

TRANSFORMAÇÃO DA FERRITA EM AUSTENITA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX SUBMETIDO A CARREGAMENTO UNIAXIAL¹

Arnaldo Forgas Júnior²
Rodrigo Magnabosco³
Carlos de Moura Neto⁴
Daniel Barduzzi Tavares⁵

Resumo

O objetivo principal deste trabalho é apresentar e analisar a ocorrência da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação plástica em um aço inoxidável dúplex UNS S31803, solubilizado em quatro diferentes temperaturas por 30 minutos. Para isso, realizaram-se ensaios de tração nas amostras. Com os corpos-de-prova já tracionados, cortaram-se, na região da estrição, amostras com 60 mm de comprimento. Fez-se o embutimento com resina de cura a frio, com posterior lixamento e polimento, expondo-se a seção longitudinal das amostras, nas quais se mediu a fração de ferrita por ferritoscópio, com auxílio de uma escala, para relacionar a fração de ferrita com a deformação imposta no ensaio de tração. Imagens com microscopia óptica foram realizadas nas amostras. Para todas elas, a fração de ferrita diminui com o aumento do grau de deformação imposta pelo ensaio de tração, o que indica a possível ocorrência da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação plástica, semelhante a uma transformação martensítica reversa. Porém, percebe-se que a queda de ferrita com o aumento do grau de deformação, para cada temperatura de solubilização, ocorre com características diferentes, isso provavelmente associado a diferenças na fração inicial de ferrita e sua composição química para cada temperatura.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis dúplex; Transformação de fase; Transformação martensítica reversa.

FERRITE TO AUSTENITE TRANSFORMATION OF A DUPLEX STAINLESS STEEL SUBJECTED TO AN UNIAXIAL TENSILE LOAD

Abstract

The main objective of this paper is to present and analyze the occurrence of the transformation of austenite into ferrite induced by plastic deformation in a duplex stainless steel UNS S31803, treated at four different temperatures for 30 minutes. Tensile test were performed on those samples, after that the samples were cut off at the neck region with approximately 60 mm length. Then, they were embedded in resin with subsequent grinding and polishing to expose the longitudinal section of the samples, allowing the measurement of the ferrite fraction using a ferritscope, relating the ferrite fraction to the imposed deformation. Images using optical microscope were performed on the samples. In all samples, ferrite fraction decreases with increasing degree of deformation imposed by the tensile test, indicating the possible occurrence of ferrite to austenite transformation induced by plastic deformation, similar to a reverse martensitic transformation. However, it is clear that the decrease of ferrite with increasing degree of deformation for each solution-treatment temperature occurs differently, and this phenomenon is probably associated with differences in the initial fraction of the ferrite phase and its chemical composition at each temperature.

Key words: Duplex stainless steels; Phase transformation; Reverse martensitic transformation.

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

² Mestre em Eng. Mecânica, Concentração Materiais e Processos, Centro Universitário da FEI, SP, Brasil; forgas.jr@gmail.com.

³ Prof. Titular do Depto. de Eng. Mecânica, FEI, SP, Brasil; rodrmagm@fei.edu.br.

⁴ Prof. Titular do Depto. de Eng. dos Materiais e Processos, Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), Brasil; mneto@ita.br.

⁵ Graduando, Eng. Mecânica, Centro Universitário da FEI, SP, Brasil; daniel_barduzzi@yahoo.com.br.

1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável dúplex (DSS, do inglês Duplex Stainless Steel) é caracterizado idealmente por quantidades iguais de ferrita e austenita na sua microestrutura, o que fornece maior resistência mecânica e maior resistência à corrosão em relação aos aços inoxidáveis ferríticos mantendo a boa ductilidade e tenacidade encontrada nos aços inoxidáveis austeníticos. Devido a essas excelentes propriedades sua utilização tem aumentado consideravelmente nas indústrias químicas, para aplicação em vasos de pressão, trocadores de calor e linhas de tubulação, nas indústrias de papel e celulose, para aplicação em evaporadores e torres de estocagem e nas indústrias de óleo e gás, para aplicação em linhas de tubos para transporte de dióxido de carbono seco e/ou úmido.⁽¹⁾

Dentre os aços inoxidáveis dúplex destaca-se o aço UNS S31803, cuja composição química apresenta 22%Cr – 5%Ni – 3%Mo – 0,15%N – 0,02%C. Suas propriedades mecânicas típicas são 770 MPa de limite de resistência, 515 MPa de limite de escoamento e alongamento em 50 mm mínimo de 25%; sua estrutura básica é composta, em média, por 40% a 45% de ferrita e 55% a 60% de austenita após solubilização entre 1.000°C e 1.200°C e resfriamento brusco.⁽²⁾

Suas propriedades têm sido continuamente melhoradas pela otimização das ligas, também por trabalho a frio e trabalho a quente, e ainda por tratamento térmico. A formação das duas fases é determinada pela partição preferencial dos elementos de liga que são estabilizadores da ferrita ou da austenita; entre eles destacam-se cromo, molibdênio, níquel e nitrogênio. Alterações microestruturais podem ocorrer como resultado da partição do soluto durante tratamentos térmicos e termomecânicos desse aço, sendo a transformação de ferrita em austenita como a principal transformação que ocorre durante seu processamento a quente.⁽³⁾

Porém, Magnabosco, Ávila e Rabechini,⁽⁴⁾ após trabalho a frio do aço UNS S31803 solubilizado a 1.100°C por 30 minutos, verificaram que com o aumento do grau de encruamento ocorre diminuição na fração volumétrica de ferrita.

Em condições de equilíbrio, as fases presentes, para o aço inoxidável dúplex solubilizado nas condições mencionadas, são ferrita e austenita. Portanto tal resultado sugere que uma transformação de ferrita em austenita induzida por deformação, similar a transformação martensítica reversa, é a razão para a redução da fração volumétrica de ferrita desse aço. Evidências de transformação martensítica reversa em ligas de ferro são descritas para aços C-Mn e aços perlíticos deformados na região intercrítica, onde ferrita e austenita coexistem. Entretanto essas transformações não são comumente descritas para os aços inoxidáveis dúplex, sendo mais estudadas as transformações martensíticas induzidas por deformação para os aços inoxidáveis austeníticos.⁽⁵⁾ Porém, Southwick e Honeycombe⁽⁶⁾ já discutiam sobre esse tipo de transformação para os aços inoxidáveis dúplex comparando com os aços baixa liga. Segundo eles, a morfologia da austenita precipitada nos aços inoxidáveis dúplex é correlata com a morfologia da ferrita proeutetóide nos aços baixa liga. Essa constatação é muito importante porque mostra que se pode utilizar como base para o aço inoxidável dúplex o modelo de transformação dos aços baixa liga. Isso implica que a direção da transformação CCC/ CFC é irrelevante nas variantes morfológicas esperadas. Resultados similares foram encontrados na formação da austenita a partir da ferrita em experimentos de re-austenitização dos aços baixa liga.⁽⁶⁾

1.1 Motivação e Objetivos

A motivação desse trabalho surge a partir dos resultados preliminares encontrados na amostra solubilizada e deformada plasticamente a frio do aço inoxidável duplex UNS S31803, que evidencia a transformação reversa de ferrita em austenita induzida por deformação plástica. Assim, o objetivo deste trabalho é apresentar e analisar a ocorrência da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação plástica, no presente estudo, imposta por tração uniaxial, em um aço inoxidável duplex UNS S31803, solubilizado em quatro diferentes temperaturas por 30 minutos previamente a deformação.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O aço inoxidável duplex (UNS S31803) investigado nesse trabalho foi cedido pelo Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos da FEI (CDMatM-FEI), na forma de chapas de 300 mm de comprimento x 200 mm de largura x 3 mm de espessura. A composição química inicial está apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química (% em massa) do aço DSS em estudo

Cr	Ni	Mo	Mn	N	C	Si	P	S	Fe
22,1	5,4	3,15	0,76	0,178	0,015	0,45	0,02	0,005	balanço

Com o objetivo de verificar a transformação de ferrita em austenita quando o material é submetido a um esforço uniaxial de tensão, realizou-se o ensaio de tração para amostras do material, solubilizadas por 30 minutos a 1.050, 1.100, 1.150 e 1.200°C, com taxa de deformação de $0,1s^{-1}$. Os ensaios de tração foram realizados segundo norma ASTM E8M-04, sendo três amostras para cada temperatura, totalizando 12 ensaios. Os ensaios de tração foram realizados no Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos da FEI (CDMatM-FEI) utilizando-se a máquina de ensaios universal MTS 810.25.

Foram cortadas, a partir dos corpos-de-prova tracionados, amostras no sentido longitudinal, utilizando-se a máquina de corte do CDMatM-FEI, e foram embutidas em resina termofixa de cura a frio. A Figura 1 ilustra o embutimento realizado.



Figura 1. Corte longitudinal dos corpos-de-prova tracionados e embutidos em resina de cura a frio.

Na sequência as amostras sofreram lixamento até 500 mesh e depois polimento com pasta de diamante de granulação de 6 μm , 3 μm e 1 μm , utilizando lubrificação com álcool etílico absoluto durante as etapas de polimento, em equipamento semi-automático do CDMatM-FEI.

Após o lixamento das amostras fez-se a medição da fração volumétrica de ferrita com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30, calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Foram realizadas 3 medições em cada uma das séries de amostras, em quatro pontos equidistantes de 2 mm, para avaliar a fração de ferrita em função da deformação efetiva, calculada conforme as Equações 1, 2 e 3.

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}(\varepsilon_{p1}^2 + \varepsilon_{p2}^2 + \varepsilon_{p3}^2)} \quad (1)$$

Sendo que no ensaio de tração assumiu-se que:

$$\varepsilon_{p2} = \varepsilon_{p3} = -\frac{\varepsilon_{p1}}{2} \quad (2)$$

$$\varepsilon_{p2} = \ln \frac{L}{L_0} \quad (3)$$

As quatro medidas equidistantes da largura “L” foram realizadas nas mesmas posições mostradas na Figura 1, antes do seccionamento das amostras.

Os corpos-de-prova, depois de polidos, sofreram ataque eletrolítico com ácido oxálico, com 6 Vcc de diferença de potencial. O tempo de ataque foi de aproximadamente 30 segundos de imersão, interrompido com água, e a superfície de observação foi seca através da evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar frio, permitindo o registro micrográfico das amostras por meio do software QMetals, parte integrante do sistema de análise de imagens LEICA Q500/W, conectado ao microscópio LEICA DMLM disponíveis no CDMatM-FEI.

3 RESULTADOS

A Figura 2 mostra as curvas tensão-deformação de engenharia típicas obtidas para cada uma das amostras, enquanto que a Figura 3 ilustra as curvas tensão-deformação verdadeiras, até a máxima deformação plástica uniforme, obtida no limite de resistência. A partir dos dados obtidos do ensaio de tração: limite de resistência, limite de escoamento e alongamento total, e utilizando-se a equação de Hollomon (Equação 4), calcularam-se os parâmetros expoente de encruamento (n) e coeficiente de resistência (H).

$$\sigma = H\varepsilon_p^n \quad (4)$$

A Tabela 2 mostra os valores obtidos do ensaio de tração e os parâmetros calculados com a equação de Hollomon.

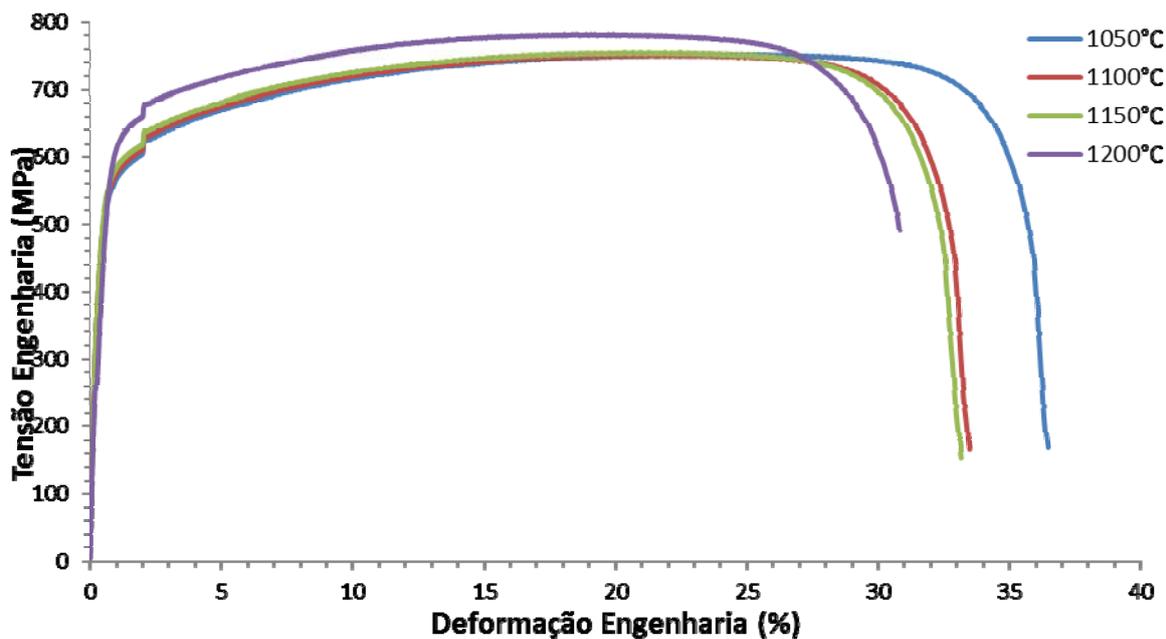


Figura 2. Diagrama tensão-deformação de engenharia para as amostras solubilizadas em 1.050, 1.100, 1.150 e 1.200°C.

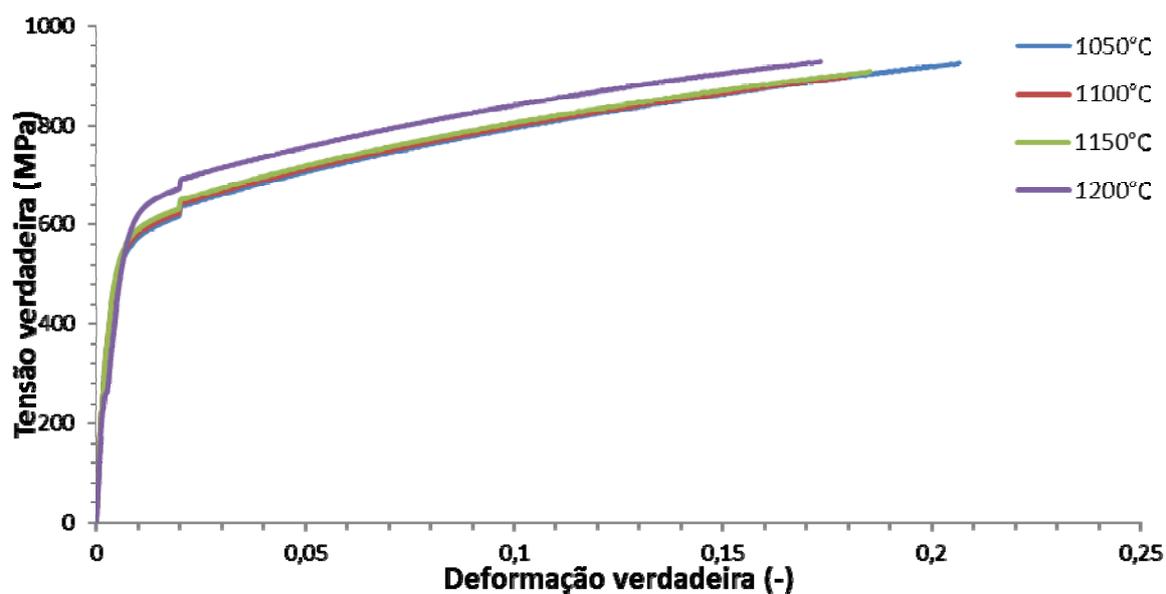


Figura 3. Diagrama tensão-deformação verdadeira para as amostras solubilizadas em 1.050, 1.100, 1.150 e 1.200°C.

Tabela 2. Propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração

Temperatura de solubilização	Limite de escoamento	Limite de resistência	Alongamento total	Expoente de Encruamento	Coefficiente de resistência
(°C)	LE (MPa)	LR (MPa)	At-50mm(%)	n(-)	H (MPa)
1.050	476±6	751±2	35,5±0,4	0,168±0,005	1.176±20
1.100	480±6	752±3	32,8±1,6	0,166±0,002	1.178±14
1.150	496±8	755±8	32,8±0,6	0,164±0,002	1.182±15
1.200	517±4	781±8	25,6±1,4	0,149±0,002	1.191±24

As Figuras 4, 5, 6 e 7 apresentam os valores de fração em volume de ferrita em função da deformação efetiva e do trabalho de deformação, medidas em quatro pontos equidistantes de 2 mm ao longo do corpo-de-prova iniciando na região de menor deformação até a região do pescoço, como indicado na Figura 2, para as amostras solubilizadas em 1.050, 1.100, 1.150 e 1.200°C que sofreram tração uniaxial. Os valores do trabalho de deformação foram calculados por meio da Equação 5. Nota-se que a fração em volume de ferrita diminui com o aumento da deformação efetiva bem como com o aumento do trabalho de deformação.

$$W_d = \int_0^{\varepsilon_p} H \cdot \varepsilon_p^n \cdot d\varepsilon_p = \frac{H \cdot \varepsilon_p^{n+1}}{n+1} \Big|_0^{\varepsilon_p} \quad (5)$$

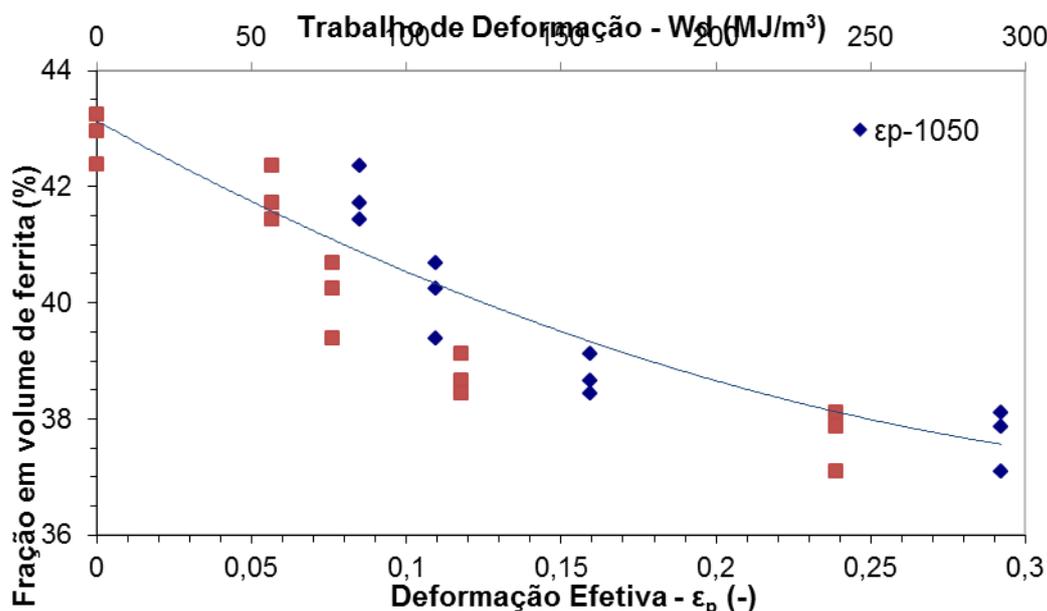


Figura 4. Fração em volume de ferrita em função da deformação efetiva e do trabalho de deformação, da amostra solubilizada em 1.050°C, medido por ferritoscópio.

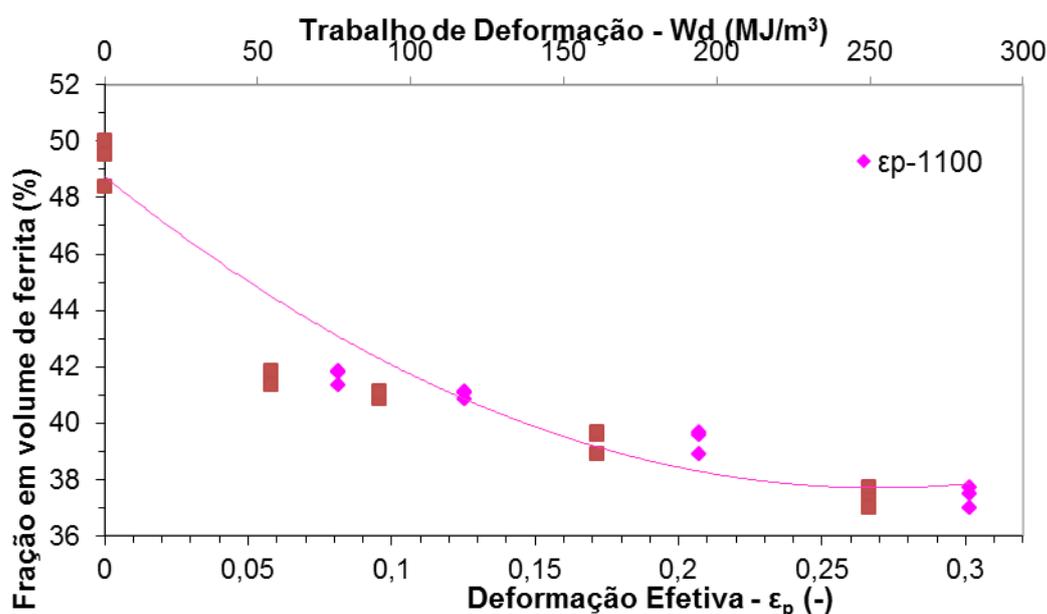


Figura 5. Fração em volume de ferrita em função da deformação efetiva e do trabalho de deformação, da amostra solubilizada em 1.100°C, medido por ferritoscópio.

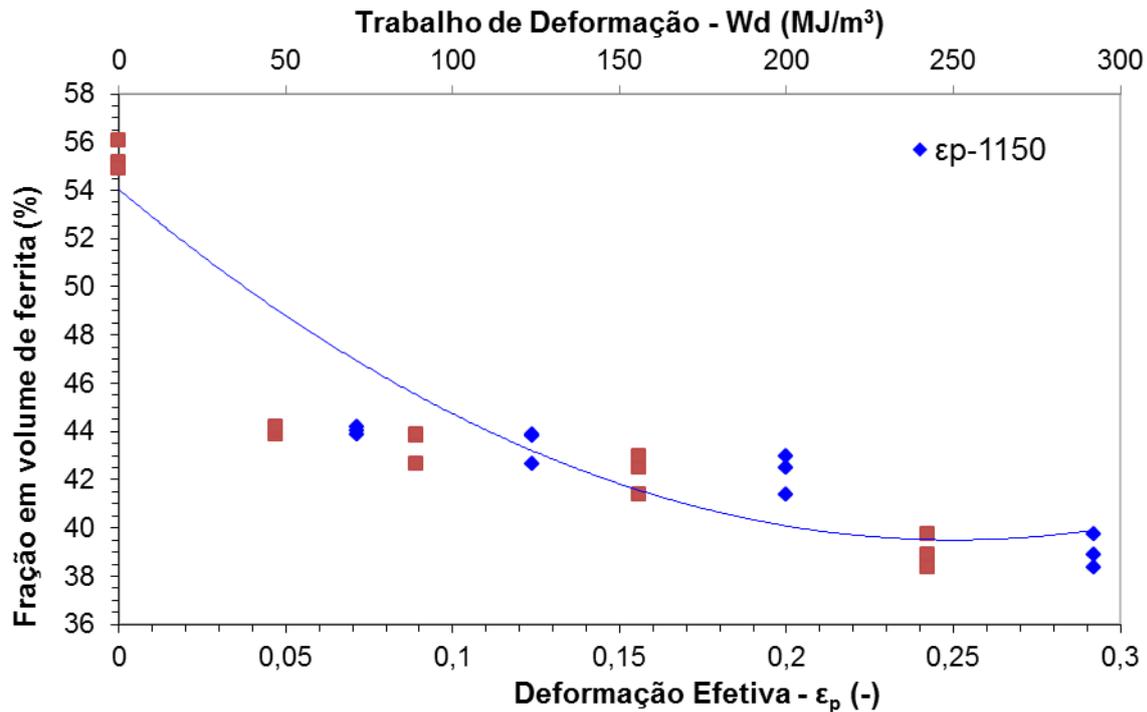


Figura 6. Fração em volume de ferrita em função da deformação efetiva e do trabalho de deformação, da amostra solubilizada em 1.150°C, medido por ferritoscópio.

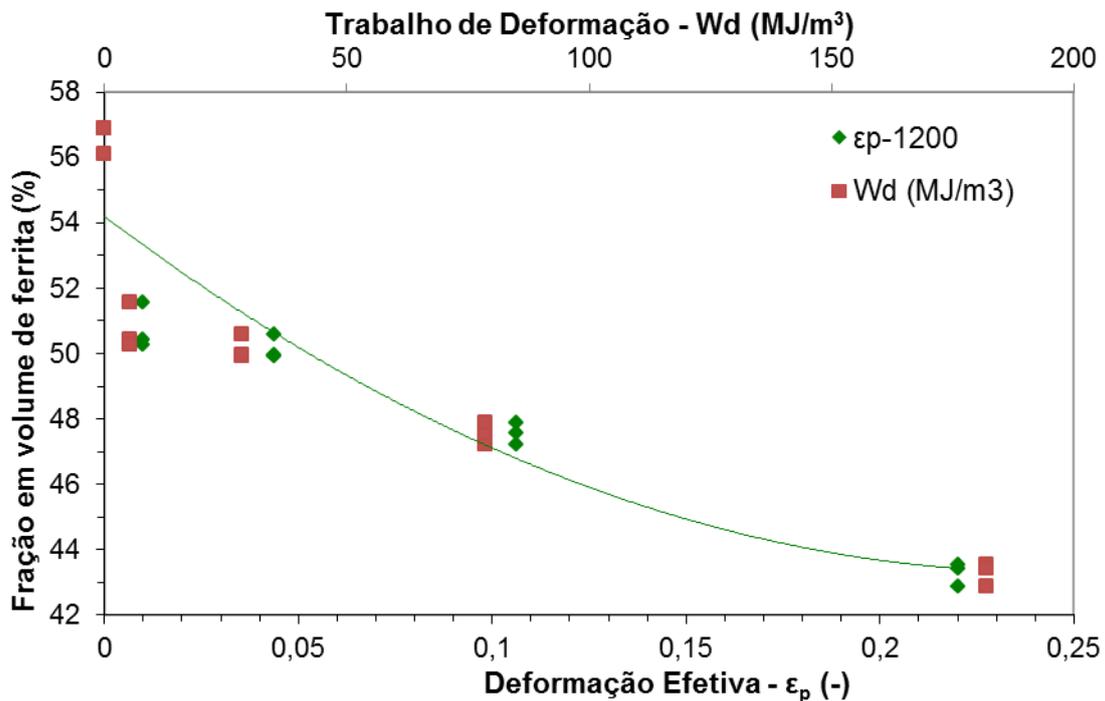


Figura 7. Fração em volume de ferrita em função da deformação efetiva e do trabalho de deformação, da amostra solubilizada em 1.200°C, medido por ferritoscópio.

As Figuras 8 e 9 mostram as micrografias das amostras solubilizadas nas temperaturas de 1.050 e 1.200°C respectivamente, no sentido da região menos deformada para a região mais deformada.

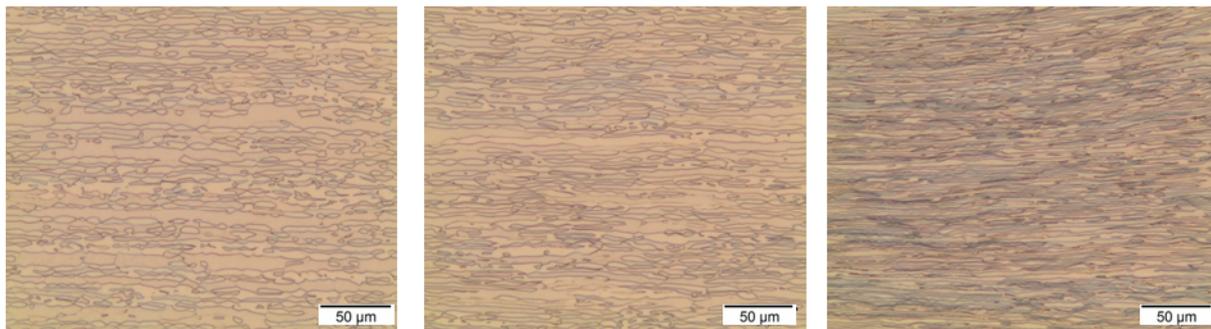


Figura 8. Micrografias da amostra solubilizada a 1.050°C no sentido de aumento da deformação.

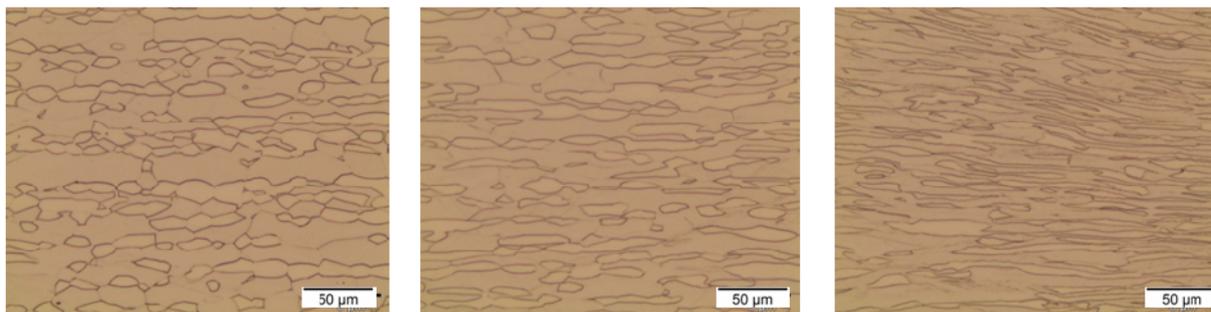


Figura 9. Micrografias da amostra solubilizada a 1.200°C no sentido de aumento da deformação.

As micrografias mostram, claramente, que a estrutura é composta por ferrita e austenita no aço inoxidável dúplex, podendo ser visualizado o aumento da deformação no sentido da região da estrição, e o aumento do tamanho médio dos grãos de austenita e ferrita com o aumento da temperatura de solubilização.

4 DISCUSSÃO

Com base nos resultados encontrados, pode-se verificar que, para todas as amostras tratadas em diferentes temperaturas de solubilização (1.050, 1.100, 1.150 e 1.00°C) e depois submetidas a um carregamento uniaxial, a fração de ferrita diminui com o aumento do grau de encruamento. Em condições de equilíbrio, sabe-se que, para esse intervalo de temperatura, as únicas fases presentes no aço inoxidável dúplex são ferrita e austenita. Essa primeira constatação mostra o forte indício da ocorrência da transformação ferrita em austenita induzida por deformação plástica, similar a transformação martensítica reversa. A Figura 10 mostra a fração de ferrita e austenita, calculada no ThermoCalc, em condições de equilíbrio, comparando com os dados experimentais da amostra solubilizada e da amostra na máxima deformação. Verifica-se que para os dados da amostra solubilizada existe boa concordância entre os valores calculados e experimentais, a exceção dos valores obtidos a 1.200°C; contudo, é nítida a redução da fração de ferrita com a ocorrência da deformação.

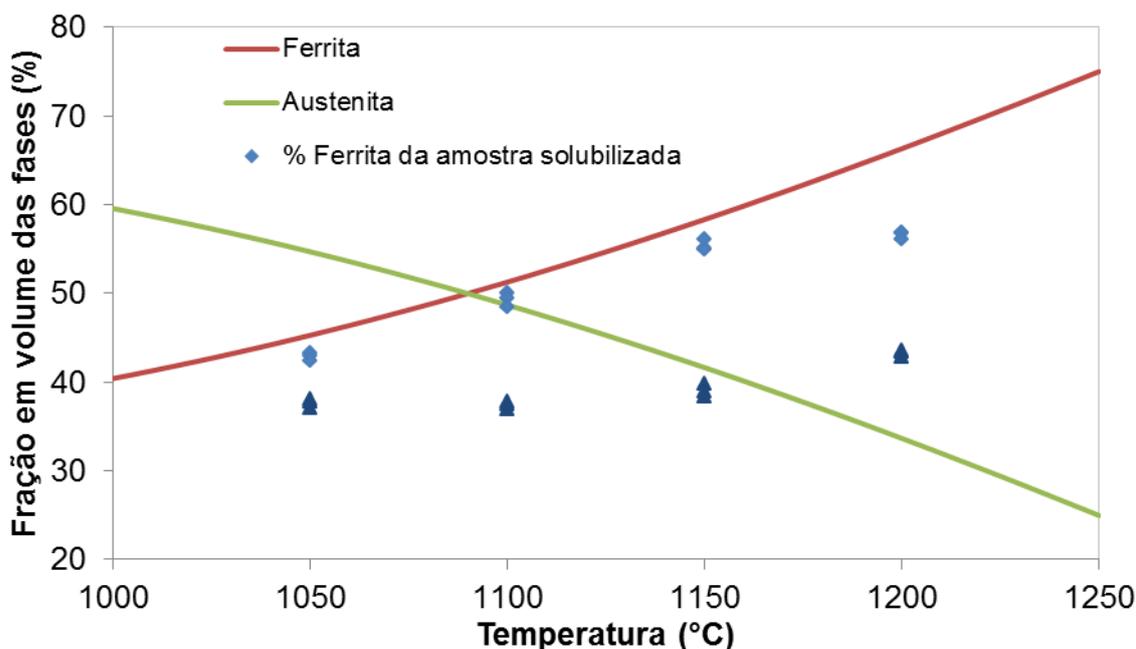


Figura 10. Variação da fração em volume das fases ferrita e austenita calculadas pelo ThermoCalc, comprando com os dados experimentais.

Como o ensaio de tração foi realizado na temperatura ambiente, em sala com temperatura controlada (23°C), pode-se descartar qualquer alteração microestrutural proveniente do aquecimento durante o processo de deformação. Porém existe a possibilidade de que um aquecimento local possa ocorrer, gerando bandas de cisalhamento adiabáticas. Yvanisenko et al.⁽⁷⁾ afirmam que temperaturas na ordem de 1.000°C podem ser atingidas para aços perlíticos dessa maneira. Segundo os autores, é bem conhecido que a deformação plástica nesses aços usualmente é acompanhada por deformações localizadas. Isso ocorre nos aços ao carbono porque as lamelas de cementita são obstáculo para a propagação das discordâncias na ferrita, e a deformação se inicia primeiramente nas colônias orientadas favoravelmente na direção da tensão de cisalhamento. Geralmente, o fenômeno de cisalhamento local é acompanhado pelo amolecimento local da estrutura. Esse amolecimento pode ser devido a razões térmicas ou geométricas. No amolecimento geométrico, a estrutura se orienta para uma direção mais fácil para que ocorra o escorregamento. Exatamente esse tipo de reorientação é observado para os aços perlíticos quando submetidos a deformações plásticas em taxas de deformação usuais ($<1s^{-1}$), caso do ensaio de tração. Já para o caso do amolecimento térmico, a temperatura local aumenta quando a taxa de deformação é muito alta ($>10^3 s^{-1}$) e o calor gerado não pode escapar da área de deformação, desse modo bandas de cisalhamento adiabático são formadas.⁽⁷⁾ Portanto, comparativamente, no aço inoxidável do presente trabalho, as estruturas de bandas ferrita e austenita são o obstáculo a propagação das discordâncias, bem como a granulação fina usual desses aços, observada nas micrografias das Figuras 8 e 9. Como no ensaio de tração a taxa de deformação foi inferior à $1s^{-1}$, o amolecimento geométrico se torna preferencial em relação ao amolecimento térmico, daí uma segunda constatação é que se pode descartar a razão térmica na transformação da ferrita em austenita, e por exclusão, o mecanismo da formação da austenita é a deformação plástica imposta no ensaio de tração via transformação martensítica reversa.

Percebe-se ainda que a queda de ferrita com o aumento do grau de deformação, para cada temperatura de solubilização, ocorre com características diferentes, como

pode ser observado na Figura 11. Isso porque há diferenças na fração inicial de ferrita para cada temperatura, bem como na composição química desta fase, como mostra a Figura 12. A variação do tamanho de grão também é outro fator que pode ser atribuído como causa para essa mudança de característica, já que qualitativamente, o tamanho de grão aumenta com a temperatura de solubilização. Essas diferenças fazem com que a resposta à deformação também seja diferenciada, afetando também a estabilidade da ferrita presente, e, portanto a transformação de ferrita em austenita induzida por deformação é afetada.

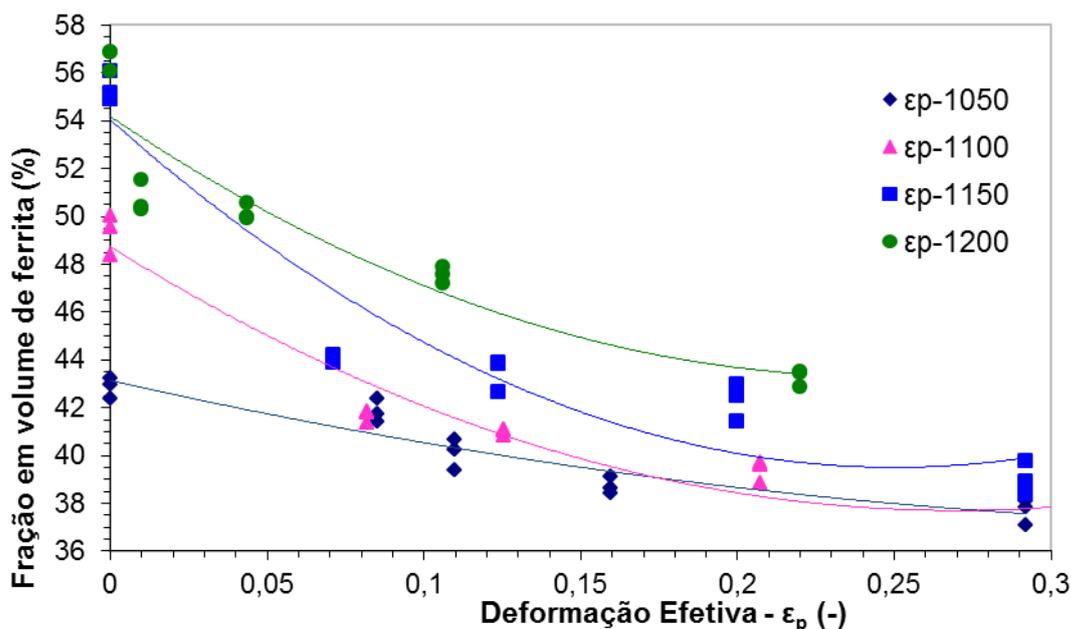


Figura 11. Média da queda da fração de ferrita com o aumento do grau de deformação.

5 CONCLUSÕES

Do presente trabalho pode-se concluir que as fases presentes no aço inoxidável dúplex solubilizado nas temperaturas de 1.050 a 1.200°C são ferrita e austenita. No entanto, as medições de ferritoscópio nas amostras tracionadas mostram que a fração em volume de ferrita diminui com o aumento do grau de encruamento. Essas observações são fortes indícios de uma transformação de ferrita em austenita sem difusão, similar à transformação martensítica reversa, durante a deformação a frio de aços inoxidáveis dúplex. Conclui-se ainda que a queda de fração de ferrita se apresenta de maneira diferente para as diferentes temperaturas de solubilização, evidenciando que, dependendo da microestrutura inicial (fração de ferrita, tamanho de grão e/ou composição química das fases), a resposta à deformação é diferente.

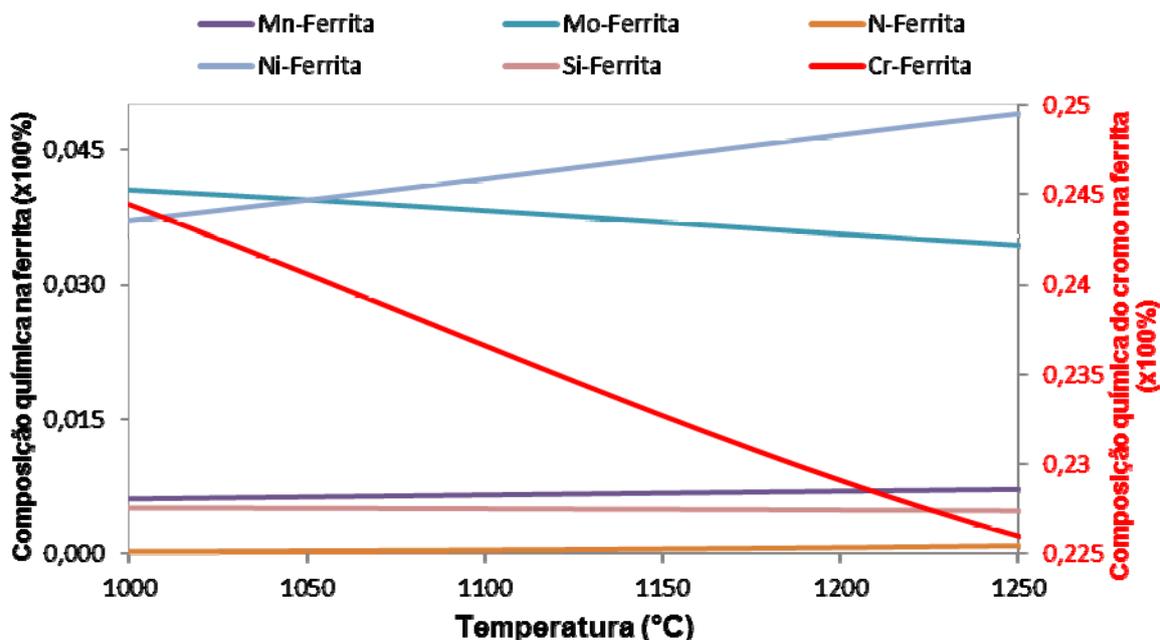


Figura 12. Variação da composição química das fases ferrita e austenita com a variação da temperatura de solubilização.

REFERÊNCIAS

- MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). Tese de Doutorado – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2001.
- MAGNABOSCO, R.; DONATO, G. H. B. Comportamento mecânico monotônico e cíclico de dois aços inoxidáveis dúplex. 59^o Congresso Anual da ABM, anais eletrônico, 2004.
- JORGE JUNIOR, A. M.; REIS, G. S.; BALANCIN, O. Influence of the microstructure on the plastic behavior of duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A* 528, 2259-2264, 2011.
- MAGNABOSCO, R.; AVILLA, A.; RABECHINI, F. Influência do encruamento na cinética da formação da fase sigma de um aço inoxidável duplex. 66^o Congresso Internacional Anual da ABM – 18 a 22 de julho de 2011 – São Paulo
- MAGNABOSCO, R.; TAVARES D.; FORGAS JR, 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, 2011, Como. 7th European Stainless Steel Conference - Science and Market: Proceedings. Milão : AIM, 2011.
- SOUTHWICK, P. D.; HONEYCOMBE R. W. K. Decomposition of ferrite to austenite in 26%Cr-5%Ni stainless steel. *Metal Science*. 253 – 261. July, 1980.
- IVANISENKO, Y.; MACLAREN, I.; SAUVAGE, X.; VALIEV, R. Z.; FECHT, H. J. Shear Induced α - γ transformation in nanoscale Fe-C composite. *Acta Materialia* 54. 1659 – 1669, 2006.