-6Si-5Cr shape memory alloy. Materials Science and Engineering. 2008, A 494, 217-226.
- 3 CHUNG, C. Y.; SHUCHUAN, C.; XU ZUYAO, T. Y. H. Thermomechanical training behavior and its dynamic mechanical analysis in an Fe-Mn-Si shape memory alloy. materials characterization. 1996, 37, 227-236.
- 4 NASCIMENTO, F. C. Efeito do tamanho de grão nas propriedades mecânicas e na recuperação de forma de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma. Campinas: DEMA/FEM/UNICAMP, Junho de 2002. (Tese de Doutorado).
- 5 OTUBO, J.; JUNIOR, A. R.; MOURA NETO, C. Stainless SMA with damping for aeronautical structures. International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies – SMST 2007, 3-5 December 2007, Tsukuba, Japan.
- 6 AKHONDZADEH, A.; ZANGENEH-MADAR, K.; ABBASI, S. M. Influence of annealing temperature on the shape memory effect of Fe-14Mn-5Si-9Cr-5Ni alloy after training treatment. Materials Science and Engineering. 2008, A 489, 267-272.





- 7 OTUBO, J.; MEI, P. R.; LIMA, N. B.; SERNA, M. M.; GALLEGOS, 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. *REM – Revista Escola de Minas*, Ouro Preto, MG, 60(1): 129-134, jan. mar. 2007.
- 8 OTUBO, J. Desenvolvimento de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma: elaboração e caracterização. Campinas: FEM/DEMA/UNICAMP, Dezembro de 1996. (Tese de Doutorado).
- 9 NASCIMENTO, F. C.; BUENO, J. C.; LEPIENSKI, C. M.; OTUBO, J. MEI, P.R. Determinação das propriedades de martensita- $\epsilon$  por indentação instrumentada em ligas inoxidáveis com memória de forma. *REM – Revista Escola de Minas*, Ouro Preto, MG, 63(1): 039-044, jan. mar. 2010.
- 10 HAESSNER, F. Recrystallization of metallic materials. 2.ed. Stuttgart: Dr. Riederer-Verlag GMBH, 1978.
- 11 REED-HILL, R. E. Princípios de Metalurgia Física. Rio de Janeiro. Editora Guanabara Dois S.A. 1982.
- 12 PADILHA, A. F.; JUNIOR, F. S. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3.ed. ABM, São Paulo, 2005.
- 13 BELYAKOV, A.; TSUZAKI, K.; MIURA, H.; SAKAI, T. Effect of initial microstructures on grain refinement in a stainless steel by large strain deformation. *Acta Materialia*. 2003, 51, 847-861.
- 14 SILVA, C. E.; OTUBO, J. A influência do tempo e da temperatura de austenitização e da composição química na microestrutura de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma. *REM – Revista Escola de Minas*, Ouro Preto, MG, 63(1): 033-037, jan. mar. 2010.