

INVESTIGAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO DE FERRITA EM AUSTENITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX¹

Júlia Marangoni²
Rodrigo Magnabosco³

Resumo

Aços inoxidáveis dúplex (AID) possuem uma estrutura de bandas alternadas de ferrita (α) e austenita (γ). Alguns estudos indicam que a deformação plástica a frio nestes aços reduz a fração de ferrita, o que implica numa possível transformação da ferrita em austenita induzida por deformação, similar a uma transformação martensítica reversa induzida por tensão. Por esta razão, é necessário o estudo da influência da quantidade de deformação plástica na fração de ferrita neste material. Este estudo tem como objetivo avaliar esta transformação de fase em um AID pela medida da fração de volume de ferrita usando medidas magnéticas. Por meio da difração de raios-X (DRX) foi possível perceber que a microestrutura do aço SAF 2205 apresenta apenas ferrita e austenita. Apesar das medições magnéticas apresentarem altos desvios padrões, é notável a queda da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica. Percebe-se ainda que nas condições deste estudo, energias de deformação superiores a 100 MJ/m³ não levam a aumento na fração de ferrita transformada.

Palavras-chave: Aço inoxidável dúplex; Deformação plástica a frio; Transformação de fases; Quantificação de fases.

INVESTIGATION OF STRAIN INDUCED TRANSFORMATION OF FERRITE IN AUSTENITE IN A DUPLEX STAINLESS STEEL

Abstract

Duplex stainless steels (DSS) have a structure of alternated bands of ferrite (α) and austenite (γ). Some studies indicate that cold plastic deformation in these steels reduces the ferrite fraction, implying in a possible strain-induced transformation of ferrite into austenite, similar to a reverse martensitic strain induced transformation. For this reason, it is necessary the study of the influence of the amount of plastic deformation in the ferrite fraction of this material. This study has as objective the evaluation of this phase transformation in a DSS by the measurement of ferrite volume fraction using magnetic measurements. Through X-ray diffraction (XRD) it was determined that the microstructure of SAF 2205 DSS presents only ferrite and austenite. Although magnetic measurements have high standard deviations, it is possible to observe that the volume fraction of ferrite decreases due to the increase of plastic deformation. It can be observed that deformation energies greater than 100 MJ/m³ did not lead to an increase in the fraction of transformed ferrite.

Key words: Duplex stainless steel; Cold plastic deformation; Phase transformation; Phase quantification.

¹ Contribuição técnica ao 67^o Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Eng. Metalúrgico, Prof. Dr., Depto. de Eng. de Materiais, Centro Universitário da FEI, SP, Brasil; rodrimagn@fei.edu.br.

³ Graduanda, Eng. de Materiais, Centro Universitário da FEI, SP, Brasil; ju.marangoni@gmail.com.

1 INTRODUÇÃO

Com base em estudos recentes^(1,2) nota-se que existe a evidência de que a aplicação de deformação plástica a frio em aço inoxidável dúplex leva à redução da fração de ferrita presente, o que sugere que nestes aços pode ocorrer uma transformação da ferrita em austenita induzida por deformação, similar a uma transformação martensítica reversa induzida por deformação. Sendo assim, o objetivo deste estudo é avaliar esta transformação de fase em um aço inoxidável dúplex (UNS S31803 ou SAF 2205), através do uso de difratometria de raios-X como técnica alternativa de determinação da fração volumétrica das fases presentes, além da comparação dos dados obtidos por esta técnica com o de outras duas técnicas comuns, metalografia quantitativa e medidas magnéticas.

Pandi e Yue⁽³⁾ também observaram um fenômeno semelhante no qual a recristalização dinâmica é acompanhada por uma diminuição na fração volumétrica de ferrita durante a deformação intercrítica em um aço baixo carbono. Segundo os autores, o calor gerado pela deformação é responsável pela queda observada na fração da fase ferrítica.

Já no estudo de Luo, Sietsma e Zwaag,⁽⁴⁾ também com aços ao carbono e manganês, medidas dilatométricas das amostras não deformadas mostraram que a transformação termodinâmica induzida isotermicamente deve ser de austenita para ferrita. Portanto, a transformação de ferrita para austenita após deformação é possivelmente induzida pela energia de deformação introduzida. O modelo utilizado pelos autores se baseia no fato de que o aço deformado na zona intercrítica possui uma distribuição de tensão ao longo das duas fases. Os cálculos executados na modelagem sugerem que houve uma variação de energia armazenada em ambas as fases, resultante da cinética de recuperação distinta nas mesmas e, este é o possível motivo da ocorrência desta transformação.

No entanto, foi encontrado até o momento apenas um estudo⁽⁵⁾ que indica a ocorrência desta transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aços inoxidáveis; segundo os autores Southwick e Honeycombe, a decomposição da ferrita ocorre por dois mecanismos: nucleação e crescimento a elevadas temperaturas (650°C–1.200°C) e por um processo martensítico a baixas temperaturas (300°C–650°C). Esta reação martensítica é isotérmica, ou seja, não ocorre durante têmpera de água a partir de 1.300°C. Entretanto, estas observações foram feitas a temperaturas acima da ambiente, justificando estudo mais detalhado como o proposto neste trabalho de iniciação científica.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo é um aço inoxidável dúplex SAF 2205 que já era propriedade do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos – CDMatM-FEI – e foi adquirido como barras cilíndricas de 20 mm de diâmetro, laminadas a quente e posteriormente tratadas a 1.100°C por 30 minutos, com resfriamento em água. Amostras desta barra foram cortadas na forma de discos de aproximadamente 5 mm de espessura. A composição química deste aço está representada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do aço inoxidável dúplex em estudo

Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	Si	P	S	bal.
22,21	5,40	3,15	0,178	0,015	0,76	0,45	0,020	0,005	Fe

Para efetuar a quantificação de fase ferrítica, através de medidas magnéticas, foi utilizado o ferritoscópio Fischer modelo MP30 do CDMatM-FEI; este aparelho é calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Primeiramente foi feita a medida da fração volumétrica de ferrita nas doze amostras a serem estudadas, antes que fosse aplicada deformação plástica a frio. Este procedimento foi efetuado apenas para constatar se todas as amostras apresentavam a mesma porcentagem em média desta fase. Em seguida, foi realizada a mesma etapa após a aplicação de deformação plástica. É uma técnica simples de quantificação de fases, que consiste em colocar a caneta de leitura do ferritoscópio perpendicularmente sobre a superfície do corpo-de-prova e o valor da porcentagem volumétrica de ferrita aparece no visor do aparelho. Vinte medições foram realizadas em cada uma das amostras.

A deformação plástica a frio foi aplicada no laminador de produtos planos do CDMatM-FEI. A deformação plástica na espessura foi variada de 5% a 55%, sendo que os valores foram alternados de 5% em 5%.

Posteriormente a aplicação de deformação plástica foi efetuada a difração de raios-X com o uso do difratômetro de raios-X que também é de posse do CDMatM-FEI. Inicialmente foram feitas as difrações de raios-X com radiação de Cu-K α e monocromador de Ni, varrendo-se ângulos de difração $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$, a velocidade de $1^\circ/\text{min}$ e amostragem a cada $0,04^\circ$, sendo a fonte de raios-X excitada a 30 kV e 30 mA. Após, foram executadas difrações de raios-X das amostras utilizando os mesmos parâmetros do procedimento citado acima, exceto os ângulos de difração que variaram de $42^\circ < 2\theta < 46^\circ$; para tentativa de quantificação de fases pela intensidade dos picos relacionados aos planos de máxima densidade das fases ferrita e austenita, usando metodologia já testada em outro trabalho de iniciação científica deste grupo.⁽⁶⁾ Entretanto esta avaliação não foi possível, e a provável causa é a presença de textura nas amostras em estudo causada pela laminação que foi feita para transformá-las em barras cilíndricas.

As amostras foram preparadas metalograficamente, ou seja, foram lixadas até a granulometria de 600 *mesh* e, em seguida, polidas com pasta de diamante de granulação 6 μm , 3 μm e 1 μm . Nestas etapas fez-se o uso do equipamento de polimento semi-automático Strues Abramin localizado no CDMatM-FEI.

A revelação microestrutural foi realizada com o auxílio do reativo de Behara modificado, cuja solução base é constituída de 20 mL de ácido clorídrico (HCl) e 80 mL de água destilada e deionizada, a qual foram adicionados 1 g de metabissulfito de potássio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) e 2 g de bifluoreto de amônio (NH_4HF_2), o ataque foi realizado variando-se o tempo entre 5 segundos e 15 segundos de imersão ininterrupta. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através de evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar quente. A amostra mais deformada plasticamente foi atacada eletroliticamente com solução 10% de ácido oxálico, utilizando-se tensão de 6 Vcc por tempo de 30 segundos a 60 segundos. A interrupção do ataque e a secagem da superfície foram realizados da mesma maneira quando utilizado o Behara. Feito isso, as amostras atacadas foram observadas no microscópio Leica DMLM do CDMatM-FEI e, neste mesmo equipamento as micrografias foram efetuadas.

3 RESULTADOS

As medidas das frações volumétricas de ferrita nas doze amostras em estudo foram feitas, através de medidas magnéticas, antes que estas fossem submetidas à

deformação plástica a frio. Estes valores estão representados na Figura 1, sendo que o contorno tracejado em vermelho representa a média e desvio-padrão dos mesmos. Nota-se que apenas a amostra indicada como 4 apresenta valor médio fora do intervalo médio de todas as amostras; no entanto tal desvio não afetou as análises após a laminação, como será mostrado na sequência.

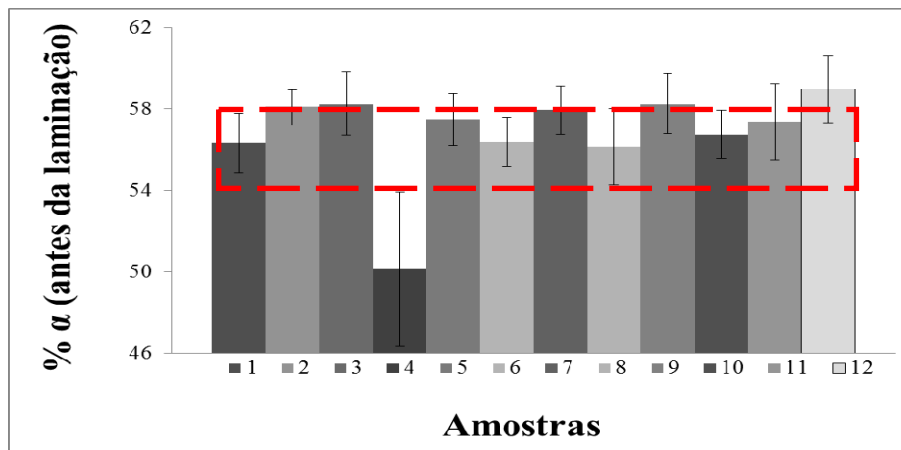


Figura 1. Fração volumétrica de ferrita medida pelo método magnético por ferritoscópio das amostras anteriormente à laminação.

Foram realizadas novas medidas da porcentagem volumétrica de ferrita das amostras após a deformação plástica imposta pelo laminador, através do ferritoscópio. As Figuras 2 e 3 mostram a fração de ferrita das amostras em função da deformação plástica e do trabalho aplicado, respectivamente. Como esperado, o aumento da quantidade de deformação plástica diminui a fração de ferrita, o que é possível notar comparando os valores da área com o contorno vermelho (média dos valores de fração de ferrita iniciais) e os valores das curvas.

Os cálculos das deformações e do trabalho de deformação são dados pelas Equações 1 a 3, e a Figura 4 representa os eixos de deformação relacionados às dimensões das amostras. Os valores dos coeficientes de deformação H (748 ± 12 MPa) e de encruamento n ($0,056 \pm 0,00029$) necessários ao cálculo do trabalho de deformação (Equação 3), foram extraídos de trabalho anterior deste grupo de pesquisa.⁽⁷⁾

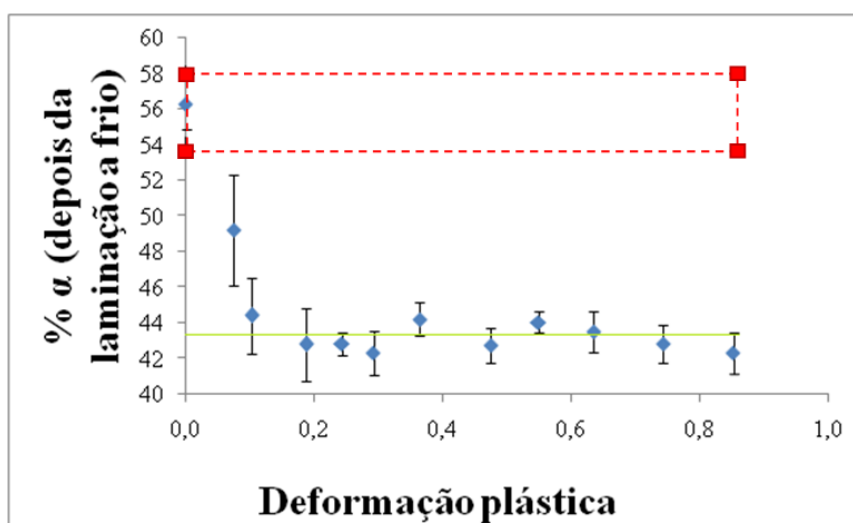


Figura 2. % α em função da deformação plástica.

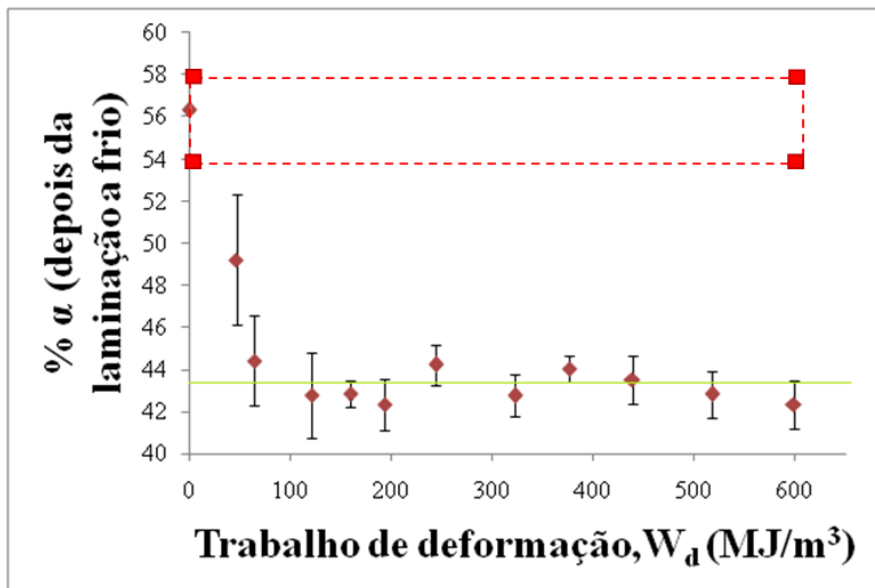


Figura 3. % α em função do trabalho de deformação plástica aplicado.

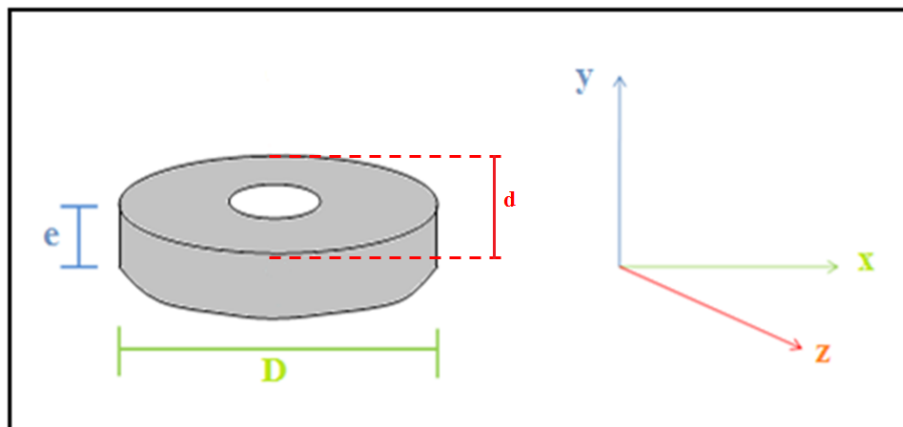


Figura 4. Ilustração das dimensões da amostra e seus eixos de deformação, onde e é a espessura, d corresponde ao diâmetro no eixo z e D ao do eixo x.

$$\epsilon_x = \ln \frac{\pi \cdot D}{\pi \cdot D_0}; \quad \epsilon_y = \ln \frac{e}{e_0}; \quad \epsilon_z = \ln \frac{\pi \cdot d}{\pi \cdot d_0} \quad (1)$$

$$\epsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3} \cdot (\epsilon_x^2 + \epsilon_y^2 + \epsilon_z^2)} \quad (2)$$

$$W_d = \int_0^{\epsilon_p, amostra} H \cdot \epsilon_p^n \cdot d\epsilon_p = \frac{H \cdot \epsilon_p^{n+1}}{n+1} \Big|_0^{\epsilon_p, amostra} \quad (3)$$

As difrações de raios-X da amostra original e das onze amostras depois de deformadas plasticamente foram feitas varrendo-se ângulos de difração $35^\circ < 2\theta < 95^\circ$. Todas as curvas de intensidade em função do ângulo de difração apresentaram o mesmo comportamento (Figura 5), que representa os valores das condições mais relevantes ao estudo, sem deformação plástica, com um valor intermediário de deformação plástica e com o máximo de deformação plástica aplicada. Os picos apresentados são relativos apenas às fases ferrita e austenita, descartando-se a presença de outras fases nas microestruturas

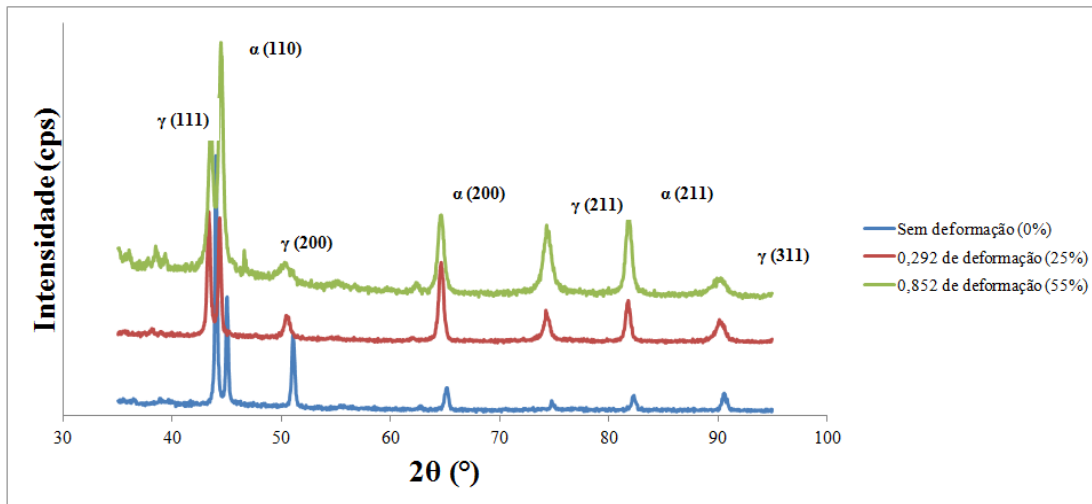


Figura 5. Difratoograma raios-X em função da deformação plástica aplicada.

Nas micrografias da superfície do plano do disco (Figura 6) apresentam-se as fases ferrita (escura quando utilizado o ataque Behara ou lisa e em alto relevo após o ataque de ácido oxálico) e austenita (clara ou com maclas e baixo relevo) nas condições mais relevantes ao estudo, sem deformação plástica, com dois valores intermediários de deformação plástica e com o máximo de deformação plástica aplicada. Analisando as estas micrografias é perceptível o aumento da fração de austenita (clara ou com maclas), conforme é aumentada a quantidade de deformação plástica aplicada.

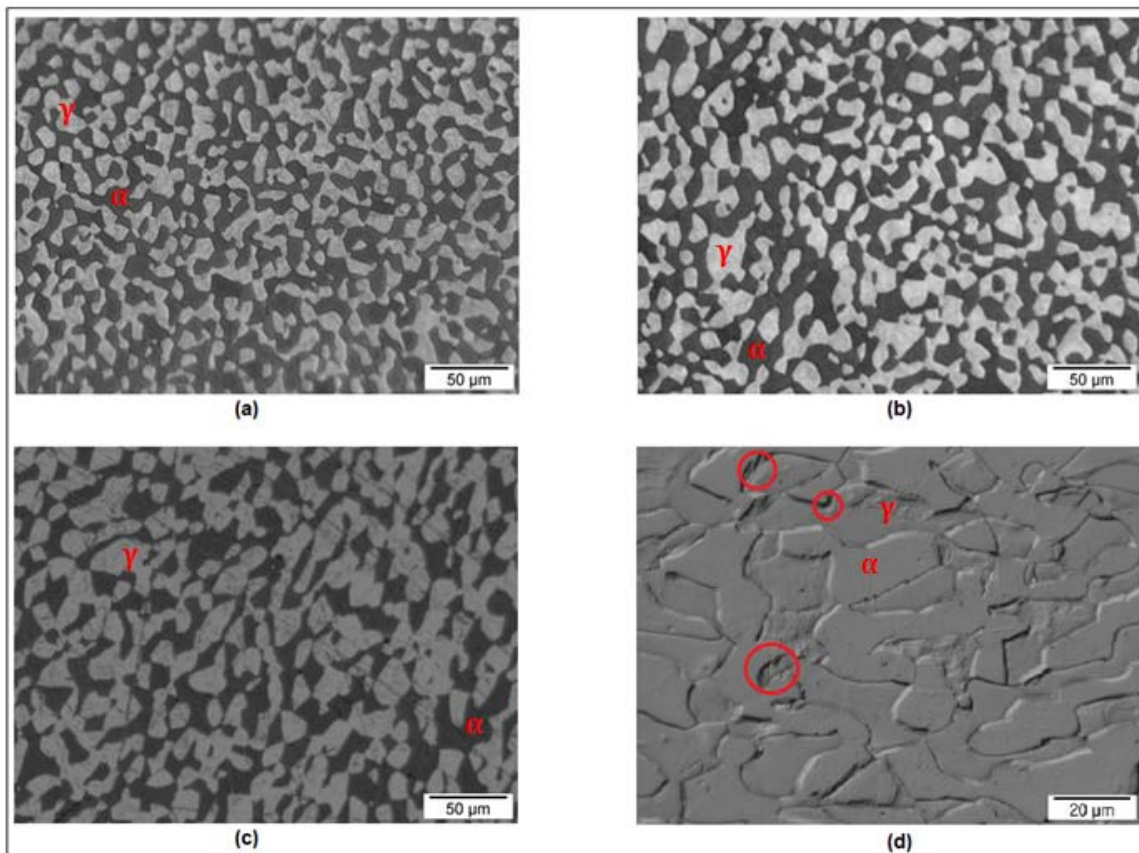


Figura 6. Micrografias com aumento de 20x e ataque Behara (em a, b e c) e oxálico (em d). (a) Amostra original; (b) 15% deformada (0,187 de deformação); (c) 35% deformada (0,474 de deformação); e (d) 55% deformada (0,852 de deformação).

4 DISCUSSÃO

Os resultados das medições magnéticas mostram que apesar dos altos desvios padrões, foi possível analisar a redução da porcentagem da fase de ferrita presente em função do aumento de deformação plástica a frio aplicada. Notou-se que em dada deformação plástica (ou após determinado trabalho de deformação) a fração da fase ferrítica passa a não decrescer mais com o aumento da deformação e é estabilizada. Então, existe a possibilidade de existir um mínimo de ferrita presente no material em estudo, de modo que mesmo introduzindo mais energia de deformação neste aço inoxidável dúplex a transformação de fases induzida por deformação passa a não ocorrer. Observou-se que este limite é de aproximadamente 0,2 de deformação plástica efetiva ou de 100 MJ/m³ de energia absorvida na deformação plástica (retas verdes das Figuras 2 e 3).

Depois de aplicadas as deformações plásticas respectivas a cada amostra e feita a DRX foi notado que todas as amostras apresentaram o mesmo tipo de comportamento (Figura 5), com intensidades diferentes para cada fase, de acordo com a quantidade de deformação plástica aplicada, e as únicas fases presentes são austenita e ferrita. Esta técnica permitiu a análise de que a transformação da fase ferrítica em fase austenítica induzida por deformação realmente ocorre sem envolver a formação de qualquer outra fase. Estes resultados comprovam a análise metalográfica (Figura 6), onde se observam apenas as fases ferrita e austenita. Observando a micrografia apresentada na Figura 6d é possível perceber que existem “degraus” entre as fases ferrita e austenita, representados por círculos vermelhos. Estes podem ser indícios da transformação de fase induzida pelo trabalho mecânico a frio aplicado.

Deste modo, a transformação de ferrita em austenita induzida por deformação, num processo semelhante a uma transformação martensítica reversa, ficou comprovada no material e condição de solubilização em estudo.

5 CONCLUSÃO

Através da análise dos resultados obtidos e da base teórica desenvolvida é possível concluir que inicialmente a microestrutura do aço SAF 2205 não apresenta qualquer outra fase senão ferrita e austenita, e através da difração de raios-X é possível perceber que as amostras também apresentam apenas as fases ferrítica e austenítica, mesmo após a deformação plástica aplicada. Os resultados obtidos por medições magnéticas comprovam a queda da fração volumétrica de ferrita em função do acréscimo de deformação plástica aplicada. Assim, a teoria de que no aço em estudo poderia ocorrer transformação de fase de ferrita em austenita induzida por deformação plástica, provavelmente por uma transformação martensítica reversa, é aplicável no aço inoxidável dúplex em estudo. Percebe-se ainda que nas condições deste estudo, energias de deformação superiores a 100 MJ/m³ não levam a aumento na fração de ferrita transformada.

Agradecimentos

Ao Centro Universitário da FEI pela concessão da bolsa de iniciação científica.

REFERÊNCIAS

- 1 MAGNABOSCO, R., AVILA, C. C., RABECHINI, F. M. Influência do encruamento na cinética de formação de fase sigma em aço inoxidável dúplex. In: 66º Congresso Internacional Anual da ABM – 18 a 22 de julho de 2011 – São Paulo.
- 2 MAGNABOSCO, R., TAVARES, D., FORGAS JUNIOR, A., MOURA NETO, C. Ferrite-to-austenite transformation during cold working of a duplex stainless steel. In: 7th European Stainless Steel Conference Science and Market – 21 to 23 september 2011 – Italy.
- 3 PANDI, R.; YUE, S. Dynamic Transformation of Austenite to Ferrite in Low Carbon Steel. ISIJ International, v. 34 1994, p, 270-279.
- 4 LUO, H., SIETSMA, J., ZWAAG, S. A novel observation of strain-induced ferrite-to-austenite retransformation after intercritical deformation of C-Mn steel. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 35A, set. 2004, p. 2789-2797.
- 5 SOUTHWICK, P.; HONEYCOMBE, R. Decomposition of ferrite to austenite in 26% Cr-5%Ni stainless steel. Metal Science, july 1980, p. 253-261.
- 6 SPOMBERG, S. Uso de difratometria de raios-X na quantificação de ferrita e austenita em aços inoxidáveis dúplex. Relatório final de Iniciação Científica - Centro Universitário da FEI, 2011, http://fei.edu.br/~rodrmagm/PROJETOS_IC/2011/SS_Parcial_2011.pdf, consultado em 09.mar.2011.
- 7 DONATO, G. , MAGNABOSCO, R., Previsão da vida em fadiga de aços inoxidáveis dúplex SAF 2205 e SAF 2507. 11º Simpósio Internacional de Iniciação Científica da USP – SIICUSP, de 05 a 07 de novembro de 2003, São Carlos, SP.