

MICROESTRUTURA E TEXTURA DE FITAS PRODUZIDAS POR “MELT-SPINNING” E DE CHAPAS LAMINADAS DE UM MESMO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX.

Clara Herrera^{*1}, Nelson Batista de Lima², Andréa Madeira Kliaugá³, Angelo Fernando Padilha¹
(1) Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, CEP 05508-900 São Paulo-SP, (2) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP), São Paulo-SP, (3) Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP.

RESUMO

Neste trabalho são apresentadas, de maneira comparativa, as microestruturas e as texturas de chapas e fitas de uma mesma corrida de aço inoxidável dúplex DIN W. Nr. 1.4462. As fitas foram solidificadas por “melt-spinning” com velocidade de resfriamento entre 10^4 e 10^5 K/s e as chapas foram laminadas a quente. A caracterização microestrutural dos materiais foi feita com auxílio de microscopia ótica, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura com análise por dispersão de energia, ferritoscopia e microdureza Vickers. A textura foi estudada por meio de difração de raios X. A chapa apresenta uma microestrutura lamelar de austenita e ferrita em proporções aproximadamente similares com um tamanho de grão fino e uma partição dos elementos químicos segundo sua natureza, alfa-gênicos ou gama-gênicos. A fita apresenta uma maior quantidade de grãos equiaxiais de ferrita com austenita precipitada nos contornos de grão, ambas fases com tamanho de grão muito pequeno. A dureza não apresenta diferenças significativas nos dois materiais. A textura da chapa, na austenita, é caracterizada por uma componente $(011) \langle \bar{2}11 \rangle$ e na ferrita por uma componente forte $(100) \langle 110 \rangle$ e outra (332) próxima de $\langle \bar{1}31 \rangle$. A fita possivelmente tem uma textura $(110)[uvw]$ na austenita e $(100)[uvw]$ na ferrita, mas as medidas não são conclusivas porque as figuras de pólo obtidas até agora não são inequívocas. Análises por EBSD da chapa laminada e da fita obtida por “melt-spinning” estão em andamento.

Palavras-chave: Aço inoxidável dúplex, laminação a quente, “melt-spinning”, microestrutura, textura.

* Contato: e-mail:cherrera@usp.br

INTRODUÇÃO.

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) são constituídos de duas fases, ferrita (α) e austenita (γ), em proporções aproximadamente iguais e estão baseados no sistema Fe-Cr-Ni. Os AID combinam muitas das qualidades dos aços inoxidáveis austeníticos (AIA) e dos aços inoxidáveis ferríticos (AIF). A tenacidade dos AID é maior do que dos AIF e o limite de escoamento é superior do que os limites de escoamento dos AIA e dos AIF. Apresentam ainda maior tenacidade e plasticidade que os inoxidáveis martensíticos (AIM) e excelente resistência à corrosão intergranular, à corrosão localizada e à corrosão sob tensão¹.

Os AID são ligas com aproximadamente 70% de Fe, com teores de cromo entre 20 e 30%, níquel entre 5 e 10%, carbono menor que 0,03% e adições de N, Mo, W, Mn e Cu. As composições comerciais contêm entre 22 a 26%Cr, 4 a 7%Ni, até 4,5%Mo e 0,7%Cu e W e são ligados com 0,08 até 0,35%N². Esses elementos influem nas quantidades de ferrita e de austenita formadas. Os elementos de liga são em geral classificados como estabilizadores da ferrita, alfa-gênicos (por exemplo Cr, Mo, Si) ou da austenita, gama-gênicos (por exemplo Ni, N, C, Cu) e a efetividade para estabilizar α e γ é comparada com a efetividade do Cr e do Ni expressas em termos da relação do cromo e níquel equivalentes, $(Cr/Ni)_{eq}$ ³.

Dentre as várias fórmulas de Cr_{eq} e Ni_{eq} existentes, pode-se mencionar a seguinte:

$$Cr_{eq} = Cr + 1,37Mo + 1,5Si + 2Nb + 3Ti \quad (1)$$

$$Ni_{eq} = Ni + 0,3Mn + 22C + 14,2N + Cu \quad (2)$$

Na solidificação dos AID, o líquido se transforma em ferrita até completar a solidificação. À medida que o resfriamento avança, parte dessa ferrita se transforma no estado sólido, por volta de 1250°C, em austenita. Dependendo das condições de resfriamento, pode-se obter uma estrutura completamente ferrítica ou bifásica α/γ e impedir a formação de outras fases formadas abaixo de 950°C, tais como a fase sigma (σ), a fase chi (χ) e o carboneto $M_{23}C_6$. Para obter solidificação completamente ferrítica a relação do $(Cr/Ni)_{eq}$ deve ser maior que 1,48⁴.

A microestrutura dúplex tem uma composição situada no campo bifásico ($\alpha+\gamma$) persistindo

em temperaturas elevadas (1000 - 1200°C), e pode ser obtida por laminação a frio seguida de um recozimento para produzir recristalização⁵ ou por laminação a quente realizada entre 1000 e 1200°C. A temperatura inferior de laminação a quente deve ser limitada para evitar a precipitação de fases intermetálicas. No final do processo, é efetuado um tratamento térmico de solubilização entre 1000 e 1150°C, seguido de um resfriamento rápido até a temperatura ambiente, obtendo-se uma microestrutura recristalizada de lamelas alternadas de ferrita e austenita isenta de precipitados.

Enquanto a quantidade das fases depende principalmente da composição e do processamento do material, o tamanho, a morfologia e a distribuição das duas fases dependem essencialmente do processamento. A velocidade de solidificação tem efeito acentuado na microestrutura bruta de fundição e nas transformações de fases que posteriormente ocorrem no estado sólido.

Os processos de solidificação podem ser divididos em processos tradicionais como fundição em areia, coquilha, lingotamento contínuo ou soldagem a arco, onde a faixa de velocidades está entre 10^{-6} e 10^3 K/s e processos de solidificação rápida como atomização de pós-finos, “melt-spinning” ou “splat quenching”, com velocidades entre 10^3 e 10^9 K/s.

Com o resfriamento rápido, as modificações microestruturais que podem ocorrer são redução da segregação química no produto solidificado, tamanho de grão muito fino e formação de soluções sólidas metaestáveis supersaturadas e eventualmente de novas fases metaestáveis cristalinas e vítreas. Nos aços com solidificação no campo ferrítico e resfriamento rápido, a formação no estado sólido de austenita não ocorre ou é retardada, produzindo uma microestrutura 100% ferrítica ou com baixa quantidade de austenita^{7, 8, 9, 10}. Johnson e co-autores¹⁰ concluíram que para altos teores de Cr, a transformação no estado sólido é inibida e propuseram alterações no diagrama de Schaeffler a partir das observações microestruturais em aços inoxidáveis solidificados pelo processo de “melt-spinning”.

Diversas pesquisas têm sido realizadas^{1, 2, 5, 6, 11} na área de metalurgia física e especialmente em transformações de fase dos AID, mas as características de textura, a microtextura e a mesotextura ainda são pouco

conhecidas, em comparação com os aços inoxidáveis monofásicos ferríticos e austeníticos.

Os AID produzidos por laminação a quente apresentam anisotropia nas propriedades mecânicas, tal que na direção transversal o material é mais resistente que na direção de laminação. Esta anisotropia aumenta com a quantidade de deformação presente e evidencia uma forte textura no material^{12, 13, 14}.

Hutchinson e co-autores¹² determinaram a textura do aço inoxidável dúplex DIN W. Nr. 1.4462 após recozimento, onde a textura da ferrita é centrada em (100)[011] e a textura da austenita contém dois componentes do tipo {100} <112>. Ul-Haq e coautores¹³ reportaram em um AID X2 CrNiMo 22 5 uma textura na ferrita dos tipos {001}<110> e {211}<011> e na austenita {011}<211> no estado como recebido. Depois de um recozimento a 1030°C por 30 minutos as componentes de textura são similares para as duas fases mas as intensidades são menores. Os resultados obtidos por Hutchinson¹² e Ul-Haq¹³ concordam com os De Lima e co-autores¹⁴ para o estado solubilizado a 1050°C por 20 minutos.

O processo de solidificação ultra-rápido, denominado “melt-spinning”, é um processo complexo que envolve muitas variáveis que determinam as propriedades físicas e as características microestruturais, sendo em geral observados uma redução acentuada no tamanho de grão e uma textura preferida.^{15, 16}

O do presente trabalho é estudar a microestrutura e a textura de um AID produzido por laminação a quente e por “melt-spinning”. O aço escolhido foi o DIN. W. Nr. 1.4462 (UNS S31803), que é a composição de aço inoxidável dúplex mais utilizada mundialmente.

MATERIAL E MÉTODOS

O material de partida utilizado neste trabalho foi uma chapa laminada a quente do aço DIN. W. Nr. 1.4462 (UNS S31803), com espessura de 2,20 mm. A partir de pedaços da chapa foram produzidas fitas (“tapes”) por “melt-spinning”, com espessura de cerca de 0,05 mm, solidificadas com uma velocidade de resfriamento entre 10^4 e 10^5 K/s. A composição química do aço é apresentada na tabela 1. A corrida utilizada apresenta uma relação de $(Cr/Ni)_{eq}$ igual a 2,72.

Tabela 1. Composição do aço DIN. W. Nr. 1.4462, (em % em peso)

C	Cr	Ni	N	Mo	W	S	Mn	Nb	Si	P	Ti	V
0,025	22,04	5,49	0,14	2,91	0,03	0,01	1,72	0,013	0,47	0,021	0,01	0,1

A caracterização microestrutural das amostras foi feita com auxílio de microscopia ótica com metalografia quantitativa, difração de raios X com radiação de $MoK\alpha$, microscopia eletrônica de varredura com análise por dispersão de energia (EDS) para estudo da composição química das fases, determinação de fase magnética com auxílio de um ferritoscópio (com limite de detecção de 0,1% de ferrita) e medidas de microdureza Vickers (usando cargas de 1 e 0,025g).

A preparação metalográfica das amostras consistiu em lixamento até lixa 1200, polimento em diamante até $1\mu m$. Vários reagentes foram utilizados para revelar a microestrutura: V2A – Beize (100 ml de ácido clorídrico, 100 ml de água destilada, 10 ml de ácido nítrico e 0,3 ml de Vogel’s Sparbeize)

aquecido entre 50 e 70°C, Beraha (1 gr de $K_2S_2O_5$, 30% HCl e 70% de água destilada) e água régia (50 ml de água destilada, 10 ml de ácido clorídrico e 5 ml de ácido nítrico, preparado na hora).

A textura foi estudada utilizando um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro de raios X com radiação $MoK\alpha$. Foram determinadas as figuras de pólo incompletas da ferrita nos planos (200), (211), (220) e (321) em ambos materiais (chapa e fita) e para a austenita nos planos (200), (220), (311) e (420) da chapa e os planos (200), (220), (311) e (331) da fita.

RESULTADOS E DISCUSSÃO.

A chapa e a fita são constituídas por duas fases, austenita e ferrita em diferentes proporções. A Figura 1 apresenta os difratogramas das duas amostras com os picos

identificados. A dureza média foi de 267 HV na chapa e de 246 HV na fita.

A Tabela 2 apresenta as frações volumétricas de austenita e ferrita da chapa e da fita medida por diferentes técnicas.

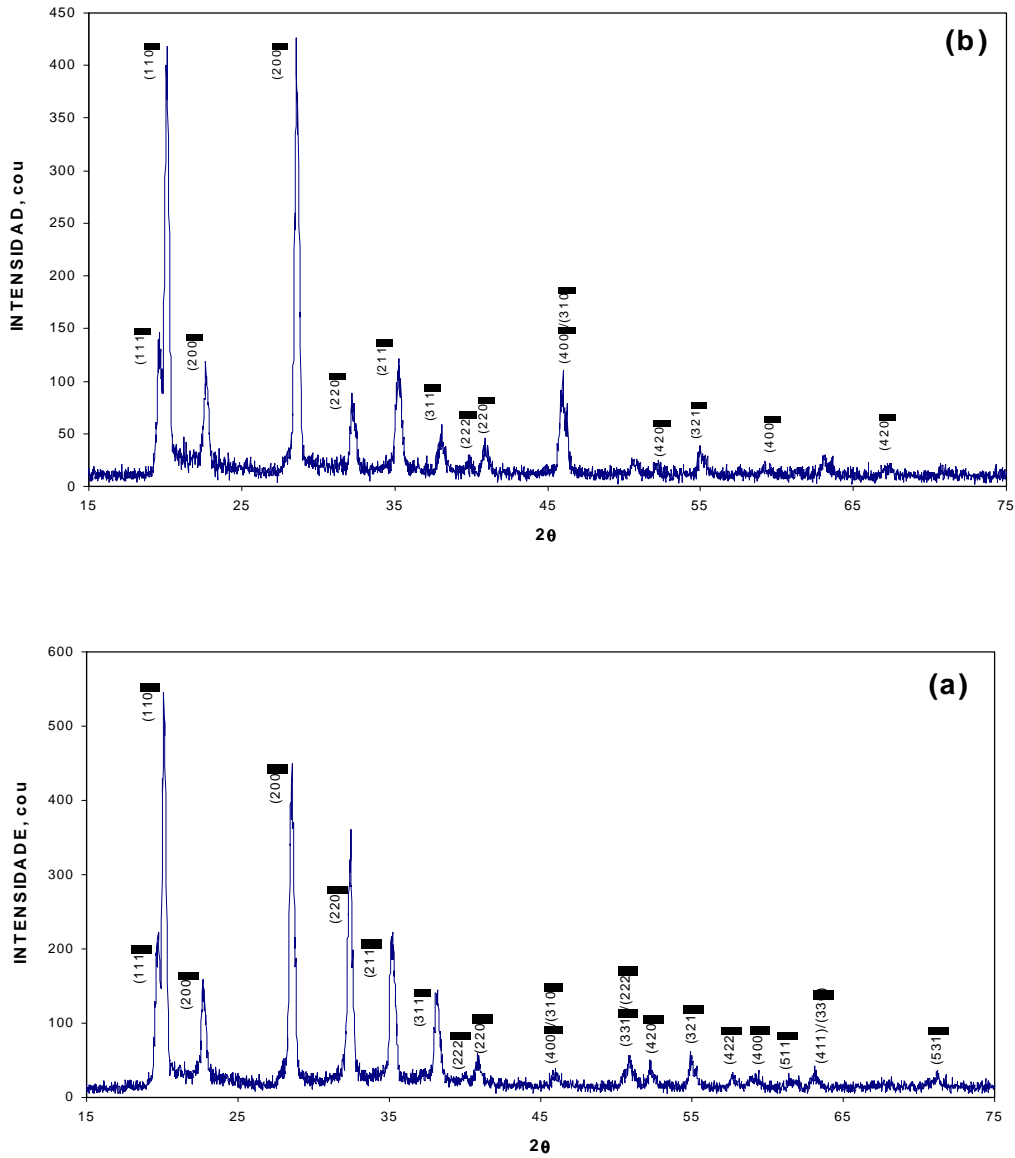


Figura 1. Difratogramas da (a) chapa e (b) da fita. Radiação Mo-K α

Tabela 2. Frações volumétricas percentuais da austenita e da ferrita na chapa e na fita.

	<i>Fase</i>	<i>Difração de raios X</i>	<i>Metalografia quantitativa</i>	<i>Ferritoscopia</i>
CHAPA	Ferrita	78,8	54,6	59,8
	Austenita	21,2	45,4	40,2
FITA	Ferrita	91,2	86,3	-
	Austenita	8,8	13,7	-

As frações volumétricas de austenita e de ferrita da chapa, medidas por metalografia quantitativa e por ferritoscopia, são muito similares, enquanto os valores de difração de raios X diferem consideravelmente deles. Esta discrepância foi provavelmente causada pela forte textura que a chapa apresenta, pois o método de comparação direta¹⁷ utilizado para determinar os valores da fração volumétrica depende da intensidade relativa dos picos.

Na fita, os valores obtidos de fração volumétrica de austenita e de ferrita

determinados por difração de raios X e metalografia quantitativa são muito similares. Esta concordância é uma evidência de que a textura na fita é menos acentuada. As medidas com o ferritoscópio (na fita) foram dificultadas pois o método é limitado para espessuras muito finas, como é o caso da fita.

Na tabela 3 são apresentados os valores de parâmetro de rede, diâmetro médio de grão e microdureza da ferrita e da austenita na chapa e na fita.

Tabela 3. Parâmetro de rede, diâmetro médio de grão e microdureza da austenita e da ferrita na chapa e na fita.

	<i>Fase</i>	<i>Parâmetro de rede, (Å)</i>	<i>Diâmetro de grão, μm</i>	<i>Microdureza, HV</i>
CHAPA	Ferrita	2,878	7,4	252
	Austenita	3,605	5,8	270
FITA	Ferrita	2,872	7,8	268
	Austenita	3,614	11,4	295

Nas fases, as medidas de microdureza não apresentaram uma diferença significativa nas duas amostras, sendo pouco maior a dureza na austenita que na ferrita. Por outro lado, os valores obtidos podem ter uma margem de erro alta devido à microestrutura muito fina do material.

A microestrutura da chapa é composta de lamelas alongadas de ferrita e de austenita, com um tamanho de grão das fases pequeno devido ao fato de que o crescimento de cada fase é impedido pela outra fase. As lamelas

são muito mais finas na direção de laminação que na direção transversal (vide figura 2).

A microestrutura da fita é composta por grãos equiaxiais de ferrita, com a austenita precipitada nos contornos de grão com morfologia de agulha, causada pelo rápido resfriamento da fita. Além disto, a ferrita não tem um tamanho de grão homogêneo, em algumas regiões é muito fino, aproximadamente 3 μm, e em outras é mais grosso. As regiões de menor tamanho de grão

são regiões intermediárias entre os grãos de

tamanho maior (vide Figura 3).

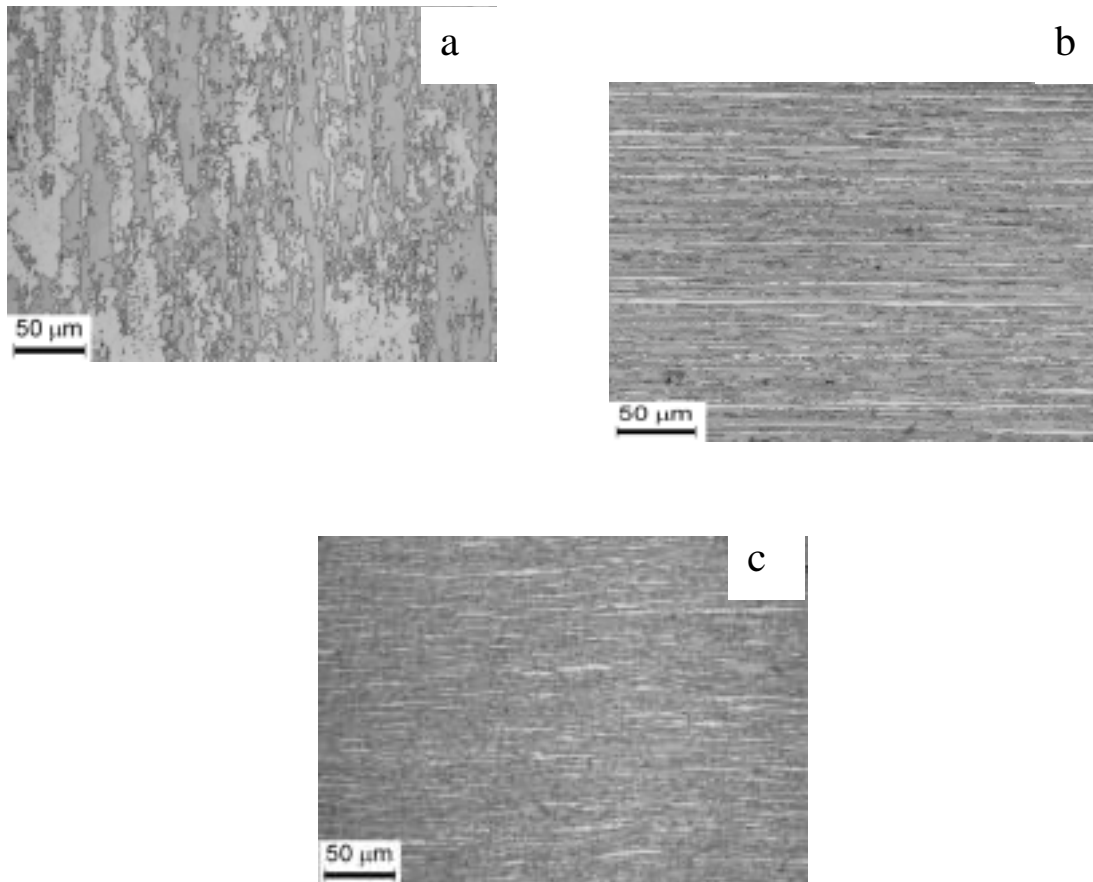


Figura 2. Microestrutura da chapa na direção (a) normal, (b) de laminação e (c) transversal. Beraha

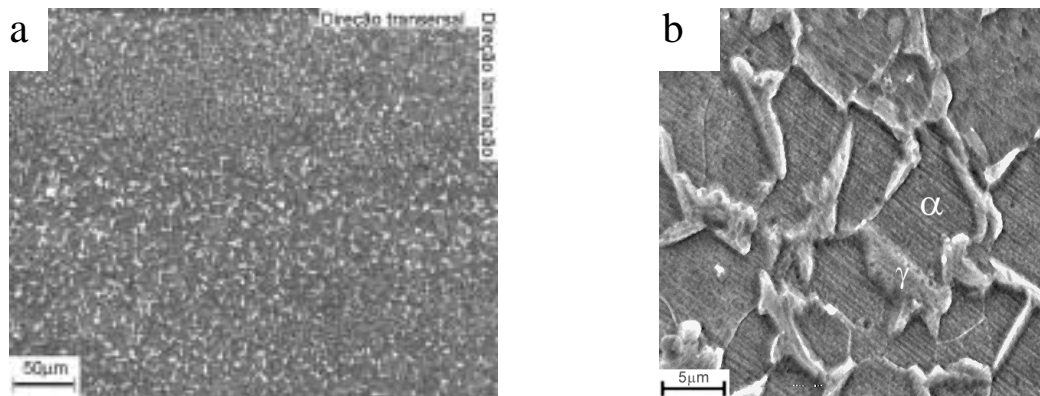


Figura 3. Microestrutura da fita na direção normal. (a) Águas regias e (b) V2A

A Tabela 4 apresenta a composição química das fases para cada amostra. Os valores obtidos para a chapa concordam com os reportados na literatura^{12, 14}. Na fita, as diferenças de composição das duas fases são muito pequenas e isto se deve provavelmente

ao resfriamento muito rápido ao qual foi submetido o material. No caso da fita, o tempo é insuficiente para que ocorra a partição dos elementos por difusão antes de terminar o resfriamento.

Tabela 4. Composição química, em % em peso, na ferrita e na austenita, na chapa e na fita, obtida por análise por dispersão de energia.

	Fases	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si
CHAPA	Ferrita	65,84	24,41	4,04	1,75	3,28	0,78
	Austenita	67,29	20,92	6,85	2,10	2,17	0,67
FITA	Ferrita	66,52	22,49	5,66	1,70	2,93	0,70
	Austenita	66,86	22,60	5,35	1,80	2,63	0,76

A Figura 4 apresenta as figuras de pólo incompletas (100) da austenita (Fig. 4a) da ferrita (Fig. 4b) dos dois materiais. A chapa apresenta na ferrita uma componente forte de textura $(100) \langle 110 \rangle$ e uma componente (332) próxima a $\langle \bar{1}31 \rangle$. Na austenita a

componente predominante é a $(011) \langle \bar{2}11 \rangle$. As componentes de textura para ambas fases são texturas de deformação típicas de aços inoxidáveis monofásicos e concordam com os resultados reportados na literatura para aços inoxidáveis dúplex recozidos, ou seja, recristalizados.^{12, 13, 14}

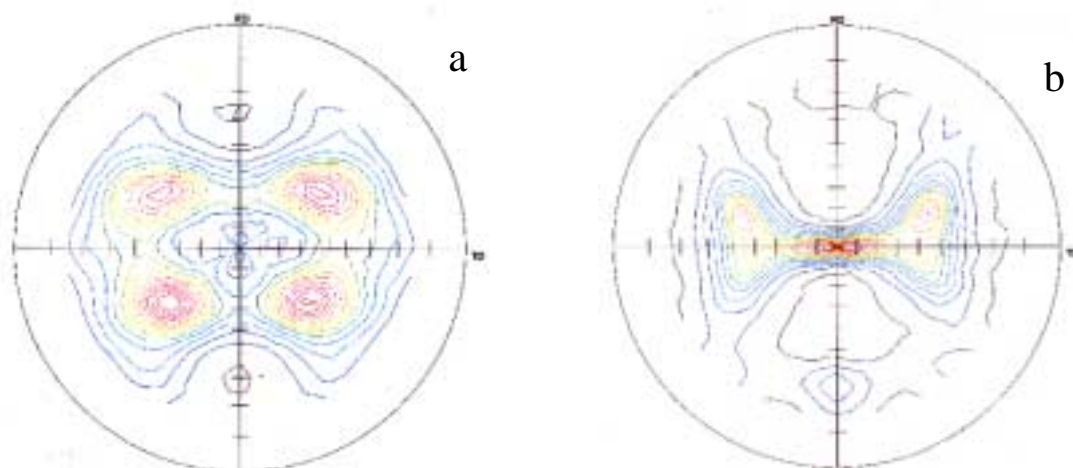


Figura 4. Figura de pólo (100) (a) de austenita e (b) de ferrita

A fita possivelmente tem uma textura $(100)[uvw]$ na ferrita e $(110)[uvw]$ na austenita, segundo as figuras de pólo (Fig. 5), mas os dados obtidos até o momento não são suficientemente claros para determinar com certeza quais são as texturas predominantes. Por outro lado, tem sido reportado na

literatura, em fitas obtidas por “melt-spinning”, um alinhamento paralelo à superfície da fita do plano (100) para a estrutura cúbica de corpo centrado e (111) para a cúbica de face centrada¹⁵. Matsuura¹⁶ reportou uma forte textura [100] de ferro α na superfície de uma fita de $Fe_{91}Zr_9$.

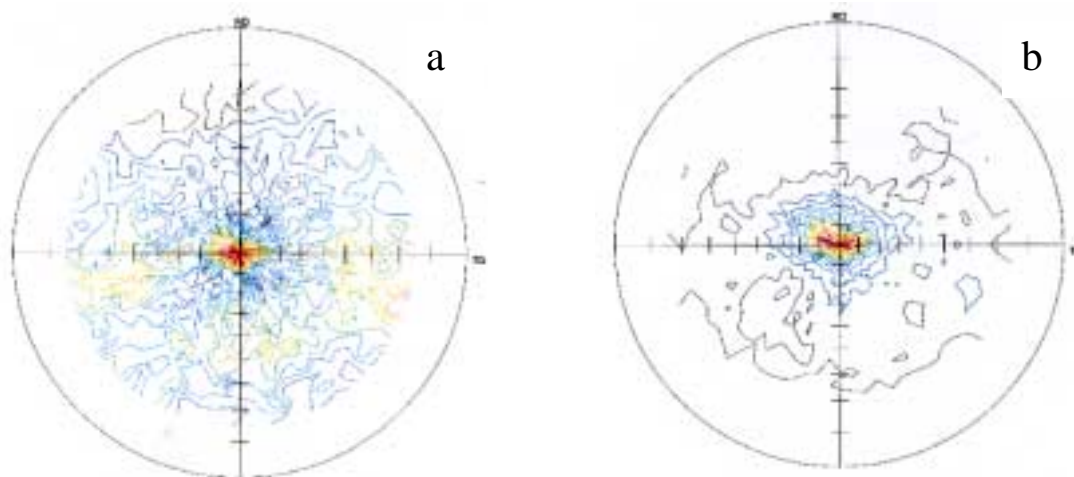


FIGURA 5. Figura de pólo (a) (110) de austenita e (b) (100) de ferrita

CONSIDERAÇÕES FINAIS E CONCLUSÕES.

A chapa laminada a quente apresenta uma microestrutura lamelar de ferrita e austenita em proporções similares, tamanho de grão fino e uma orientação preferencial, onde a principal componente de textura da ferrita é $(100) \langle 110 \rangle$ e uma componente fraca (332) próxima de $\langle \bar{1}31 \rangle$. A austenita apresenta predominância da componente $(011) \langle \bar{2}11 \rangle$.

A fita produzida por “melt-spinning” tem uma microestrutura com uma maior quantidade de ferrita que a chapa e com a austenita precipitada nos contornos de grão com morfologia facetada, devido ao resfriamento rápido imposto pelo processo. O tamanho de grão varia ao longo da região transversal com regiões de grão fino entre regiões de grão maiores. Possivelmente a fita apresenta uma componente de textura $(110)[uvw]$ na austenita e $(100)[uvw]$ na ferrita.

O processamento do material teve forte influência no tamanho, na morfologia e na distribuição das duas fases. As medidas de dureza obtidas não apresentaram diferenças significativas entre nos materiais.

Os resultados de textura obtidos para a chapa concordam com os reportados por diferentes autores para o mesmo aço. Por outro lado, não foram encontrados na literatura resultados reportados sobre o aço produzido por “melt-spinning”.

Análises por EBSD da chapa laminada e da fita obtida por “melt-spinning” estão em andamento.

AGRADECIMENTOS.

Os autores agradecem o apoio da FAPESP recebido por meio do Projeto Temático N° 99-10796-8 e o apoio da CAPES (bolsa de mestrado para Clara Herrera).

BIBLIOGRAFIA.

LULA, R.A. **Stainless steel**. USA: American Society for Metals, ASM., 1989. 173p.

NOBLE, David. Selection of wrought duplex stainless steel. In: **Welding, Brazing and Soldering**. **ASM Handbook**, v. 6, 10 ed. USA: ASM International, 1993. pp. 471-781

SUUTALA, N. e MOISIO, T. Use of chromium and nickel equivalents in considering solidification mode in austenitic stainless steel welds. **Solidification and casting of metals**, London, Metals Society, 1979. pp. 310-314

BRANDI, S. **Estudo da soldabilidade do aço inoxidável duplex DIN W. Nr. 1.4462 (UNS S31803)**. São Paulo: Tese de Doutorado, Escola Politécnica da USP, 1992.

GIBSON, R. Structure and constitution of wrought microduplex stainless steel. In: **Handbook of Stainless Steel**. U.S.A.: McGraw Hill, 1977. Capítulo 8.

DESESTRET, A. and CHARLES, J. The duplex stainless steel. In: **Stainless Steel**. France: Les éditions de Physique les Ulis, 1993. pp. 413 – 458

- GAZIRE, R. **Efeito da velocidade de resfriamento na microestrutura de solidificação de aço inoxidável austenítico tipo AISI 316L com adições de boro.** São Paulo: Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da USP, 1993.
- VITECK, J.M.; DASGUPTA, A. and DAVID, S.A. **Met. Trans.** v. 14A, pp. 1833 – 1841, 1983.
- DAVID, S.A.; VITECK, J.M. and HEBBLE, T.L. Effect of rapid solidification on stainless steel weld metal. Microstructures and its implications on the Schaeffler diagram. *Welding Reserch Supplement.* october, pp. 289s – 300s, 1987.
- JHONSON, E.; GRÅBÆK, L e outros. **Mat. Sci. Eng.** v.98, pp. 301 – 303, 1988.
- SOLOMON, H.D. and DEVINE, T.M. Duplex Stainless Steel - A tale of two phase. In: **Conference Dúplex Stainless Steel'82**, St. Louis – USA, 1982. Proceedings: Ohio, American Society of Metals, 1983. pp. 693 – 756.
- HUTCHINSON, W.B.; USHIODA, K and RUNNSJÖ, G. **Mat. Sci. Tech.** v.1, pp. 728-731, 1985.
- UL-HAQ, A., WEILAND, H e BUNGE, H.-J. **Mat. Sci. Tech.** v.10, pp. 289-298, 1994.
- PADILHA, A.F.; RANDLE, V. and MACHADO, I.F. **Mat. Sci. Tech.** v.15, pp. 1015-1018, 1999.
- TEWARII, S.N. **Met. Trans.** v. 19A, pp. 1711-1720, 1988.
- MATSUURA, M.: in **Rapidly Solidified Materials**, P. W. LEE E R.S. CARBONARA, eds., ASM, Metals Park, OH, 1986, pp. 261-263
- CULLITY, B.D. e STOCK, S.R. **Elements of X-Ray diffraction.** 3ed. U.S.A.: Prentice Hall, 2001. 664p.