

# INFLUÊNCIA DO TRABALHO A FRIO NA FORMAÇÃO DE FASE SIGMA EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX

Rodrigo Magnabosco <sup>1</sup>  
Camila Carioni de Ávila <sup>2</sup>  
Fernando Maraccini Rabechini <sup>3</sup>

## Resumo

A formação de fase sigma em aços inoxidáveis dúplex durante envelhecimento isotérmico é extensamente relatada na literatura, mas a influência de encruamento prévio ao envelhecimento na cinética de formação dessa fase não foi alvo de estudos sistemáticos até então. Deste modo, o objetivo deste trabalho é estudar a influência do grau de encruamento e do tempo de envelhecimento a 650°C e 850°C, na microestrutura do aço UNS S31803. Foi realizado encruamento em laminador de planos, obtendo-se quatro séries de amostras, com 0%, 10%, 30% e 80% de redução de área transversal. A seguir, conduziu-se envelhecimento isotérmico a 650°C ou 850°C por tempos variando de 10 minutos a 96 horas, seguido de resfriamento em água. Para a quantificação de fase sigma foi utilizado ataque eletrolítico seletivo com solução 10% KOH, e a fração volumétrica de ferrita foi obtida com o auxílio de ferritoscópio. Observa-se que o aumento do encruamento aumenta a possibilidade de nucleação heterogênea de fase sigma no interior dos grãos de ferrita, o que leva a aumento da taxa de formação de sigma e de consumo de ferrita com o aumento do tempo de envelhecimento nas duas temperaturas estudadas.

**Palavras-chave:** Fase sigma; Aço inoxidável dúplex; Cinética de formação.

## INFLUENCE OF COLD WORK ON SIGMA PHASE FORMATION IN DUPLEX STAINLESS STEEL

### Abstract

The formation of sigma phase in duplex stainless steels during isothermal aging is widely reported in the literature, but the influence of strain hardening prior to aging on the kinetics of formation of this phase was not a subject of systematic studies so far. The objective of this paper is to study the influence of cold work degree and aging time in aging at 650°C or 850°C of an UNS S31803 steel. Cold rolling was conducted, resulting in four sets of samples with 0%, 10%, 30% or 80% cross sectional area reduction. Those samples were submitted to isothermal aging between 10 minutes and 96 hours, followed by water quenching. Sigma phase quantification is possible after selective electrolytic etching with 10% KOH solution, and the volume fraction of ferrite is obtained with the aid of ferritscope. It is observed that increasing the strain hardening increases the possibility of heterogeneous nucleation of sigma phase within the ferrite grains, leading to increased rate of formation of sigma and consumption of ferrite with increasing aging time at both temperatures studied.

**Key words:** Sigma phase; Duplex stainless steel; Transformation kinetics.

## I INTRODUÇÃO

Os mecanismos de formação de fase sigma em aço inoxidável dúplex UNS S31803 são explorados em alguns trabalhos,<sup>(1-4)</sup> onde se constata, de forma geral, que em até 0,1 horas de envelhecimento entre 700°C e

900°C a fase sigma se forma em interfaces ferrita/ferrita ou ferrita/austenita, por meio da transformação da ferrita presente por decomposição eutetóide, gerando também austenita secundária. A partir de 0,1 horas de envelhecimento, as frações volumétricas de ferrita e de austenita decrescem, indicando que o crescimento da

<sup>1</sup>Engenheiro Metalurgista, Professor Doutor do Departamento de Engenharia de Materiais do Centro Universitário da Fundação Educacional Inaciana Pe. Sabóia de Medeiros – FEI, Av. Humberto A. Castelo Branco, 3972, sala K5-09. Cep 09850-901, São Bernardo do Campos, SP, Brasil. E-mail: rodrimagn@fei.edu.br

<sup>2</sup>Aluna de graduação do Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Universitário da Fundação Educacional Inaciana Pe.

Sabóia de Medeiros – FEI, Rua Senador Queiros 673, Vila Scarpelli, Cep 09050-300, Santo André, SP, Brasil. E-mail: camila\_panda@hotmail.com

<sup>3</sup>Aluno de graduação do Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Universitário da Fundação Educacional Inaciana Pe.

Sabóia de Medeiros – FEI, Rua Joaquim Nabuco, 1005, casa 1, Brooklin, Cep 04621-003, São Paulo, SP, Brasil. E-mail: ferdi\_mr@hotmail.com

fração volumétrica da fase sigma se dá pelo consumo tanto da ferrita quanto da austenita presentes, aliadas à decomposição eutetóide da ferrita. O diagrama de precipitação isotérmica de fase sigma (tempo-temperatura-precipitação, TTP) para o aço UNS S31803 é obtido em um desses trabalhos,<sup>(1)</sup> indicando que a maior cinética de precipitação se dá a 850°C.

Os dois principais mecanismos de formação de fase sigma nos aços dúplex (decomposição eutetóide da ferrita ou nucleação e crescimento da ferrita) são fortemente influenciados pela presença de defeitos microestruturais, como contornos de grão, já que são processos que podem se iniciar por nucleação heterogênea. Em aços inoxidáveis austeníticos é conhecido o efeito do grau de encruamento no aumento da cinética de formação de fase sigma.<sup>(5)</sup> Contudo, dados dessa natureza não estão disponíveis para aços dúplex, que, em diferentes condições de deformação plástica (oriundas de processamento mecânico), devem ser soldados em estruturas. Portanto, serão aquecidos em temperaturas onde a fase sigma pode se formar. Por este motivo, é fundamental avaliar se a cinética de formação de fase sigma nesses aços sofre alterações significativas em diferentes graus de encruamento, permitindo a prevenção da formação dessa fase deletéria ao desempenho do material.

Deste modo, considerando a ausência de dados da cinética das transformações de fase no aço UNS S31803 encruado, o presente projeto de pesquisa tem por objetivo estudar a influência do grau de encruamento e do tempo de envelhecimento a 650°C e 850°C na microestrutura desse aço.

## 2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material em estudo (UNS S31803) foi adquirido pelo Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos – CDMatM-FEI – como barra cilíndrica de 20 mm de diâmetro laminada a quente e, posteriormente, tratada a 1100°C por 30 minutos e resfriada em água. A composição química do material pode ser constatada na Tabela 1. Foram cortados discos com aproximadamente 5 mm de espessura, gerando amostras que foram posteriormente encruadas no sentido perpendicular ao comprimento original das barras.

A partir do material como recebido foi realizado, encruamento no laminador do CDMatM-FEI, obtendo-se quatro séries de amostras com 0%, 10%, 30% e 80% de redução de área transversal. Na sequência, as quatro séries sofreram envelhecimento isotérmico a 650°C ou 850°C por tempos variando de 10 minutos a 96 horas,

seguido de resfriamento em água, com o objetivo de produzir microestruturas com diferentes frações de fases. Os tratamentos foram conduzidos em forno tubular (com variação máxima de temperatura de 2°C), sob atmosfera de nitrogênio puro (99,99% N<sub>2</sub>) para evitar oxidação excessiva da superfície nos tratamentos mais longos, e impedir a perda de nitrogênio das amostras, como constatado em trabalho anterior.<sup>(2)</sup>

Corpos-de-prova metalográficos sofreram lixamento até 500 # para, em seguida, serem polidos utilizando pasta de diamante de granulação 6 μm, 3 μm e, finalmente, 1 μm, sempre utilizando como lubrificante das etapas de polimento álcool etílico, em equipamento de polimento semi-automático do CDMatM-FEI. Para a revelação da microestrutura foi utilizado ataque eletrolítico seletivo com solução 10% de hidróxido de potássio, a 2 Vcc de diferença de potencial, durante um minuto. Todas as amostras preparadas metalograficamente foram observadas num microscópio LEICA DMLM do CDMatM-FEI. Foi também empregado ataque eletrolítico em solução 10% de ácido oxálico com o intuito de revelar os contornos entre ferrita e austenita das amostras solubilizadas e encruadas.

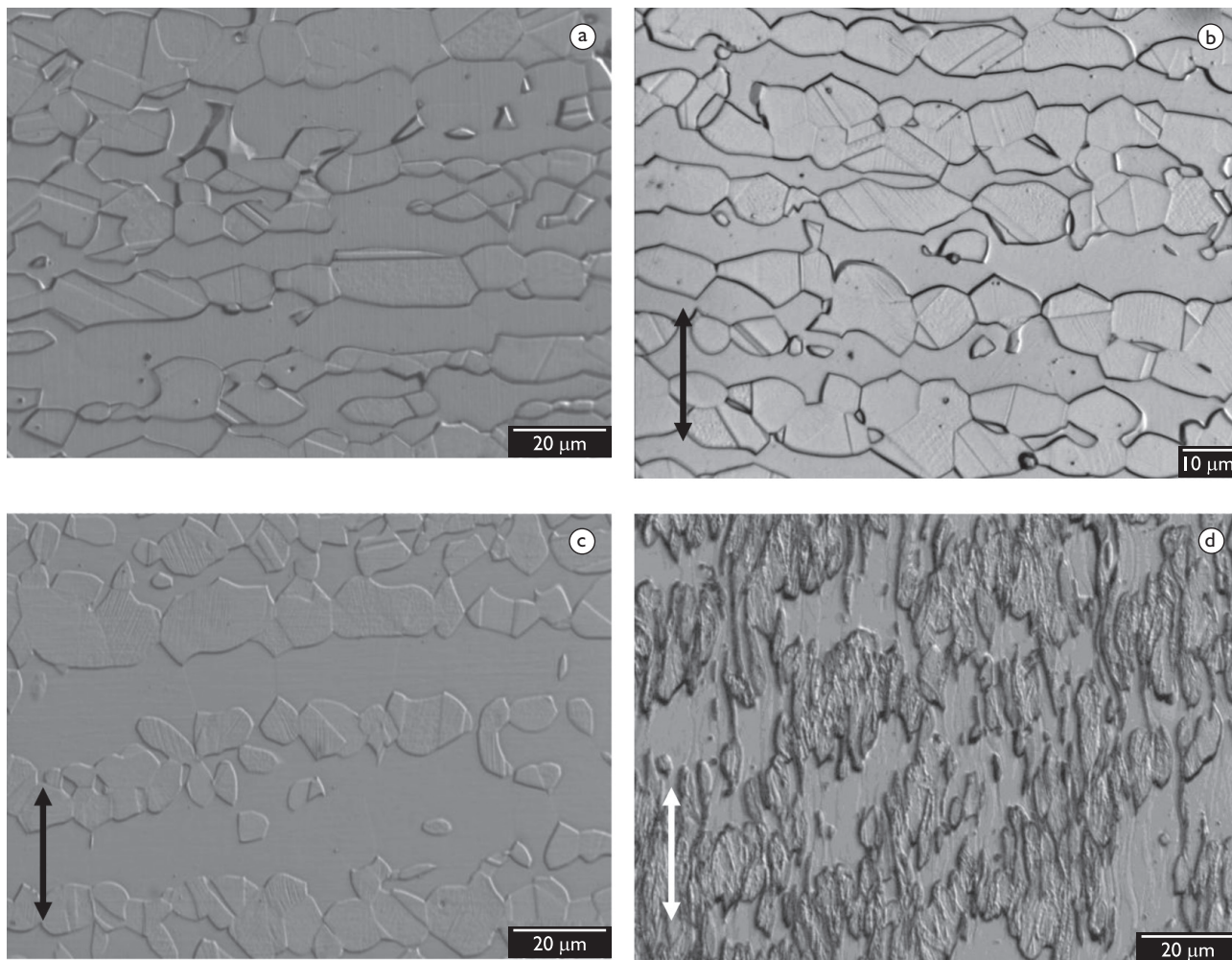
A fração volumétrica de ferrita (%α) foi obtida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 do CDMatM-FEI, calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Foram realizadas vinte medições em cada uma das séries de amostras. Já a fração volumétrica de fase sigma (%σ) foi determinada por estereologia quantitativa: as amostras, após o ataque eletrolítico em hidróxido de potássio já descrito, foram submetidas a análise de imagens por meio do software *QMetals*, parte integrante do sistema de análise de imagens LEICA Q500/W, conectado ao microscópio LEICA DMLM, já anteriormente citado, também pertencente ao CDMatM-FEI. Foram analisados 20 campos por amostra, colhidos aleatoriamente.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1, são apresentadas as microestruturas típicas do aço na condição solubilizada, com diferentes graus de encruamento. Além do aparente encruamento, mais claramente observado na amostra com 80% de redução de área (Figura 1d), nota-se que a fração de ferrita das amostras com encruamento diminui com o aumento do grau de encruamento, como mostra a Figura 2. Tal observação pode ser um indício de que há formação de austenita de reequilíbrio, já relatada em outros trabalhos<sup>(6,7)</sup> nos instantes iniciais de envelhecimento, mas que,

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

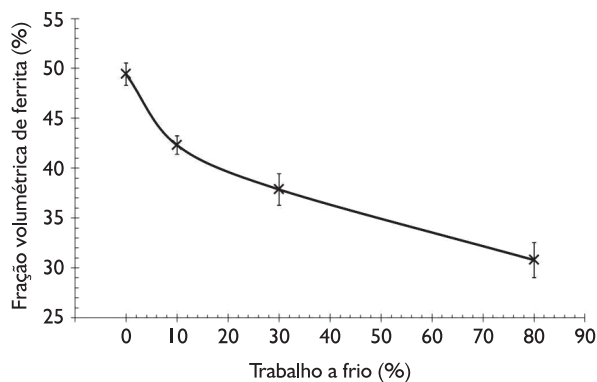
Cr	Ni	Mo	Mn	N	C	Si	P	S	Fe
22,10	5,40	3,15	0,76	0,178	0,015	0,45	0,02	0,005	balanço



**Figura 1.** Microestruturas do aço em estudo após ataque eletrolítico em solução 10% ácido oxálico, na condição solubilizada com: (a) ausência de trabalho a frio, (b) 10% de trabalho a frio, (c) 30% de trabalho a frio, (d) 80% de trabalho a frio. As setas indicam o sentido de laminação.

nesta condição, mostra-se como a transformação de ferrita em austenita induzida por deformação. Tal fenômeno foi recentemente estudado por este grupo de pesquisa, demonstrando que realmente há a possibilidade de transformação de ferrita em austenita induzida por deformação, num processo equivalente a uma transformação martensítica reversa.<sup>(8)</sup> A transformação martensítica reversa, que induz a formação de austenita a partir da ferrita, é relatada por Southwick e Honeycombe<sup>(9)</sup> em aço inoxidável dúplex com 26%Cr e 5%Ni, e também já foi observada e discutida por outros autores na deformação a quente de aços ao carbono na zona intercrítica.<sup>(10-12)</sup> Contudo, os mecanismos envolvidos devem ser objeto de estudos mais aprofundados.

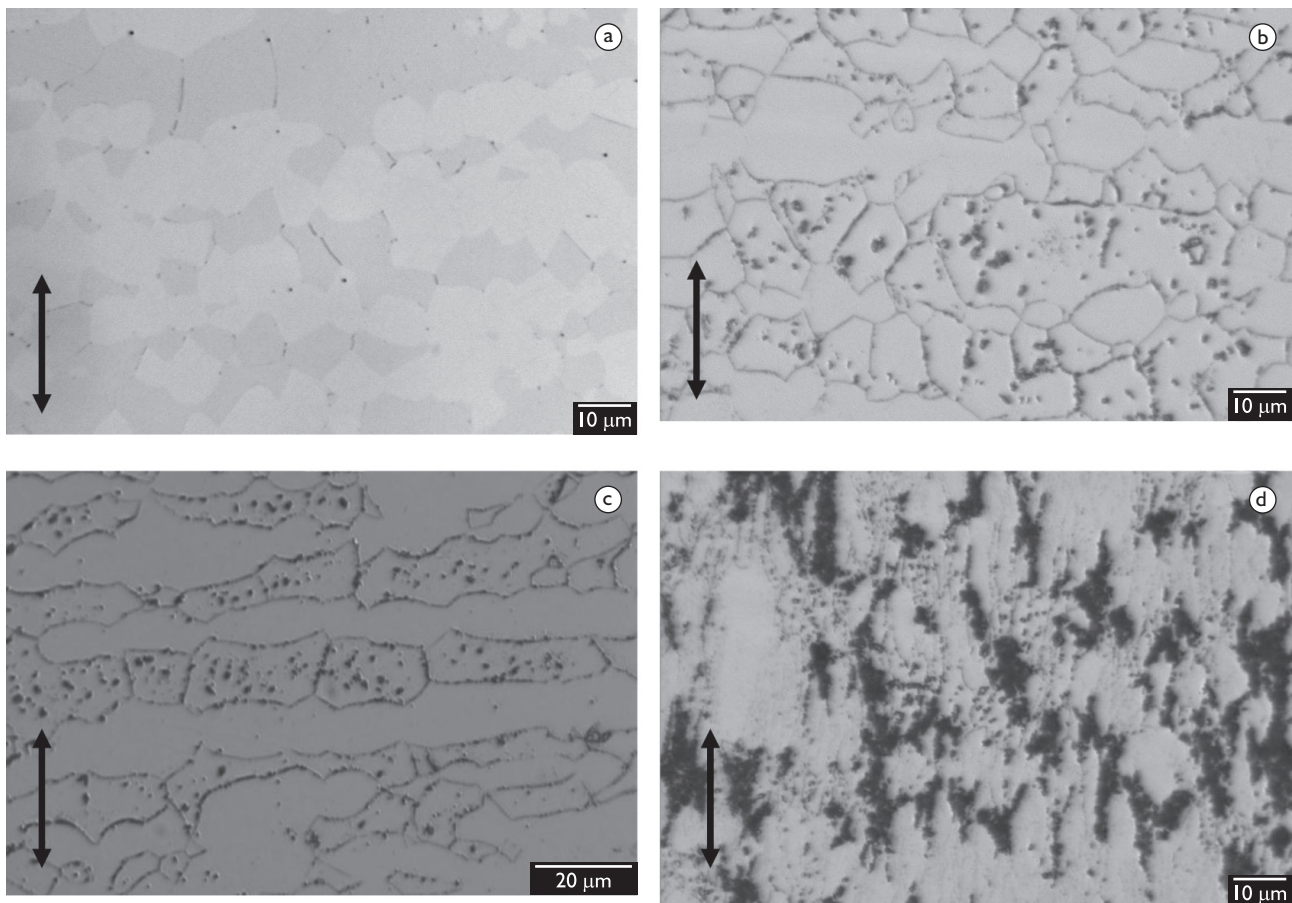
Nas amostras envelhecidas a 650°C (Figura 3) nota-se que a formação de fase sigma se dá preferencialmente nas interfaces ferrita-ferrita, como apresenta a Figura 3a, além da formação intragranular na ferrita, como mostra a Figura 3b. Com o aumento do tempo de envelhecimento e do grau de encruamento, nota-se



**Figura 2.** Fração de ferrita das amostras solubilizadas em função do trabalho a frio sofrido.

que a formação de sigma intragranular a ferrita é intensificada, como mostram a Figura 3c, d. Tais observações comprovam a tese de que o encruamento, e a estrutura de discordâncias decorrente, criam mais pontos de nucleação heterogênea de sigma no interior dos grãos de ferrita.



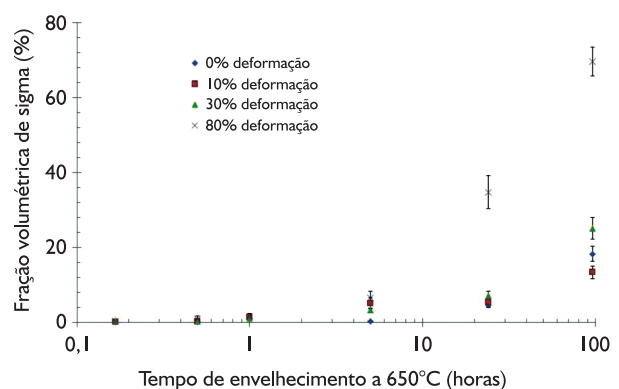


**Figura 3.** Microestruturas do aço em estudo após ataque eletrolítico em solução 10% KOH, na condição envelhecida a 650°C com: (a) 30% trabalho a frio e 30 minutos de envelhecimento, (b) 30% de trabalho a frio e 24 horas de envelhecimento, (c) 10% de trabalho a frio e 96 horas de envelhecimento, (d) 80% de trabalho a frio e 24 horas de envelhecimento. As setas indicam o sentido de laminação.

Na Figura 4 é apresentada a fração de fase sigma em função do tempo de envelhecimento a 650°C e do grau de encruamento imposto previamente ao envelhecimento. Até 30% de trabalho a frio, nota-se pequeno efeito da presença de encruamento no aumento da cinética de formação de fase sigma; todavia, as amostras encruadas com 80% de trabalho a frio apresentam velocidade de formação de fase sigma muito superior às demais condições.

Os dados da Figura 4, todavia, mostram que a máxima formação de fase sigma das amostras encruadas a 80% de trabalho a frio é muito superior aos valores comumente encontrados na literatura,<sup>(7)</sup> o que indica que o ataque de KOH pode estar revelando, além da fase sigma, outras ocorrências microestruturais, implicando na necessidade de novas investigações para a correta determinação da fração de fase sigma nestas condições.

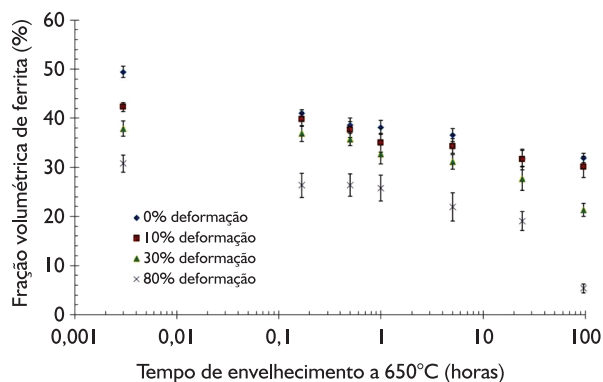
A fração de ferrita apresenta comportamento semelhante ao relatado em trabalhos que tratam da formação de sigma em aços dúplex: com o progresso do envelhecimento, a fração de ferrita presente é consumida



**Figura 4.** Fração de fase sigma em função do tempo de envelhecimento a 650°C e do grau de encruamento imposto previamente ao envelhecimento.

para a formação da fase sigma, como mostra a Figura 5. Todavia, nem mesmo após 96 horas de envelhecimento das amostras deformadas a 80% (que apresentaram os elevados valores de fase sigma anteriormente relatados) a ferrita é totalmente consumida.

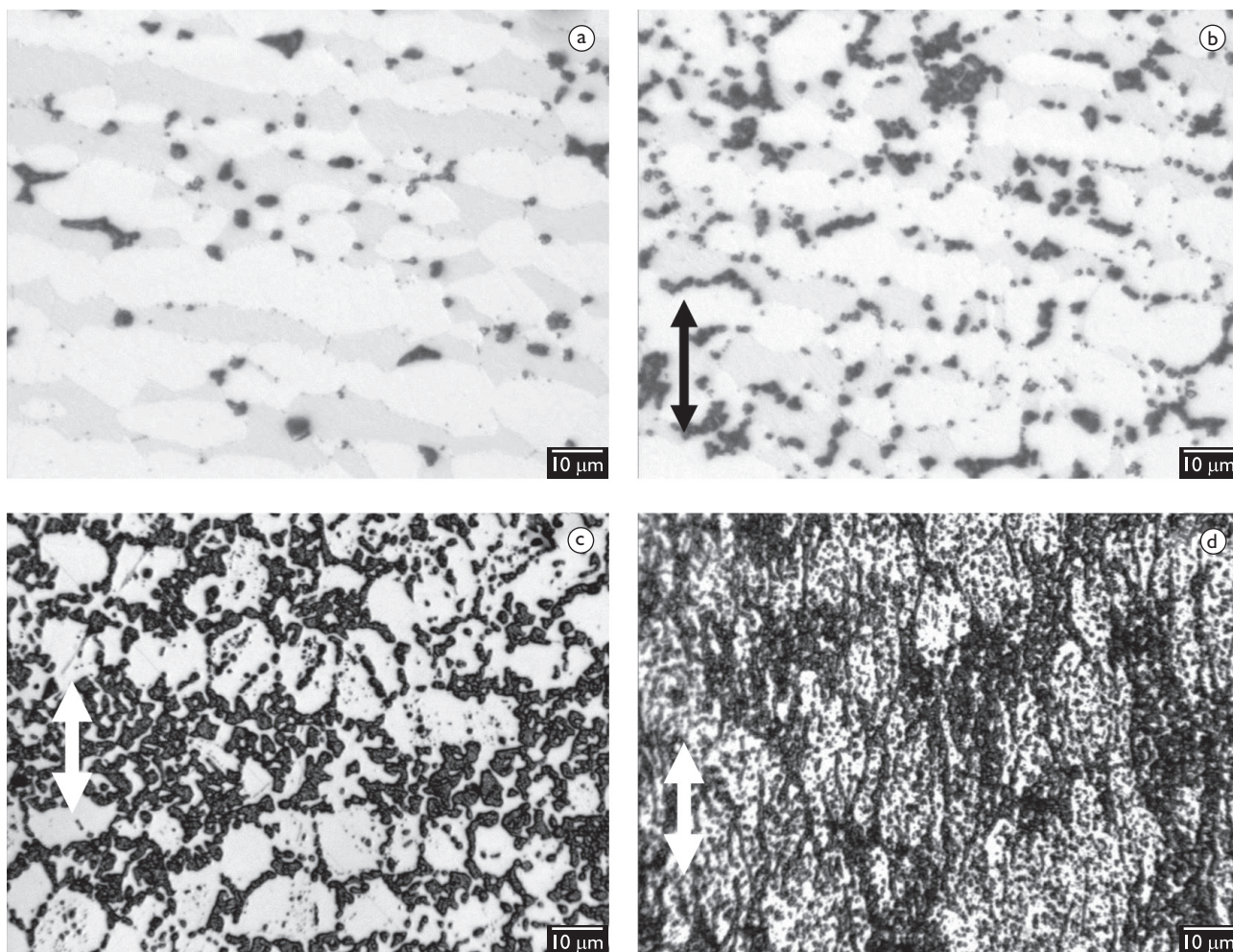
A Figura 6 apresenta as microestruturas típicas do aço envelhecido a 850°C, após diferentes tempos e condições de trabalho a frio anterior ao envelhecimento. Nota-se, mais uma vez, que a formação de sigma se dá



**Figura 5.** Fração de fase ferrita em função do tempo de envelhecimento a 650°C e do grau de encruamento imposto previamente ao envelhecimento.

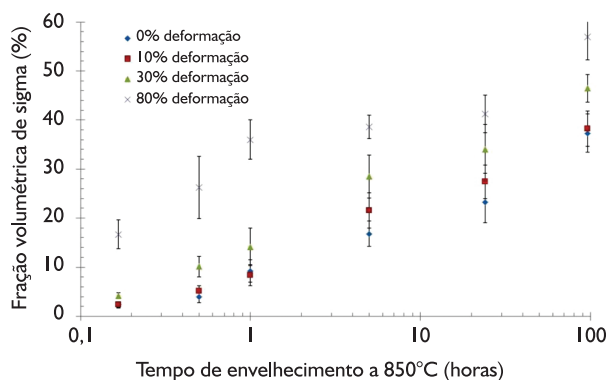
inicialmente nas interfaces ferrita-ferrita, como apresentam as Figuras 6a, b, contudo com morfologia mais maciça se comparada às amostras envelhecidas a 650°C (Figura 3). Com maiores tempos de envelhecimento e maiores graus de encruamento, passa-se a observar a formação intragranular de sigma na ferrita, como mostram as Figuras 6c, d. Mais uma vez, comprova-se a tese de que o encruamento e a estrutura de discordâncias decorrente criam mais pontos de nucleação heterogênea de sigma no interior dos grãos de ferrita. Todavia, a maior facilidade de difusão a 850°C leva à formação de estruturas mais compactas, fazendo com que o efeito de nucleação heterogênea só se manifeste com mais intensidade na amostra com maior deformação (como a apresentada na Figura 6d).

Não se pode descartar, também, a possibilidade de recuperação e recristalização da matriz deformada ocorrer concomitantemente ao processo de envelhecimento a 850°C, minimizando os efeitos de criação de pontos de nucleação heterogênea, particularmente nas

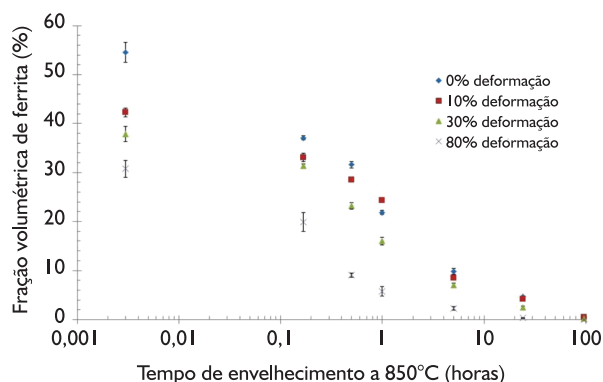


**Figura 6.** Microestruturas do aço em estudo após ataque eletrolítico em solução 10% KOH, na condição envelhecida a 850°C com: (a) 0% trabalho a frio e 30 minutos de envelhecimento, (b) 30% de trabalho a frio e 30 minutos de envelhecimento, (c) 30% de trabalho a frio e 96 horas de envelhecimento, (d) 80% de trabalho a frio e 96 horas de envelhecimento. As setas indicam o sentido de laminação.





**Figura 7.** Fração de fase sigma em função do tempo de envelhecimento a 850°C e do grau de encruamento imposto previamente ao envelhecimento.



**Figura 8.** Fração de fase ferrita em função do tempo de envelhecimento a 850°C e do grau de encruamento imposto previamente ao envelhecimento.

amostras com trabalho a frio de até 30%. Tal hipótese também deve ser estudada em trabalhos futuros deste grupo de pesquisa.

As Figuras 7 e 8 apresentam as frações de fase sigma e ferrita em função do tempo de envelhecimento a 850°C e do grau de encruamento imposto previamente ao envelhecimento. Nota-se, mais uma vez, que o aumento do tempo de envelhecimento e o aumento do trabalho a frio imposto à estrutura original levam a aumento da fração de sigma formada. Como a formação de sigma está intimamente ligada ao consumo de ferrita, observa-se redução na fração volumétrica desta fase com o progresso do

envelhecimento. Reforça-se, deste modo, a ideia de que a presença de uma estrutura deformada leva a aumento da cinética de formação de fase sigma no aço inoxidável dúplex em estudo.

## 4 CONCLUSÕES

Do presente trabalho pode se concluir que:

- há fortes indícios de que ocorre, no aço inoxidável dúplex estudado, a formação de austenita de reequilíbrio, que se dá como a transformação de ferrita em austenita induzida por deformação;
- nas amostras envelhecidas a 650°C a formação de fase sigma se dá preferencialmente nas interfaces ferrita-ferrita, além da formação intragranular na ferrita;
- com o aumento do tempo de envelhecimento e do grau de encruamento, nota-se que a formação de sigma intragranular a ferrita é intensificada, comprovando a tese de que o encruamento cria mais pontos de nucleação heterogênea de sigma no interior dos grãos de ferrita;
- a maior facilidade de difusão a 850°C leva à formação de estruturas de fase sigma mais compactas, fazendo com que o efeito de nucleação heterogênea só se manifeste com mais intensidade na amostra com maior deformação;
- o aumento do tempo de envelhecimento e o aumento do trabalho a frio imposto a estrutura original levam a aumento da fração de sigma formada. Como a formação de sigma está intimamente ligada ao consumo de ferrita, observa-se redução na fração volumétrica desta fase com o progresso do envelhecimento; e
- a presença de uma estrutura deformada leva a aumento da cinética de formação de fase sigma no aço inoxidável dúplex em estudo.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao Centro Universitário da FEI pela concessão de bolsas de iniciação científica a Camila Carioni de Ávila e Fernando Maraccini Rabechini, dentro do programa PBIC-FEI.

## REFERÊNCIAS

- 1 MAGNABOSCO, R. Formação de fase sigma no aço inoxidável dúplex UNS S31803 durante envelhecimento isotérmico entre 700°C e 900°C. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 60., 2005, Belo Horizonte. *Anais...* São Paulo: ABM, 2005. p. 2272-81.
- 2 Magnabosco, R. *Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205)*. 2001. 181 p. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

- 3 MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Pit morphology and its relation to microstructure of 850°C aged UNS S31803 duplex stainless steel. *Corrosion*, v. 61, n. 2, p. 130-6, Feb. 2005.
- 4 MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Sigma phase and polarization response of UNS S31803 in sulfuric acid. *Corrosion*, v. 61, n. 8, p. 807-14, Aug. 2005.
- 5 SEDRIKS, A. J. Corrosion of stainless steels. 2. ed. New York: John Wiley, 1996.
- 6 SANTOS, D. C.; MAGNABOSCO, R. Influência da formação de sigma no potencial de pite do aço inoxidável duplex UNS S31803 em solução 0,6 M NaCl envelhecido a 850 e 900°C. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 65., 2010, Rio de Janeiro. *Anais...* São Paulo: ABM, 2010. p. 216-27.
- 7 MÉLO, E. B.; MAGNABOSCO, R. Transformações de fase a 475°C e a 650°C do aço UNS S31803 e sua influência no potencial de pite em solução 0,6M NaCl. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 65., 2010, Rio de Janeiro. *Anais...* São Paulo: ABM, 2010. p. 316-27.
- 8 MAGNABOSCO, R. et al. Ferrite-to-austenite transformation during cold working of a duplex stainless steel. In: EUROPEAN STAINLESS STEEL CONFERENCE - SCIENCE AND MARKET, 7., 2011, Milão. *Proceedings...* Milão: AIM, 2011.
- 9 SOUTHWICK, P. D.; HONEYCOMBE, R. W. K. Decomposition of ferrite to austenite in 26%Cr-5%Ni stainless steel. *Metal Science*, v. 14, n. 7, p. 253-61, jul. 1980.
- 10 LUO, H.; SIETSMA, J.; ZWAAG, S. V. D. A novel observation of strain-induced ferrite-to-austenite retransformation after intercritical deformation of C-Mn steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 35, n. 9, p. 2789-97, Sep. 2004. <http://dx.doi.org/10.1007/S11661-004-0225-2>
- 11 MACLAREN, I. et al. Reverse martensitic transformation of ferrite to austenite under severe plastic deformation. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 26, p. 335-8, 2006. <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/26/1/081>
- 12 IVANISENKO, Y. et al. Shear-induced  $\gamma/\alpha$  transformation in nanoscale Fe-C composite. *Acta Materialia*, v. 54, n. 6, p. 1659-69, Apr. 2006. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.034>

Recebido em: 10/10/2011

Aceito em: 13/04/2012