

12º CBECIMAT
ÁGUAS DE LINDÓIA, SP
8 a 11 DEZEMBRO DE 1996

57

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE TREINAMENTO NO EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA E NA RESISTÊNCIA MECÂNICA DA LIGA INOXIDÁVEL Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co

Jorge Olubo e Paulo Roberto Mei
FEM-DEMA-Unicamp, CP 6.122, CEP 13.083-970, Campinas, SP.
Sadamu Koshimizu e Luis Gallego Martinez
CNEN/IPEN, CP 11.049, CEP 05.422-970, São Paulo, SP.

RESUMO

Aços inoxidáveis com Efeito de Memória de Forma, desenvolvidos a partir da década de 90 têm o seu fenômeno relacionado à transformação martensítica não termoelástica FCC \leftrightarrow HC. Nestas ligas, o grau de recuperação de forma e a resistência mecânica dependem da temperatura de treinamento. Neste trabalho, será apresentada a liga inoxidável a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co, treinadas a 723 K e 873 K. O melhor resultado foi 90 % de recuperação de forma para uma deformação de 4 % após cinco ciclos de treinamento a 873 K. As relações entre temperatura de treinamento, número de ciclos de treinamento e resistência à tração, serão também analisadas.

Palavras chaves: aços inoxidáveis, efeito de memória de forma, treinamento

ABSTRACT

Stainless steel shape memory alloys developed since the early 90's have their phenomena related to the non thermoelastic FCC \leftrightarrow HCP martensitic transformation. In these alloys, the degree of shape recovery and the mechanical strength depend upon the training temperature. In this work, Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co stainless steel based shape memory alloy cycled at 723 K and 873 K will be presented. The best result was 90% shape recovery for a strain of 4% after five training cycles at 873 K. The relation between the training temperature, the number of training cycles and the tensile strength will also be analyzed.

Key words: stainless steel, shape memory effect, training

INTRODUÇÃO

O termo Efeito de Memória de Forma (EMF) é usado para descrever a capacidade de certos materiais, após serem deformados plasticamente, voltarem ao seu estado ou forma original com o aquecimento. Ligas normais quando deformadas além do seu limite elástico apresentam deformação plástica permanente. Fisicamente, o EMF está relacionado à transformação martensítica cristalograficamente reversível.

Recentemente, foi verificado que ligas a base de Fe como as ligas Fe-Mn-Si⁽¹⁾,⁽²⁾,⁽³⁾,⁽⁴⁾ e as inoxidáveis Fe-Mn-Si-Cr-Ni-(Co)⁽⁵⁾,⁽⁶⁾,⁽⁷⁾,⁽⁸⁾,⁽⁹⁾ apresentavam o fenômeno do EMF associado à transformação martensítica não termoelástica passando da fase γ (CFC) para a fase ϵ (HC) e próximo da temperatura M_s (temperatura de início da transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$), a martensita poderia também ser induzida por tensão mecânica. A reversão dessa martensita, induzida por tensão, no aquecimento, é que proporcionaria à liga a recuperação de forma. São considerados fatores favoráveis ao EMF: a) alta resistência mecânica ou alta tensão do limite de escoamento da matriz austenítica; b) pequena variação volumétrica na transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$; e c) baixa energia de falha de empilhamento. Na realidade, as condições acima fazem com que a

deformação por escorregamento de discordâncias perfeitas seja dificultada evitando portanto deformação permanente, o que degradaria o EMF. Além dos fatores citados, uma técnica que faz melhorar o EMF é o treinamento⁽⁵⁾,⁽⁷⁾,⁽⁸⁾,⁽¹⁰⁾ que consiste em, deformar a amostra (por exemplo por tração a temperatura ambiente) e em seguida aquece-la até uma temperatura acima de A_f e posteriormente, resfria-la até a temperatura na qual foi deformada. Esta operação é repetida várias vezes. Como será visto neste trabalho, com essa técnica, a recuperação de forma total pode aumentar em até 50%.

Trabalhos pioneiros envolvendo ligas inoxidáveis foram feitos por Otsuka e colaboradores⁽⁵⁾,⁽⁶⁾ da Nippon Steel Corp e Moriya e colaboradores⁽⁷⁾ e Inagaki⁽⁸⁾ da NKK Corp. do Japão e por Yang e colaboradores⁽⁹⁾ nos Estados Unidos. Mais recentemente, foram iniciados também no Brasil, pesquisas nessa linha pelos autores deste trabalho⁽¹¹⁾,⁽¹²⁾ e por Andrade e colaboradores⁽¹³⁾. Nos dois primeiros trabalhos dos autores⁽¹¹⁾,⁽¹²⁾ foram apresentados resultados de elaboração e conformação de duas ligas inoxidáveis com algumas considerações sobre o EMF. Posteriormente foram apresentados mais dois trabalhos⁽¹⁴⁾,⁽¹⁵⁾ sobre as mesmas ligas onde se verificou que o desempenho em termos de EMF era dependente da composição e da

temperatura de aquecimento para a recuperação da forma. Foi verificado também que a ciclagem termomecânica ou o treinamento era fundamental para a melhoria do EMF cujos melhores resultados foram semelhantes ou superiores que os dados até então encontrados na literatura. Neste trabalho será feita uma análise mais detalhada do efeito do treinamento e da temperatura de treinamento que afetam tanto o EMF como as propriedades mecânicas da liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co. Deve-se ressaltar que os mecanismos envolvidos no processo de treinamento ainda não estão totalmente esclarecidos.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O lingote de dimensões 70x70 mm² na cabeça e 60x60 mm² no pé foi elaborado em um forno de indução à vácuo, forjado a quente para barra de 40x40 mm² e posteriormente solubilizada a 1323 K por 3.600 s. A composição final da liga foi: 0,044%C, 7,81%Mn, 5,16%Si, 13,02%Cr, 5,74%Ni e 11,85%Co (% em peso). Os detalhes do desenvolvimento da liga quanto a elaboração e conformação mecânica podem ser encontrados nos trabalhos anteriores dos autores^{(11), (12)}.

A partir da barra solubilizada foram usinados os corpos de prova para ensaios de tração com diâmetros de 6,2 mm e comprimento útil de 25,0 mm. Os ensaios foram feitos numa máquina MTS 810 acoplada com forno elétrico. A taxa de deformação foi de $1,4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. A variação no comprimento útil e o controle de temperatura durante os ciclos de tração e a recuperação de forma no aquecimento foram feitos com extensômetro e termopar acoplados à amostra.

O treinamento ou o ciclo usado para avaliar o efeito de memória de forma foi: tração a temperatura ambiente de 298 K até uma deformação de 4 %, alívio da tensão até zero, aquecimento até 723 ou 873 K, tempo de patamar de 600 s e finalmente resfriamento até a temperatura ambiente. As velocidades de aquecimento e de resfriamento não foram controladas.

Dos ensaios de tração, os seguintes parâmetros puderam ser obtidos: tensão de tração a 4 % de deformação ($\sigma_{4\%}$), tensão do limite de escoamento a 0,2 % de deformação, ($\sigma_{0,2\%}$), recuperação de forma elástica (recuperação após o alívio da tensão) denominada de R_E recuperação de forma devido ao aquecimento e posterior resfriamento até a temperatura ambiente (recuperação devido ao EMF) denominada de R_{EM} e finalmente, a recuperação de forma total $R_T (=R_E + R_{EM})$.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A figura 1 apresenta os resultados de recuperação de forma em função do número de ciclos para as temperaturas de treinamento de 723 K e 873 K. O aumento da recuperação de forma total (R_T) com o treinamento foi bastante visível, principalmente nos ciclos iniciais e, posteriormente, tendendo a estabilizar. Na temperatura de treinamento de 723 K, a contribuição

para o aumento da R_T veio principalmente do aumento da recuperação elástica R_E que praticamente dobrou de valor (10,5% no primeiro ciclo para 19,0% no quinto) enquanto que a recuperação de forma devido ao EMF R_{EM} permaneceu praticamente constante (~55%) ao longo dos ciclos. A recuperação de forma total R_T passou de ~65 % no primeiro ciclo e estabilizou em ~73,5% a partir do terceiro ciclo resultando em uma deformação permanente ou residual de ~26,5 %. Quando cicladas a 873 K, a R_T passou de ~59 % no primeiro ciclo para ~90 % no quinto ciclo com apenas 10 % de deformação permanente. Além disso, para essa temperatura, o que mais contribuiu para a recuperação total foi o termo devido ao aquecimento e resfriamento, R_{EM} (passou de ~47 % no primeiro ciclo para 72,5 % no quinto ciclo). Como resultado geral, a passagem da temperatura de treinamento de 723 K para 873 K significou um aumento de ~16,5% na recuperação total R_T .

O efeito da mudança na temperatura de treinamento também foi bastante visível nas propriedades mecânicas de resistência à tração como pode ser observado na figura 2. Enquanto no treinamento a 723 K, houve um aumento linear na resistência a tração a 4 % e queda na tensão de escoamento a 0,2 % de deformação com o aumento do número de ciclos, a 873 K, essas variações ocorreram somente nos três primeiros ciclos e se estabilizaram nos ciclos posteriores.

Este aumento da recuperação de forma total com o treinamento foi verificado também por inúmeros autores^{(5), (6), (7), (8)}. Entre várias composições testadas, Otsuka e colaboradores⁽⁵⁾ fizeram ensaios de treinamento (2,5% de deformação por tração com aquecimento a 873 K por 600 s) em duas ligas inoxidáveis: Fe-20Mn-5Si-8Cr-5Ni e Fe-16Mn-5Si-12Cr-7,5Ni. A recuperação de forma total R_T da primeira liga passou de 80% no início para praticamente 100% no quinto ciclo enquanto que para a segunda passou de 40% para 90% nos mesmos ciclos. Moriya e colaboradores⁽⁷⁾ da NKK trabalhando com uma liga similar à deste trabalho, obtiveram também melhoria no EMF aplicando à amostra deformação de 4% por tração e recozimento a 873 K (o tempo de patamar a 873 K não foi mencionado) cuja recuperação de forma total (R_T) passou de 45% no primeiro ciclo para 80% no quinto ciclo. Este resultado é inferior ao obtido neste trabalho que para as melhores condições (4% de deformação seguido de aquecimento a 873 K por 600 s) a recuperação de forma total (R_T) passou de ~59 % no primeiro ciclo para 90 % no quinto ciclo.

Independente da temperatura de treinamento, a explicação para a melhoria no EMF com o aumento do número de ciclos é atribuída à introdução de falhas de empilhamento de estrutura HC na matriz austenítica CFC que atuam como sítios para a nucleação da martensita ϵ e à supressão da deformação por escorregamento de discordâncias perfeitas devido ao encruamento da matriz austenítica (aumento da resistência mecânica da matriz).

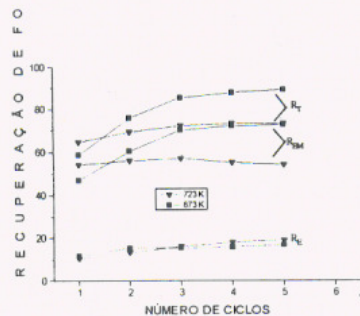


Figura 1. Recuperação de forma em função do número de ciclos a 723 K e 873 K.

Como consequência, ter-se-ia uma diminuição na tensão de escoamento a 0,2% e um aumento na tensão a 4% de deformação. Como foi mostrado neste trabalho, esta afirmação nem sempre é verdadeira. Dependendo da temperatura, como por exemplo, 873 K, pode ocorrer uma estabilização nos dois parâmetros de resistência à tração e a recuperação de forma é claramente dependente da temperatura. Na ciclagem a temperatura mais baixa, o termo que predominou na recuperação de forma foi o elástico (R_E) traduzido por um encruamento maior, enquanto que, a 873 K, o predominante foi o termo ativado termicamente, (R_{EM}) com um menor grau de encruamento. O desempenho em termos de EMF pode ser parcialmente avaliado também em termos de martensita α' retida após os ciclos completos de treinamento. Na ciclagem a temperatura mais alta, a fração volumétrica de martensita foi a mesma daquela do estado solubilizado, isto é, a reversão da martensita induzida mecanicamente foi completa. Já a 723 K, a reversão foi parcial e a amostra apresentou 16% de martensita retida o que corrobora os dados de deformação residual de ~26,5 % mostrados acima. Por outro lado, se a recuperação de forma dependesse somente da reversão da martensita induzida mecanicamente, aquela ciclada a 873 K não deveria apresentar deformação residual (~10 %). A deformação residual neste caso seria devido a deformação por escorregamento de discordâncias perfeitas e a 723 K ocorreria, além disso, a reversão incompleta da martensita induzida mecanicamente.

Os resultados deste trabalho indicam que tanto a recuperação de forma assim como os dois parâmetros de resistência à tração são dependentes da temperatura de treinamento. E mais, diferentemente do tratamento usual encontrado na literatura onde se leva em conta somente a recuperação de forma total (R_T), este trabalho mostrou que a análise em separado dos termos elástico (R_E), e do térmico (R_{EM}), é importante pois os mesmos por sua vez são também dependentes da temperatura de treinamento e do número de ciclos termo-mecânicos.

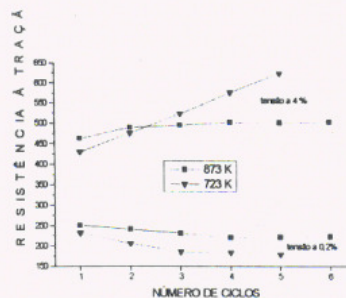


Figura 2. Variação da resistência à tração em função do número de ciclos a 723 K e a 873 K.

CONCLUSÕES

O treinamento melhorou o EMF sendo mais acentuado na temperatura de 873 K.

A 723 K a contribuição maior para recuperação de forma total foi devido ao termo elástico enquanto a 873 K o peso maior adveio do termo R_{EM} . As R_T , no quinto ciclo foram de ~73,5 % e de ~90 % para as temperaturas de 723 e 873 K, respectivamente.

No treinamento a 723 K, houve um aumento linear na tensão a $\sigma_{4\%}$ enquanto a tensão de escoamento $\sigma_{0,2\%}$ sofreu um decréscimo sendo mais acentuado nos três primeiros ciclos. A 873 K o aumento na tensão a $\sigma_{4\%}$ e a diminuição na tensão $\sigma_{0,2\%}$ ocorreu somente nos ciclos iniciais enquanto nos ciclos finais houve uma estabilização.

As possíveis razões para uma menor recuperação de forma para a amostra ciclada a 723 K seriam a reversão incompleta da martensita induzida mecanicamente e a deformação por escorregamento de discordâncias perfeitas. Já a 873 K, como a reversão da martensita mecânica foi completa, a deformação residual poderia ser atribuída principalmente ao escorregamento de discordâncias perfeitas.

AGRADECIMENTOS

À Villares Metals S.A. (ex-Eletrometal S.A.) pelo fornecimento da liga; Ao IPEN pelos ensaios de Difração de Raios-X e ao CNPq pelo auxílio financeiro a um dos autores.

REFERÊNCIAS

- (1) Sato, A.; Chishima, E.; Yamaji, Y.; Mori, T., "Orientation and composition dependencies of shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys", *Acta Metall.*, 32, 539-547, 1984.

- (2) Sato, A.; Yamaji, Y.; Mori, T., "Physical properties controlling shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys", *Acta Metall.*, 34, 287-294, 1986.
- (3) Hoshino, Y.; Nakamura, S.; Ishikawa, N.; Sato, A., "In-situ observation of γ/δ transformation in Fe-Mn-Si shape memory alloys", *Materials Science Forum*, 56/58, 643-648, 1990.
- (4) Murakami, M.; Otsuka, H.; Suzuki, H. G.; Matsuda, S., "Complete Shape memory effect in polycrystalline Fe-Mn-Si alloys", *Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformation, ICOMAT 86*, Japan Institute of Metals, Sendai, 985-990, 1987.
- (5) Otsuka, H.; Yamada, H.; Maruyama, T.; Tanahashi, H.; Matsuda, S.; Murakami, M., "Effects of alloying additions on Fe-Mn-Si shape memory alloys", *ISIJ International*, 30, 674-679, 1990.
- (6) Otsuka, H.; Yamada, H.; Tanahashi, H.; Maruyama, T., "Shape memory effect in Fe-Mn-Si-Cr-Ni polycrystalline alloys", *Materials Science Forum*, 56/58, 655-660, 1990.
- (7) Moriya, Y.; Kimura, H.; Hashizume, S.; Suzuki, S.; Suzuki, H.; Sampei, T., "Properties of Fe-Cr-Ni-Mn-Si(-Co) shape memory alloys", *Journal de Physique IV, Colloque C4, supplément au Journal de Physique III*, 1, 433-437, 1991.
- (8) Inagaki, H., "Shape memory effect of Fe-14%Mn-6%Si-9%Cr-6%Ni alloy polycrystals", *Zeitschrift für Metallkunde*, 83, 90-96, 1992.
- (9) Yang, J. H.; Chen, H.; Wayman, C. M., "Development of Fe-based shape memory alloys associated with FCC/HCP martensitic transformations: Part I. Shape memory behavior", *Metallurgical Transactions A*, 23A, 1431-1437, 1992.
- (10) Watanabe, Y.; Mori, Y.; Sato, A., "Training effect in Fe-Mn-Si shape memory alloys", *Journal of Materials Science*, 28, 1509-1514, 1993.
- (11) Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S., "Desenvolvimento de novos aços inoxidáveis com efeito de memória de forma", *IV Seminário Brasileiro de Aço Inoxidável, INOX'94*, 23 a 25 de Nov. de 1994, S. Paulo, SP, 131-136.
- (12) Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S., "Caracterização de aços inoxidáveis com efeito de memória de forma", *11º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CBECIMAT*, 11 a 14 de Dez. de 1994, Águas de S. Pedro, S.P., 219-222.
- (13) Andrade, M. S.; Lima, M. M. F.; Lima, T. M.; Dias, A., "Caracterização da estrutura bruta de fusão de ligas a base de Fe-Mn-Si com efeito de memória de forma", *Metalurgia & Materiais*, 51, 716-721, 1995.
- (14) Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S., "Desenvolvimento de aços inoxidáveis com efeito de memória de forma", *Contribuição técnica apresentada no 50º Congresso Anual da ABM, São Pedro, SP, 01a 04 de Ago. de 1995*, 1, 15-27.
- (15) Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S., "Production and characterization of stainless steel based Fe-Cr-Ni-Mn-Si(-Co) shape memory alloys", *International Conference on Martensitic Transformation, ICOMAT'95*, Aug. 20 - Aug. 25, 1995, Lausanne, Switzerland e publicado no *Journal de Physique IV, Colloque C8*, 5, 427-432, 1995.