

escasso e que demanda maior tempo de preparação da amostra e de uso do microscópio eletrônico de varredura. O uso do EBSD torna a quantificação da fração de ferrita recristalizada possível com resultados de maior confiabilidade e repetibilidade.

Trabalhos com o objetivo de aperfeiçoar a metodologia de quantificação da fração recristalizada de ferrita com o uso da técnica por EBSD para os aços inoxidáveis ferríticos devem ser realizados, dando ênfase principalmente, à técnica de preparação das amostras para melhorar a indexação.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Arcelor Mittal Inox Brasil e à Universidade Federal de Minas Gerais pelo apoio no desenvolvimento do trabalho, ao Dr. Ricardo Nolasco de Carvalho da V&M do Brasil pela ajuda com o *software* Thermo Calc, ao Sr. Nilton José Lucinda de Oliveira e à Dra. Margareth Spangler Andrade do CETEC-MG pela colaboração com as fotomicrografias com uso de luz polarizada.

REFERÊNCIAS

1. SCHUWARTEN Jr, W. Caracterização e modelagem matemática da fração recristalizada de ferrita no aço inoxidável ferrítico AISI 430 durante o processo de deformação a quente em laminador Steckel. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, 2007, 122p.

AUTORES

Willy Schuwarten Júnior
ArcelorMittal Inox Brasil
Praça 1º de Maio, 9, Centro
Timóteo - MG. Brasil
CEP. 35180-900
Tel.: 55 31 3849-8363 / Fax.: 55 31 3849-7384
e-mail: willy.schuwarten@arcelormittal.com.br

Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa
UFMG - Universidade Federal de Minas Gerais -
Escola de Engenharia
Rua Espírito Santo, 35 / 306, Centro
Belo Horizonte - MG. Brasil
CEP. 30160-030
Tel.: 55 31 3409-1801 / Fax: 55 31 3409-1815
e-mail: rbarbosa@demet.ufmg.br

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA MARTENSITA-e POR INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA EM LIGAS INOXIDÁVEIS COM MEMÓRIA DE FORMA

Fabiana Cristina Nascimento
Profa. Dra. da UEPG. E-mail: fabiana.cristina@pesquisador.cnpq.br
Juliana Cristina Bueno
Mestre pelo DEMA-FEM-UNCIAMP. E-mail: jubueno@fem.unicamp.br
Carlos Maurício Lepiński
Prof. Dr. da UFPR. E-mail: lepinesm@fisica.ufpr.br
Jorge Otubo
Prof. Dr. do ITA. E-mail: jotubo@ita.br
Paulo Roberto Mei
Prof. Dr. do DEMA-FEM-UNICAMP. E-mail: pmei@fem.unicamp.br

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo da dureza e do módulo de elasticidade das fases martensita- ϵ e austenita- γ da liga inoxidável a base de ferro com efeito de memória de forma. Utilizando indentação instrumentada foi possível determinar a dureza e o módulo de elasticidade das fases austenita- γ e martensita- ϵ separadamente. A fase martensítica apresentou uma dureza de 7,0 GPa enquanto que a dureza da fase austenítica foi de 3,0 GPa. Os valores de módulo de elasticidade foram 202 e 137 GPa para as fases martensita e austenita respectivamente.

Palavras chave: Ligas austeníticas, efeito de memória de forma, indentação instrumentada.

ABSTRACT

This work presents a study of hardness and modulus of elasticity for ϵ -martensite and γ -austenite phases of iron based shape memory alloy. Using instrumented indentation it was possible to determine the hardness and modulus of elasticity of these phases separately. The martensitic phase presented a hardness of 7.0 GPa and the austenitic phase presented a hardness of 3.0 GPa. The modulus of elasticity values were 202 and 137 GPa for martensitic and austenitic phases, respectively.

Keywords: stainless alloys, shape memory effect, instrumented indentation.

1. INTRODUÇÃO

As ligas que apresentam o efeito de memória de forma (EMF) possuem a capacidade de recuperar sua forma original após terem sido deformadas plasticamente [Funakubo, 1987]. As aplicações tecnológicas dessas ligas abrangem as mais diversas áreas como aeroespacial, petrolífera e médica [Zhao, 2001]. Existem diversas variações na composição das ligas a base de ferro que apresentam o EMF. Em particular a composição da liga inoxidável estudada nesse trabalho foi desenvolvida em trabalhos anteriores [Otubo, 1996]. Estudos recentes mostraram uma recuperação de forma em torno de 90%: um bom desempenho em termos de recuperação de forma quando comparado com o de outros materiais. Esse resultado foi obtido a partir da redução do tamanho de grão austenítico facilitando a reversão da martensita- ϵ_{hc} [Nascimento, 2002].

Como o EMF nessas ligas está diretamente relacionado com a reversão $\epsilon_{hc} \rightarrow \gamma_{fc}$ durante o aquecimento, é importante conhecer os mecanismos, propriedades e a morfologia da martensita- ϵ . Estudos de microscopia ótica e MEV realizados em composições similares indicaram que a fase martensítica é induzida na forma de lamelas da ordem de nanômetros dentro do grão austenítico [Bergeon, 1997-1998a-b]. Em termos de propriedades mecânicas, existem ensaios de dureza Vickers e outros testes convencionais que permitem avaliar a variação das propriedades mecânicas em função de diversos parâmetros, mas não

permitted to estimate the hardness of each phase separately. In the 90s decade, it was made using the first works using the technique of nanoindentation in ligas à base de ferro, com EMP objetivando avaliar a dureza superficial dessas ligas [Nascimento, 1999]. No entanto era necessário identificar claramente as fases martensita e austenita. Essa identificação é feita a partir do uso de um reagente específico que revela cada fase com uma coloração diferente [Bergeon, 1997; Bergeon, 1998a-b; Gu, 1994-1995; Jang, 1995]. Em particular para essas ligas inoxidáveis com EMP submetidas a diversos ciclos de treinamento e com diferentes tamanhos de grão foi necessário uma adaptação do reagente em função desses parâmetros [Nascimento, 2002; Nascimento, 2003; Bueno, 2005].

Esse trabalho objetiva, através do uso de indentação instrumentada, medir a dureza e o módulo de elasticidade das fases martensítica e austenítica, após diversos ciclos de tratamento termomecânico.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Preparação do material

A liga utilizada nesse trabalho foi fundida em um forno de indução a vácuo [Otubo, 1996] e apresenta a seguinte composição (% em peso): 0,009C - 5,25Si - 8,26Mn - 0,002P - 0,006S - 11,84Co - 12,81Cr - 5,81Ni - 0,001Mo - 0,16Cu - 50 O₂ - 52 N₂ (* teor em ppm). Depois de várias etapas de tratamentos termomecânicos foram obtidas barras cilíndricas com 8 mm de diâmetro. Posteriormente as amostras foram tratadas a 1050 °C em diferentes tempos (10 min., 1 h e 8 h) resultando em amostras com tamanhos de grão entre 123 e 197 µm. Depois da usinagem, as amostras, com dimensões de 20 mm de comprimento por 6 mm de diâmetro, foram submetidas a seis ciclos de treinamento. Cada ciclo correspondeu a 4% de deformação por compressão (para induzir a formação de martensita-ε) seguido de aquecimento a 600 °C por 30 minutos (para induzir a recuperação de forma). Os ensaios de compressão foram feitos seguindo a norma ASTM E 9-89 mantendo-se as seguintes condições: velocidade de 0,075 mm/min e taxa de deformação de 1,4.10⁻⁴ s⁻¹ [Bueno, 2005]. Foram obtidas amostras no

estado deformado (D) e recuperado (R). A seguinte identificação de amostras foi adotada: XXX-YD- amostras no estado deformado e XXX-YR amostras no estado recuperado, onde XXX = DGA (diâmetro do grão austenítico) e Y = número de ciclos.

Preparação metalográfica

Quando necessário, foi realizado polimento eletrolítico para se remover a martensita induzida durante o polimento mecânico da superfície da amostra. A identificação das fases martensita-ε e austenita-γ foi feita utilizando o reagente K₂S₂O₈ + NH₄HF₂ [Bergeon, 1997]. A preparação metalográfica foi um estágio essencial nesse trabalho para a correta identificação das fases, sendo baseado em condições especiais apresentadas na literatura [Nascimento, 2003; Vander, 1985; Bergeon, 1997].

Nanoindentação

Os testes de nanoindentação foram realizados em um Nanoindenter XP (MTS) instalado nas dependências do Depto. de Física da UFPR com resolução de carga de 1 µN. Após o ataque químico para revelação das fases foram realizadas 20 medidas em cada amostra utilizando as cargas: 0,3; 0,6; 1,3; 2,5; 5; 10; 20 e 40 mN, aplicadas durante 15 segundos. As indentações foram realizadas em diferentes regiões nas fases austeníticas e martensíticas, identificadas utilizando um microscópio óptico acoplado ao equipamento. A Fig. 1 apresenta o mapeamento das medidas realizadas. A distinção das fases foi feita pela diferença entre regiões claras e escuras, conforme indica a Fig.1. As medidas de dureza e do módulo de elasticidade foram analisadas utilizando o método de Oliver e Pharr a partir das curvas de carregamento e descarregamento obtidas durante o ensaio [Oliver, 1992; Lepienski, 2003].

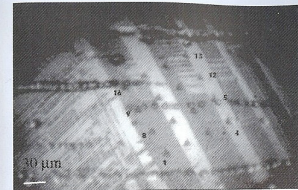


Figura 1 – Mapeamento das imagens coletadas utilizando microscopia óptica acoplado ao Nanoindentador. Aumento: 1.000X. Amostra: 197-1D. Reagente: 1,2 g K₂S₂O₈ + 0,8 g NH₄HF₂ + 100 ml H₂O.

Microdureza

As medidas de dureza convencional Vickers foram feitas utilizando um microdurômetro Heckert WPM instalado no DEMA-FEM-UNICAMP. As medidas foram feitas com carga de 49 N e o tempo de carga aplicada foi de 15 segundos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após o tratamento térmico a 1050 °C por diferentes tempos, obtiveram-se amostras com diferentes tamanhos de grão, como mostra a Fig. 2. O tratamento resultou em amostras com tamanhos de grão: 123; 151 e 197 µm. Em todas as condições foi observada uma microestrutura heterogênea contendo maclas distribuídas dentro do grão austenítico.

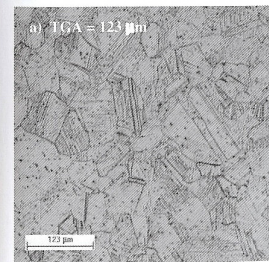


Figura 2. Microscopia óptica mostrando os diferentes tamanhos de grãos austeníticos obtidos. Reagente: 1,2 g K₂S₂O₈ + 0,8 g NH₄HF₂ + 100 ml H₂O

Na Fig. 3 são identificadas as placas de martensita-ε (regiões claras) distribuídas dentro do grão austenítico (regiões escuras) para os três tamanhos de grão. Essa característica foi observada durante todos os ciclos de treinamento.



Figura 3. Microscopia óptica mostrando as placas de martensita-ε dentro do grão austenítico. Reagente: 1,2 g K₂S₂O₅ + 0,8 g NH₄HF₂ + 100 ml H₂O

Em particular, na Fig. 3, são mostradas as imagens das amostras 123-1D, 151-1D e 197-1D. A partir dessas identificações foram elaborados os testes de nanoindentação.

Na Fig. 4a a imagem de microscopia óptica mostra as impressões deixadas pelos testes de nanoindentação. A imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostra as indentações em cada fase, Fig. 4b. Na região clara é mostrada uma indentação realizada na

fase austenítica e na região escura é mostrada a indentação na fase martensítica.

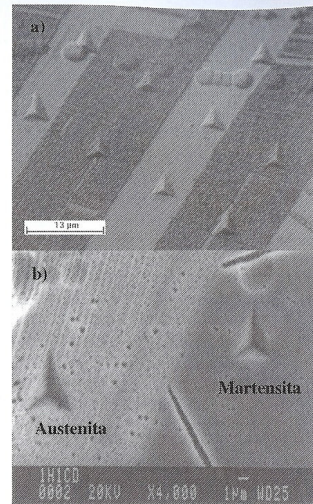


Figura 4. a) Microscopia óptica mostrando as indentações realizadas em diferentes regiões, b) MEV das indentações em cada fase. Reagente: 1,2 g K₂S₂O₅ + 0,8 g NH₄HF₂ + 100 ml H₂O.

A Fig. 5a mostra a curva de carga (GPa) versus profundidade de contato (nm) para as fases martensítica e austenítica obtida durante os testes de nanoindentação para a amostra 197-1D.

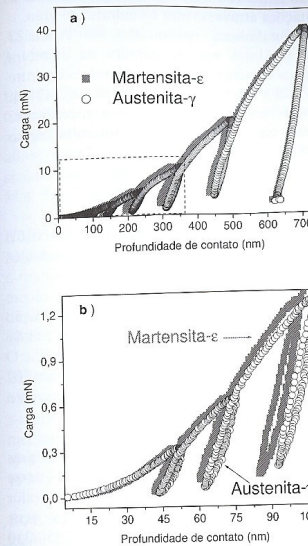


Figura 5a-b. Curva da carga (mN) em função da profundidade de contato (nm) para as fases martensítica e austenítica. Amostra: 197-6D.

A região tracejada na Fig. 5a destaca as curvas para as menores cargas, melhor visualizadas na Fig. 5b, onde pode-se perceber que a profundidade de contato para a fase austenítica é maior quando comparada a fase martensítica, indicando que a martensita-ε foi mais resistente à penetração do indentedor e portanto mais dura que a fase austenítica.

Na Tabela 1 pode ser observado que as durezas da martensita e da austenita praticamente não foram afetadas pela diferença de tamanho de grão austenítico. Esse comportamento já era esperado, pois com a técnica da nanoindentação foi possível estimar a dureza das fases sem a influência do grão austenítico. Na Tabela 1 não foi observado um efeito significativo do número de ciclos de treinamento nas durezas dessas fases. A relação entre as durezas da martensita e da austenita

encontrada nesse trabalho foi de $7,0/3,0 = 2,3$ que é muito próximo da relação para aços comerciais na escala de dureza Vickers $550/210=2,6$ [ASM-HANDBOOK, 1995].

Tabela 1. Valores de dureza para as fases martensítica e austenítica em função do tamanho de grão e do número de ciclos.

TGA (μm)	Dureza (GPa)			
	Martensita		Austenita	
	1 NC	3 NC	1 NC	3 NC
123	6,6±0,8	6,9±1,1	3,0±0,8	3,0±1,2
151	7,1±1,4	6,9±1,0	3,3±1,1	3,3±1,1
197	7,6±1,2	6,5±1,2	2,8±1,0	2,8±1,0
Média	7,0 ± 1,1		3,0 ± 1,1	

NC = Número de ciclos

O módulo de elasticidade das fases martensítica e austenítica, Tabela 2, não foi afetado pela diferença de tamanho de grão austenítico e nem pelo número de ciclos de treinamento. A relação do módulo de elasticidade encontrada nessas fases foi de $202/137=1,5$.

Tabela 2. Módulo de elasticidade para as fases austenítica e martensítica.

TGA (μm)	Módulo de elasticidade (GPa)			
	Martensita		Austenita	
	1 NC	3 NC	1 NC	3 NC
123	192±35	199±40	151±46	127±36
151	191±26	219±41	141±38	141±55
197	207±35	200±30	132±44	132±44
	202 ± 35		137 ± 44	

NC = número de ciclos

Os valores de módulo de elasticidade obtidos nesse trabalho para ambas as fases devem ser analisados comparativamente uma vez que os testes de nanoindentação foram realizados com as amostras embutidas em resina (embutimento à frio, evitando transformação de fase). Para embutimento à frio a resposta elástica tanto da amostra quanto da resina,

implica uma pequena diminuição dos valores medidos para o módulo de elasticidade por nanoindentação. Assim, apesar dos valores obtidos serem menores que os do aço austenítico comercial, os valores medidos para as duas fases podem ser comparados já que as mesmas são contíguas nas amostras. Os valores de dureza não são afetados da mesma forma pois estão relacionados com a impressão residual que não é afetada pela presença da resina [LEPIENSKI, 2003].

O módulo de elasticidade está relacionado à tensão necessária para deslocar os átomos da posição primitiva na estrutura. Removendo a carga aplicada, os átomos retornam a posição original. Para aços austeníticos recozidos (séries 200, 300 e 400) o módulo de elasticidade varia entre 193 a 200 GPa [ASM-HANDBOOK, 1995] mas não existem dados na literatura apresentando o módulo de elasticidade para aços austeníticos com EMF após os ciclos de treinamento.

A microdureza Vickers foi analisada em função do tamanho de grão austenítico antes dos ciclos de treinamento, ou seja: na condição em que as amostras apresentavam uma estrutura totalmente austenítica.

Os resultados apresentados na Tabela 3 indicaram uma redução de dureza com o aumento do tamanho de grão austenítico. O resultado é esperado, uma vez que os contornos de grão atuam como barreira aos planos de escorregamento aumentando a resistência e, conseqüentemente, a dureza para amostras com menores tamanhos de grão.

Tabela 3. Microdureza Vickers para diferentes tamanhos de grão austenítico em amostras recozidas.

TGA (μm)	Microdureza (Vickers)
123	210 \pm 10
151	204 \pm 20
197	199 \pm 12
Média	203

O tamanho da impressão da dureza Vickers para carga de 49 N foi de 140 x 140 μm . Como as amostras apresentaram tamanhos

de grão entre 120 e 200 μm , freqüentemente as indentações atravessavam o contorno de grão.

Os valores encontrados na Tabela 3 foram similares aos encontrados na literatura para aços austeníticos, cujos valores estão entre 200 a 220 Vickers [ASM-HANDBOOK, 1995]. A relação entre a nanodureza e a microdureza Vickers encontrada para a austenita nesse trabalho foi $H_V = 68 \times H_{GPa}$.

4. CONCLUSÕES

Para a liga inoxidável Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com efeito de memória de forma podemos concluir que:

a) A dureza medida por indentação instrumentada foi de 7,0 GPa para a fase martensítica e 3,0 GPa para a fase austenítica. O módulo de elasticidade foi em média de 202 GPa para a fase martensítica e 137 GPa para a fase austenítica.

b) A relação de dureza entre as fases martensítica e austenítica encontrada nesse trabalho foi de 7,0/3,0 = 2,3 o que é um valor muito próximo para a relação para aços comerciais na escala de dureza Vickers, 550/210 = 2,6.

c) Os valores encontrados da microdureza Vickers (199 e 210) nas amostras austeníticas recozidas foram similares aos valores encontrados na literatura para os aços austeníticos: entre 200 e 220 Vickers [ASM-HANDBOOK, 1995].

d) A relação entre os valores de nanodureza e microdureza Vickers encontrada para a austenita foi de $H_V = 68 \times H_{GPa}$.

e) O módulo de elasticidade da fase martensítica foi, aproximadamente, 1,5 vezes maior que o da fase austenítica adjacente.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos à FAPESP, CNPq, Villares Metals, UFPR e UNICAMP pelo suporte ao projeto.

6. REFERÊNCIAS

ASM-HANDBOOK, Alloy Phase Diagrams, v. 3, 1995

BERGEON, N.; GUENIN, G.; ESNOUF, C., Characterization of the stress-induced ϵ martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: microstructural observation at different scales, mechanism of formation and growth, *Mat. Sci. Eng. A*, 238, p. 309-316, 1997.

BERGEON, N.; GUENIN, G.; ESNOUF, C., Microstructural analysis of the stress-induced ϵ -martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: Part I – calculated description of the microstructure, *Mat. Sci. Eng. A*, 242, p. 77-86, 1998a.

BERGEON, N.; GUENIN, G.; ESNOUF, C., Microstructural analysis of the stress-induced ϵ -martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: Part II – transformation reversibility, *Mat. Sci. Eng. A*, 242, p. 87-95, 1998b.

BUENO, J. C., “Desenvolvimento da técnica de identificação de fases por metalografia óptica com nanoindentação em liga inoxidável com efeito de memória de forma”, dissertação de mestrado, DEMA-FEM-UNICAMP, Campinas, SP, p. 01-60, 2005.

FUNAKUBO, H., Shape memory alloys, Ed. Hiroyasu Funakubo, University of Tokyo, Chapter 1, 1987.

GU, Q.; VAN HUMBEECK, J.; DELAEY, L., A review on the martensitic transformation and shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys, *Journal de Physique IV, Colloque C3*, v. 4, p. 135-144, 1994.

GU, Q.; VAN HUMBEECK, J.; DELAEY, L.; FEDERZONI, L.; GUÉNIN G.; GEX D., Effect of amount of deformation on the martensitic transformation and shape memory effect in Fe-Mn-Si based shape memory steel, *Journal de Physique IV, Colloque C2*, v. 5, p. 311-315, 1995.

JANG, W. Y.; GU, Q.; VAN HUMBEECK, J.; DELAEY, L., Microscopic observation of γ -phase and ϵ - and α' - martensite in Fe-Mn-Si based shape memory alloys, *Mater. Charact.*, v. 34; p. 67-72, 1995.

LEPIENSKI, C. M.; FOERSTER, C. E. in: H. S. Nalwa (Ed.) Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, v. 7, p. 1-20, 2003.

NASCIMENTO, F. C.; OTUBO, J.; NETO, C. M.; LEPIENSKI, C. M.; MEL, P. R., Nanoindentação em amostras inoxidáveis com efeito de memória de forma. Anais do 15º Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, Águas de Lindóia, SP, COBEM'1999, p. 01-09, 1999.

NASCIMENTO, F. C., Efeito do tamanho de grão nas propriedades mecânicas e na recuperação de forma de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma, (tese de doutorado) DEMA/FEM/UNICAMP, Campinas, SP, p. 01-157, 2002.

NASCIMENTO, F. C.; SORRILA, F. V.; OTUBO, J.; MEL, P. R.; Stainless shape memory alloys microstructure analysis by optical microscopy using different etchings, *Acta Microscopica*, 1, v. 12, p. 99-102, 2003.

OLIVER, W. C.; Pharr, G. M., *J. Mater. Res.* v. 7, p. 1564, 1992.

OTUBO, J.; Desenvolvimento de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma: elaboração e caracterização (tese de doutorado) DEMA/FEM/UNICAMP, SP, p.01-160, 1996.

VANDER VOORT, G. F., Tint etching, *Metal Progress*, 127, p. 31-41, 1985.

ZHAO, L. C.; Research and applications of shape memory and superelastic alloys, *Rare Metal Materials and Engineering*, 30: Suppl. S., 2001.