

# A INFLUÊNCIA DO TEMPO E TEMPERATURA DE AUSTENITIZAÇÃO E DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA NA MICROESTRUTURA DE LIGAS INOXIDÁVEIS COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA

Christian Egidio da Silva, Doutorando, ITA/Aços Villares S.A. [christianegidio@gmail.com](mailto:christianegidio@gmail.com)

Jorge Otubo, Doutor, Professor Adjunto, ITA [jotubo@ita.br](mailto:jotubo@ita.br)

Abel Rosato Júnior, Doutorando, ITA/Embraer [abel.junior@embraer.com.br](mailto:abel.junior@embraer.com.br)

## ABSTRACT

*In this work, three stainless shape memory steel (Fe-Mn-Si-Cr-Ni) were studied varying austenitizing time and temperature – from 800°C to 1050°C by 2400s and from 600s to 57600s at 1050°C – followed by a water quenching. Optical microscopy results showed on grain size variation up to 900 °C with its average dimensions around 30µm. From 950°C to 1050°C it was noted an increase of grain size when compared to 900°C and less. It is possible to note an increase of two times on the grain size from 950°C to 1050°C. The results also show that the influence of solution treatment temperature on the grain growth seems to be more significant than the time elapsed. Also it was observed that the grain growth depend on the chemical composition being lower for the alloy with lower manganese and higher chromium content.*

*Key-words: Shape memory alloy, Fe-Mn-Si-Ni-Cr, Heat treatment, Stainless steel.*

## RESUMO

No presente trabalho, três ligas inoxidáveis Fe-Mn-Si-Cr-Ni com efeito de memória de forma foram estudadas variando o tempo e temperatura de austenitização – de 600s até 57600s a 1050°C e de 800°C até 1050°C por 2400s – seguido por têmpera em água. Os resultados de microscopia ótica mostraram que não existiu variação significativa do tamanho de grão austenítico até a temperatura de 900°C, atingindo-se valor médio de 30µm. Entre 950°C e 1050°C notou-se um aumento do tamanho médio de grão austenítico quando comparado à temperatura de 900°C ou menor. É possível observar um aumento de duas vezes no tamanho de grão ao serem comparadas as temperaturas de 950°C e 1050°C. Os resultados mostram que a influência da temperatura de austenitização no crescimento de grão parece ser mais significativa do que o tempo de austenitização. Ainda foi observado que o crescimento do grão depende da composição química, sendo menor para a liga que apresentava menor teor de manganês e maior teor de cromo.

Palavras-chave: Efeito de memória de forma, Fe-Mn-Si-Ni-Cr, Tratamento térmico, Aço inoxidável.

## INTRODUÇÃO

Otubo *et al* [Otubo, 1994] e Kajiwara [Kajiwara, 1999] detalham o desenvolvimento das ligas com efeito de memória de forma à base de ferro desde seu aparecimento. As ligas de Ni-Ti são as mais importantes em termos de aplicações práticas, apresentando uma recuperação de forma de até 8%. No entanto, estas ligas ainda são caras e apresentam dificuldades de fabricação. Estes fatos motivaram o desenvolvimento de novas ligas para substituir as ligas Ni-Ti. Na última década, ligas à base de Fe-Mn-Si, como Fe-Mn-Si-Cr-Ni e Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co têm sido estudadas como potenciais candidatas para substituir as tradicionais ligas de Ni-Ti em várias aplicações. Devido à sua reduzida capacidade de recuperação de forma (até 4%) em relação às ligas Ni-Ti, as ligas Fe-Mn-Si ainda não são tão amplamente empregadas. No intuito de implementar sua capacidade de recuperação de forma, ligas à base de Fe-Mn-Si são submetidas a ciclos de treinamento, mas esta prática inviabiliza muitas aplicações devido à complexidade envolvida e também ao elevado custo incorporado. Portanto, é de fundamental importância o desenvolvimento de materiais que apresentem boa habilidade de recuperação de forma sem a necessidade de utilização de ciclos de treinamento. Uma boa capacidade de recuperação de forma possibilita expandir as aplicações industriais [Kajiwara, 1999] [Otubo, 1997] [Wen, 2004] [Jee, 2004]. De acordo com Li *et al* [Li, 2002], o uso de ligas à base de Fe-Mn-Si se

justifica pelo seu reduzido custo de fabricação. Os aços inoxidáveis com efeito de memória de forma podem ser utilizados em aplicações como: junção de tubulações; conexões elétricas; atuadores elétricos e térmicos; amortecimento de vibrações etc [Otubo, 1997]. Pesquisas têm sido feitas pelo grupo desde 1994 no intuito de compreender a metalurgia física envolvida nestes materiais bem como permitir uma otimização de sua habilidade de recuperação de forma [Otubo, 1994, 1997, 2002, 2007][Nascimento, 2000a, 200b][Silva, 2008]. Trabalhos anteriores têm mostrado que além da composição química, o tamanho de grão austenítico exerce importante contribuição na capacidade de recuperação de forma, sendo maior para tamanhos de grãos menores.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Três lingotes de dimensões 65mmx65mm foram elaborados em um forno de indução a vácuo e as respectivas composições químicas encontram-se na Tabela 1. Os lingotes foram previamente aquecidos a 1180°C e em seguida forjados para barras de dimensões 40mm x 40mm. Na sequência as barras foram solubilizadas a 1100°C por 3600s e em seguida laminadas a quente até serem obtidas barras com diâmetro de aproximadamente 20mm. Destas barras foram retiradas amostras com 5mm de espessura, sendo este o material de partida para o presente estudo. As amostras com

Ø20mm x 5mm foram austenitizadas em forno tipo mufla a 800°C, 850°C, 900°C, 950°C, 1000°C and 1050°C por um tempo fixo de 2400s. Após 2400s as amostras foram temperadas em água à temperatura ambiente (~30°C). As amostras tratadas termicamente foram embutidas a frio utilizando-se uma resina epoxi e submetidas a polimento (#180 a 600) seguido de polimento mecânico (6µm e 1µm).

Tabela 1. Composição química dos lingotes usados no presente estudo (% peso).

Liga	A	B	C
Fe	Balanço	Balanço	Balanço
Mn	10,3	13,7	14,2
Si	5,3	5,6	5,3
Cr	9,9	8,6	8,8
Ni	4,9	5,1	4,6
C	0,006	0,014	0,008

Para revelar a microestrutura, as amostras foram submetidas a ataque químico utilizando-se de uma solução de HNO<sub>3</sub> (150cm<sup>3</sup>), HF (30 cm<sup>3</sup>) e água (250cm<sup>3</sup>) por 60s. O tamanho de grão austenítico para cada situação de teste foi estimado utilizando-se de um microscópio ótico acoplado a um analisador de imagens. A estimativa foi feita através da contagem do número médio de intersecções obtidas em um quadrado de dimensões padronizadas e fixas posicionado sobre regiões da microestrutura escolhidas

aleatoriamente. Para cada amostra foram realizadas 15 varreduras no intuito de determinar a intersecção média.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 sumariza os resultados do tamanho médio de grão austenítico. Entre as temperaturas de 800°C e 900°C o tamanho de grão das ligas B e C manteve-se relativamente próximo. Isto sugere que até a temperatura de 900°C, considerando um tempo de austenitização de 2400s, a energia para promover o crescimento de grão não foi suficiente. O crescimento de grão iniciou com uma temperatura de austenitização de 950°C. Para a liga B observou-se o seguinte incremento no aumento do tamanho de grão: 18% (31,4µm para 37,1µm) de 900°C para 950°C; 18% (37,1µm para 43,6µm) de 950°C para 1000°C e 42% (43,6µm para 61,9µm) de 1000°C para 1050°C. Comportamento similar foi observado para a liga C como pode se visto na Figura 1, porém com um menor crescimento de grão: 14% (30,2µm para 34,3µm) de 900°C para 950°C; 31% (34,3µm para 45,0µm) de 950°C para 1000°C e 24% (45,0µm para 55,7µm) de 1000°C para 1050°C. A liga A é relativamente estável, não sendo possível observar crescimento de grão significativo até a temperatura de 1000°C. Em relação às ligas B e C a liga A apresentou ~35% menos manganês do que as demais (10,3% versus 13,7/14,2%) e ~12% mais

cromo do que as outras (9,9% versus 8,6/8,8%). Os teores dos demais elementos químicos são similares. Considerando as temperaturas de austenitização extremas (900°C and 1050°C), evidenciou-se um aumento no tamanho médio do grão austenítico da ordem de 2 (duas) vezes: de 29,4µm para 53,0µm (liga A); de 31,4µm para 61,9µm (liga B) e 30,2µm para 55,7µm (liga C). Para a temperatura de 1050°C o maior tamanho médio de grão austenítico foi observado para a liga B (61,9µm) e o menor foi observado para a liga A (53,0µm).

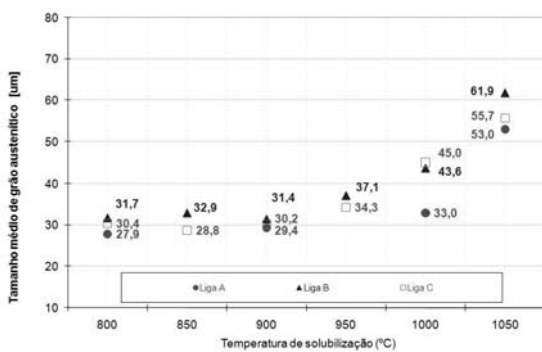


Figura 1. Evolução do tamanho de grão austenítico em função da temperatura de austenitização para as ligas A, B e C.

A liga C foi escolhida para analisar o efeito do tempo de austenitização à temperatura de 1050°C, que foi a maior temperatura empregada no presente estudo. Os resultados encontram-se na Figura 2. Entre 600s (10min) e 2400s (40min) não existiu aumento significativo no tamanho de grão, mantendo-se em torno de 55µm. Entre 3600s

(1h) e 57600s (16h) de tempo de austenitização o incremento no tamanho médio de grão austenítico foi de apenas 15%, atingindo como máximo 70µm.

Em função dos resultados apresentados nas Figuras 1 e 2, é possível inferir que a temperatura de austenitização é mais importante e muito mais eficiente para promover crescimento de grão do que o tempo de austenitização. Analisando a Figura 1, é possível notar que para um aumento de 50°C (950°C para 1000°C e 1000°C para 1050°C), o incremento do tamanho médio de grão austenítico foi respectivamente 10% e 25%, independente da composição química da liga.

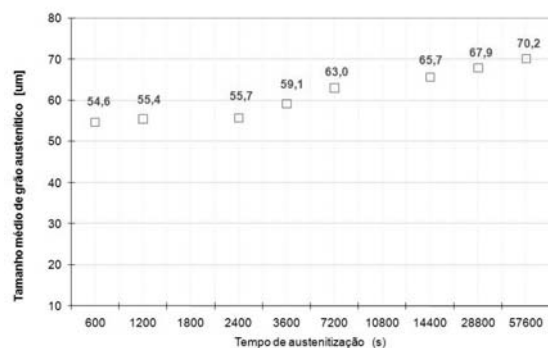


Figura 2. Evolução do tamanho de grão austenítico em função do tempo de austenitização para a liga C.

A Figura 3 mostra fotomicrografias representativas da liga B em diferentes temperaturas de austenitização. É possível notar que existe uma diferença expressiva na

microestrutura, sendo de fácil visualização o crescimento de grão existente.

Trabalhos anteriores do grupo sugerem que um tamanho de grão austenítico menor contribui para um melhor efeito de memória de forma [Silva, 2008][Otubo, 2002, 2007]. Infelizmente não foram conduzidas análises sistemáticas até a presente data para avaliar esta hipótese. A transformação martensítica direta ocorre pela movimentação das discordâncias parciais de Shockley. Este fenômeno causa deformação de cisalhamento, que será elasticamente acomodada principalmente nos contornos de grão. Esta acomodação pode ser favorecida em amostras com tamanho de grão menor, uma vez que maior será a área superficial ao redor do grão. Esta transformação ocorre quando as discordâncias parciais de Shockley movem-se entre os contornos de grão. Quanto menor o tamanho de grão, menor é a distância entre os contornos de grão, e menor será o percurso das discordâncias parciais de Shockley. Se o grão é grande, a distância entre os contornos de grão é maior, e provavelmente a energia envolvida será tão grande que energeticamente é mais favorável a nucleação de uma outra variante de martensita para aliviar/acomodar a tensão neste momento. Uma vez que novas variantes são nucleadas, o movimento de retorno das discordâncias parciais de Shockley pode tornar-se mais difícil, conduzindo a uma deformação permanente, o que é prejudicial para o efeito

de memória de forma. Portanto, é importante encontrar uma maneira de elaborar uma liga que possibilite a obtenção de tamanho de grão austenítico mais refinado. Este é o objetivo do presente trabalho. Observou-se que a liga A é a que apresenta menor tamanho médio de grão austenítico.

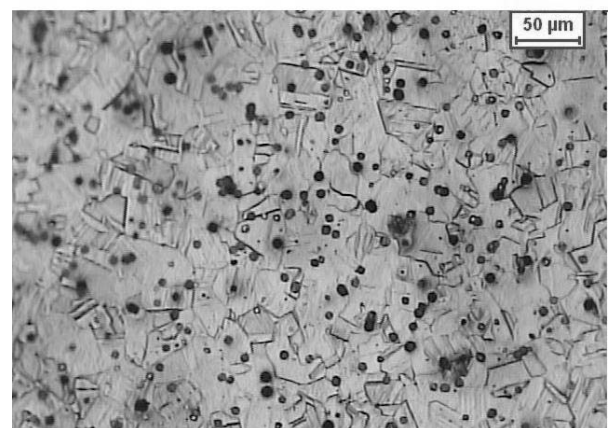
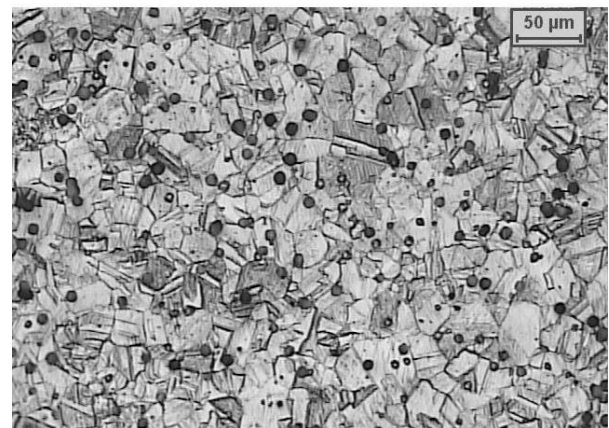
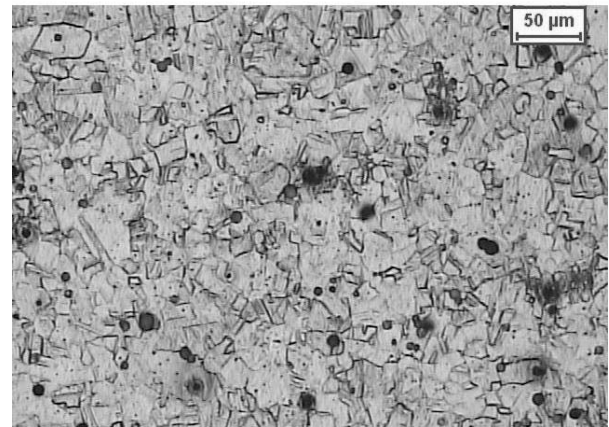




Figura 3. Microestruturas típicas da liga B obtidas para regiões centrais das amostras submetidas a um tempo de austenitização de 2400s em diferentes temperaturas de austenitização: (a) 850°C; (b) 900°C; (c) 950°C; (d) 1050°C.

## CONCLUSÃO

As ligas B e C não apresentaram incremento de crescimento de grão até a temperatura de 900°C, mantendo tamanho médio de grão austenítico de ~30µm. Uma queda abrupta no crescimento de grão pode ser observado para amostras austenitizadas entre 950°C e 1050°C, atingindo tamanho de grão de ~60µm, ou seja, duas vezes maior.

A liga A não apresentou crescimento de grão significativo até a temperatura de 1000°C e para uma mesma temperatura de austenitização, esta liga foi a que apresentou o menor tamanho médio de grão austenítico em relação às ligas B e C. Este comportamento pode ser atribuído à composição química

diferenciada para a liga A, com menor teor de manganês e maior teor de cromo.

Parece que a influência da temperatura de austenitização no crescimento de grão é mais expressiva e eficiente do que o tempo de tratamento (austenitização). Enquanto 50°C (de 1000°C para 1050°C, usando 2400s) de aquecimento promove mais do que 24% de crescimento de grão, o aumento de 15h (de 1h para 16h, usando 1050°C) no tempo de austenitização conduziu a no máximo 18% de aumento no tamanho de grão.

Em função dos resultados apresentados, pode-se supor que a liga A apresente melhor capacidade de recuperação de forma em relação às ligas B e C devido ao seu menor crescimento de grão.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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.

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.

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 A325*, p.375-379, 2002.

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. In: XVII Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica – COBEM, 2000, Natal, RN.

NASCIMENTO, F. C.; OTUBO, J.; MEI, P. R.; CARDOSO, L. P. Determinação das fases  $\gamma$ ,  $\epsilon$  e  $\alpha'$  por difração de raios-X em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma. In: 55º Congresso Anual da ABM, 2000, Rio de Janeiro, RJ.

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.

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.

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.

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. *Revista Escola de Minas*. p.129-134, 2007.

SILVA, C. E.; OTUBO, J. 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. In: 63º Congresso Anual da ABM, 2008, Santos, SP.

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.

**Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA)**, Divisão de Engenharia Mecânica, Departamento de Tecnologia, 12.228-900, São José dos Campos, SP, Brasil

**Aços Villares S.A.**, Engenharia de Produto e Processo, 12.442-260, Pindamonhangaba, SP, Brasil

**Embraer**, Engenharia de Produto e Desenvolvimento, 12.227-901, São José dos Campos, SP, Brasil