



Rem: Revista Escola de Minas

ISSN: 0370-4467

editor@rem.com.br

Escola de Minas

Brasil

Mariano, Neide Aparecida; Marinho, Diogo; Dias, Julio Cezar; Fernandes, Marcos Alexandre  
Efeito da temperatura e tempo de austenitização nas transformações de fase da liga 13Cr2Ni0,1C

Rem: Revista Escola de Minas, vol. 63, núm. 1, enero-marzo, 2010, pp. 27-31

Escola de Minas

Ouro Preto, Brasil

Disponível em: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=56416597005>

- Como citar este artigo
- Número completo
- Mais artigos
- Home da revista no Redalyc

redalyc.org

Sistema de Informação Científica

Rede de Revistas Científicas da América Latina, Caribe, Espanha e Portugal  
Projeto acadêmico sem fins lucrativos desenvolvido no âmbito da iniciativa Acesso Aberto

# INOX: Metalurgia Física

## Efeito da temperatura e tempo de austenitização nas transformações de fase da liga 13Cr2Ni0,1C

**Effect of temperature and time austenitizing in phase transformations alloy 13Cr2Ni0,1C**

### Resumo

Novas classes de aços inoxidáveis martensíticos, com baixo teor de carbono, têm sido desenvolvidas, para atender, principalmente, às necessidades do segmento da indústria do petróleo. Contudo o seu uso tem sido restrito pelo fato de ser um desenvolvimento recente e muitas de suas propriedades ainda são motivos de investigação. Nesse trabalho, foram determinados os valores das temperaturas inicial e final da transformação austenítica e as temperaturas de início e fim da formação martensítica, para a liga 13Cr2Ni0,1C, através de ensaios dilatométricos com resfriamento contínuo. Com base nesses resultados, foram obtidas as condições otimizadas dos tratamentos térmicos de têmpera e revenido. A caracterização microestrutural das ligas na condição de bruta fusão foi realizada por microscopia ótica observando-se uma matriz martensítica com a presença de ferrita delta.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável, dilatometria, têmpera, revenido.

**Neide Aparecida Mariano**

Professora da  
Universidade Federal de Alfenas  
UNIFAL. E-mail:  
neideaparecidamariano@gmail.com

**Diogo Marinho**

Universidade Federal de Alfenas  
E-mail:dhcm.bc@gmail.com

**Julio Cezar Dias**

Universidade Federal de Alfenas  
E-mail:juliocezargaldino@gmail.com

**Marcos Alexandre Fernandes**

Universidade Estadual de São Paulo  
UNESP  
E-mail: eng\_marcosfernandes@  
yahoo.com.br

### Abstract

*New classes of martensitic stainless steels, with low carbon levels, have been developed aiming to meet the needs of the petroleum industry segment. However, their use has been restricted due to the fact it is a recent development and many of its properties are still under investigation. This work determines the values of initial and final temperatures for the austenitic transformation and the initial and final temperatures of martensitic formation for alloy 13Cr2Ni0,1C, by means of dilatometric tests under continuous cooling. Based on these results the optimized conditions for quench and temper heat treatments were obtained. The microstructural characterization of the alloys under coarse fusion condition was carried out by optical microscopy and the presence of delta-ferrite in the martensitic matrix was observed.*

**Keywords:** Stainless steel, dilatometry, temper, quench.

### 1. Introdução

Nas últimas décadas, foram desenvolvidas novas classes de aços inoxidáveis martensíticos, com teores de carbono de 0,01-0,1% C, cromo 11-13% Cr e níquel 2-6%, com o objetivo de atender, principalmente, às necessidades do segmento da indústria do petróleo (Deleu et al., 1999; Kondo et al., 1999; Straube, 1988; Smolenka, et al., 2001).

## Efeito da temperatura e tempo de austenitização nas transformações de fase da liga 13Cr2Ni0,1C

No entanto, o desafio tem sido desenvolver ligas que associem boa resistência mecânica, soldabilidade, resistência à corrosão e baixo custo, para serem utilizadas como alternativa viável no campo de produção das indústrias química e petroquímica.

Essa nova classe de aço inoxidável martensítico foi desenvolvida baseando-se na metalurgia dos aços inoxidáveis martensíticos convencionais com 13%Cr-0,2%C, com o objetivo de aumentar o teor de cromo na matriz, evitando a precipitação de carbetas do tipo  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Para isso, foi necessário diminuir o teor de carbono e, consequentemente, adicionar níquel, entre outros elementos de liga como Cu, Mn e Co, a fim de promover a estabilização da fase austenítica ( $\gamma$ ) e evitar a formação de ferrita delta ( $\delta$ ) na temperatura de austenitização, o que poderia prejudicar as propriedades mecânicas do material (Park & Park, 2007).

No entanto a redução do teor de carbono e a presença de cromo nos aços inoxidáveis martensíticos, além de estreitarem o campo austenítico, tornam a ferrita delta estável em temperaturas mais baixas, o que tende a diminuir a tenacidade. Esse efeito é compensado com a adição de níquel, para expandir o campo austenítico e estreitar o campo da ferrita delta, restringindo-o a temperaturas mais elevadas. Tal medida, porém, abaixa, consideravelmente, as temperaturas de início (Ms) e de fim (Mf) da transformação martensítica, por isso, normalmente é utilizado um teor máximo de 6% de Ni (Leem et al., 2001; Toussaint & Van Der Winden, 2001).

A alta temperabilidade desses aços se deve, principalmente, à presença de níquel e cromo, garantindo que, mesmo em peças de grandes secções, ocorra a formação da estrutura martensítica em seu núcleo com resfriamento ao ar (Toussaint & Dufrane, 2002).

Os aços inoxidáveis martensíticos, geralmente, são austenitizados acima da temperatura inicial da transformação austenítica, Ac3, temperatura na qual ocorre a dissolução de carbonetos e a

decomposição da ferrita delta, oriunda do material de bruta fusão. A temperatura de austenitização não deve ser muito baixa, pois pode levar a baixos valores de tenacidade, devido à não-dissolução dos carbonetos, e não deve ser muito alta para evitar o crescimento acentuado dos grãos austeníticos.

Assim, o objetivo desse do trabalho foi obter os valores das temperaturas inicial (Ac3) e final (Ac1) da transformação austenítica e as temperaturas de início (Ms) e de fim (Mf) da formação martensítica, assim como caracterizar a microestrutura e identificar as fases presentes na condição de bruta fusão.

## 2. Materiais e Métodos

Foi utilizado o aço inoxidável martensítico fundido 13Cr2Ni0,1C, (ASTM A487/A487M-98), a partir de sucata fundida, utilizando-se um forno convencional a arco elétrico, com refino num forno AOD (descarbonatação argônio-oxigênio). A Tabela 1 apresenta a composição química nominal em % em peso do aço em estudo.

A liga foi caracterizada na condição de bruta fusão. Para revelar a microestrutura, foi utilizado um ataque químico por imersão à temperatura ambiente e o reagente químico empregado foi o de Behara. A difração de raios X foi utilizada para identificar as fases presentes na liga. Os ensaios de dilatometria foram

realizados num dilatômetro de resfriamento rápido modelo RB-1000. Os corpos-de-prova (cps) foram usinados a partir dos aços no estado de bruta fusão, na forma de cilindros com diâmetro de 0,2mm e comprimento de 20-27mm, segundo especificações do equipamento. As curvas dilatométricas foram obtidas em função das variações do comprimento do corpo-de-prova (DL/Lo) e da taxa de temperatura requerida. Os corpos-de-prova foram austenitizados a 950°C e 1100°C e os tempos de encharque foram de 10, 20 e 30 minutos para ambas as temperaturas, com o objetivo de obter os valores de Ac1; Ac3; Ms e Mf. Os ciclos térmicos utilizados estão mostrados na Tabela 2.

## 3. Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta a fotomicrografia da liga 13Cr2Ni0,1C na condição de bruta fusão, obtida por microscopia ótica. Não ocorreu variação significativa da microestrutura nas direções transversal e longitudinal. E observa-se que estão presentes, na matriz martensítica, precipitados de carbonetos (região escura) e ferrita (região branca), nos contornos de grão.

Além dessa fase, observa-se pequena quantidade de ferrita delta e, em menores proporções, observa-se a presença de carbonetos que precipitaram durante a solidificação.

**Tabela 1** - Composição química do aço inoxidável martensítico (% peso).

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu
0,095	0,92	0,75	12,61	0,15	2,05	0,028

**Tabela 2** - Parâmetros utilizados no ciclo térmico para os ensaios de dilatometria.

Ciclo térmico	Ti(°C)	Taxa (°C/s)	Tf(°C)
Aquecimento	25	5	950/1100 t=10;20;30min
Resfriamento	950/1100	25	50

Ti = temperatura inicial; Tf = temperatura final

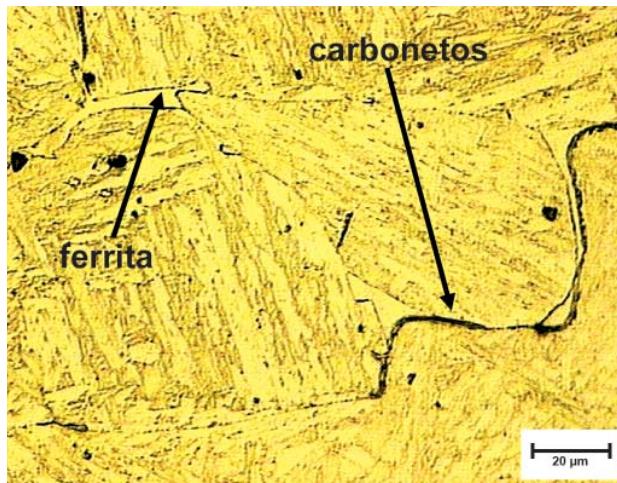


Figura 1 - Microestrutura da liga 13Cr2Ni0,1C na condição de bruta fusão, obtida por microscopia ótica. Ataque químico: Behara.

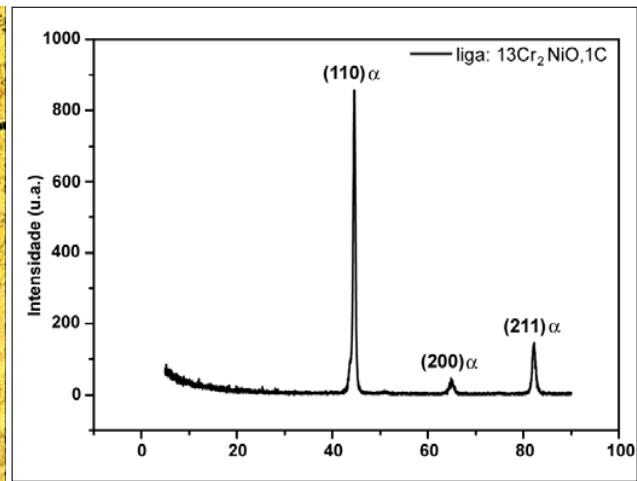


Figura 2 - Difratograma da liga 13Cr2Ni0,1C na condição de bruta fusão.

Normalmente, essas fases não aumentam a resistência e a dureza da martensita nessa liga, mas podem contribuir para sua fragilização.

A Figura 2 mostra os resultados obtidos por difração de raios X para a liga sem qualquer tratamento térmico prévio. Os picos principais se referem à fase FeCr e observa-se que apenas os planos da fase ferrita (110) foram difratados.

A Figura 3 apresenta os dilatogramas obtidos durante o aquecimento a 950°C e 1100°C, seguido de resfriamento. Para efeito ilustrativo, as Figuras 4 e 5 mostram, em detalhe, o trecho de aquecimento e resfriamento do dilato-

grama, onde ocorrem as transformações austenítica e martensítica, para uma das condições estudadas (austenitização a 1100°C por 30 minutos). Observa-se que o tempo de encharque nas temperaturas de austenitização não tiveram influência significativa nos valores obtidos de Ac<sub>1</sub>, Ac<sub>3</sub>, Ms e Mf.

A Tabela 3 mostra os valores médios obtidos de Ac<sub>1</sub>, Ac<sub>3</sub>, Ms e Mf, nas condições estudadas. O diagrama de equilíbrio, para as ligas Fe-Cr (Folkhard, 1988), mostra que, para o aço utilizado nesse trabalho, o campo da ferrita δ se localiza entre 1300 e 1230°C. Assim, apesar de a temperatura de transfor-

mação γ-δ não ter sido determinada, recomenda-se que a temperatura mínima de austenitização seja de 1000°C nos tratamentos de têmpera, para garantir que os aços sejam austenitizados somente dentro do campo da fase gama.

As temperaturas de início (Ms) e de fim (Mf) da transformação martensítica são influenciadas pelos elementos de liga em solução sólida na austenita e podem ser relacionadas, como sugerido por Folkhard, pelas eqs. (1) e (2) (Folkhard, 1988):

$$Ms = 492 - 12.0\%C - 65.5\%Mn - 10.0\%Cr - 29.0\%Ni \quad (1)$$

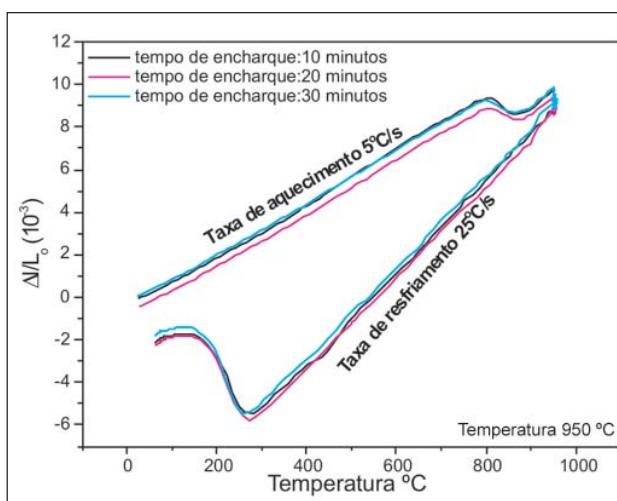
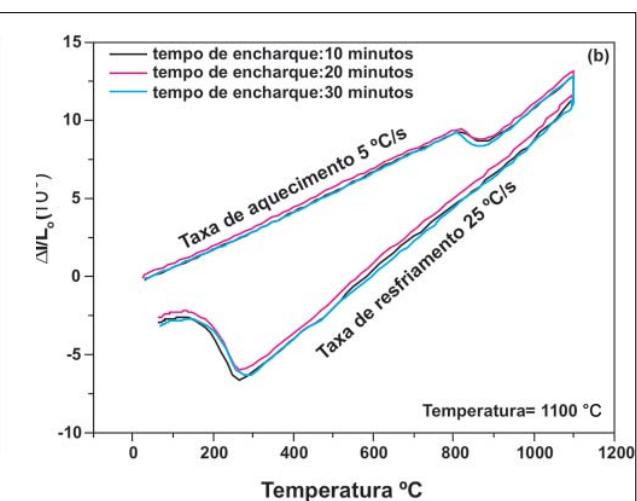
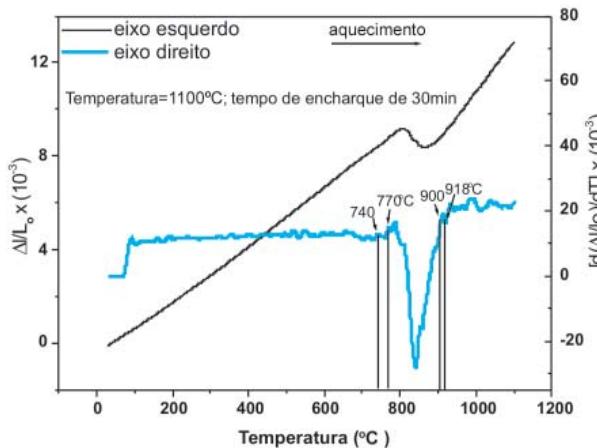


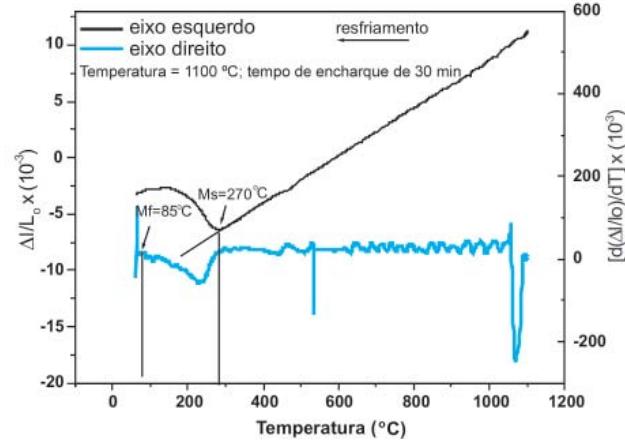
Figura 3 - Dilatograma do aço 13Cr2Ni0,1C. (a) Aquecimento a 950°C; (b) Aquecimento a 1100°C.



### Efeito da temperatura e tempo de austenitização nas transformações de fase da liga 13Cr2Ni0,1C



**Figura 4** - Detalhe da região do dilatograma onde ocorreram as transformações (aquecimento).



**Figura 5** - Detalhe da região do dilatograma onde ocorreram as transformações (resfriamento).

**Tabela 3** - Valores de  $Ac_1$ ,  $Ac_3$ ,  $Ms$  e  $Mf$  obtidos para a liga 13Cr2Ni0,1C.

	Temperaturas de austenitização=950°C			Temperaturas de austenitização=1100°C		
	10	20	30	10	20	30
<b>Tempo de encharque (minutos)</b>						
<b><math>Ac_1</math> (°C)</b>	740	750	740	745	740	750
<b><math>Ac_3</math> (°C)</b>	920	910	910	920	920	910
<b><math>Ms</math> (°C)</b>	280	280	270	270	270	270
<b><math>Mf</math> (°C)</b>	85	85	80	85	90	85

$$Mf = Ms - 150^\circ C \quad (2)$$

Os valores de  $Ms$  e  $Mf$  calculados estão apresentados na Tabela 4. Pode-se observar que os valores calculados divergem dos valores encontrados experimentalmente. Isto se deve ao fato de as equações propostas serem uma simplificação da realidade metalúrgica dos aços.

Além disso, a  $Ms$  é dependente tanto dos elementos de liga solubilizados na austenita quanto da temperatura de austenitização, uma vez que essa variável tem influência na dissolução de precipitados e na concentração de elementos de liga em solução.

Pela equação 1, observa-se a influência do carbono, manganês e níquel na redução da temperatura  $Ms$ . Deve-se lembrar, porém, que isso é uma simplificação e que, na realidade, a maioria dos elementos de liga em solução sólida na austenita abaixa a temperatura  $Ms$ .

A equação 2 mostra que o intervalo de temperatura inicial e final da transformação martensítica é constante e igual a 150°C, ao contrário da temperatura  $Ms$ , que é dependente dos elementos de liga solubilizados na austenita.

Os resultados obtidos da temperatura  $Ms$ , mostraram-se invariável em relação às taxas de resfriamento, conforme observado por Leem (Leem et al., 2001), para taxas entre 0 e 50°C/s.

**Tabela 4** - Valores de  $Ms$  e  $Mf$  calculados.

Liga	$Ms$ (°C)	$Mf$ (°C)
13Cr2Ni0,1C	256	106

### 4. Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP pelo suporte financeiro ao Projeto de Auxílio à Pesquisa Processo N° 05/59183-0.

## 5. Referências bibliográficas

- DELEU, E., DHOOGHE, A., DUFRANE, J.J. Weldability and hot deformability of different supermartensitic stainless steel grades by weld simulation testing. In: Supermartensitic Stainless Steel 99, Bélgica. *Anais...* p. 232-240, 1999.
- FOLKARD, E. *Welding Metallurgy of Stainless Steels*. New York, Wiem: Springer Verfaf, 1988, p. 98-181
- KONDO, K., UEDA, M., OGAWA, K., AMAYA, H., HIRATA, H., TAKABE, H., MIYAZAKI, Y. Alloy design of super 13Cr martensitic stainless steel (Development of super 13Cr martensitic stainless steel for line pipe-1). In: Supermartensitic Stainless Steels 99, Bélgica. *Anais...* p. 11-18, 1999.
- LEEM, DONG-SEOL et al. Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation off martensite to austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel. *Scripta Materialia*, v. 45, p. 767-772, 2001.
- PARK, J. Y., PARK, Y.S. The effects of heat treatment parameters on corrosion resistance and phase transformation of 14Cr-3Mo martensitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, p. 1131-1134, 2007.
- SMOLENKA, H. et al. Influence of 12%Cr martensitic steel quality on power generation equipment reliability. *Inzynieria Materialowa*, v. NR-5, p. 857-860, 2001.
- STRAUBE, H. Developments for additional improvement of low carbon martensitic Cr-Ni stainless steels. Conference on Materials Development in Turbo Machinery Design. Cambridge, UK. *Anais...* p. 12-14, 1988.
- TOUSSAINT, P., VAN DER WINDEN, H. Vices and virtues of supermartensitic stainless steels, In: Stainless Steel World 2001. *Anais...* p. 9-16, 2001.
- TOUSSAINT, P., DUFRANE, J. Advances in the making and base material properties of supermartensitic stainless steels (SMSS). In: Supermartensitics 2002, Bélgica. *Anais...* p. 23-27, 2002.

Artigo recebido em 24/06/2009 e aprovado em 19/01/2010.

Descubra as muitas informações da:  
**Geologia, Mineração,  
Metalurgia & Materiais  
e Engenharia Civil.**



**Assine e  
publique  
na Rem**

Conheça o nosso site: **www.rem.com.br**