

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO CA15

Neide A. Mariano*

Jefferson Fonseca*

Eloy Strobel Filho*

*Universidade São Francisco - USF

Rua Alexandre R. Barbosa, 45, Itatiba, SP, CEP 13251-900

neide.mariano@saofrancisco.edu.br

Resumo. *Os aços inoxidáveis martensíticos com no máximo de 11,5% em peso de cromo apresentam estrutura austenítica a elevadas temperaturas (950-1000°C), que se transforma em martensítica quando resfriado convenientemente até temperatura ambiente. Porém, o controle dos ciclos térmicos utilizados nos tratamentos térmicos de têmpera e de revenimento são de extrema importância, pois estudos têm mostrado que a perda de resistência mecânica e à corrosão dessas ligas podem ser atribuída à precipitação de carbonetos durante o revenimento. Os resultados obtidos poderão contribuir de maneira significativa no entendimento e resolução de problemas vinculados ao controle da produção desses aços. Essas ligas são utilizadas como matéria prima para a construção de turbinas, carcaça e rotores de bombas e equipamentos empregados na exploração e extração de petróleo. Este trabalho teve como objetivo caracterizar a microestrutura, via microscopia ótica e eletrônica de varredura, do aço inoxidável martensítico CA15, nas condições como recebido (bruta fusão) e tratado termicamente, assim como determinar as propriedades mecânicas após tratamento térmico. Os resultados foram comparados com as normas de fabricação e observou-se concordância.*

Palavras chaves: *aço inoxidável martensítico, CA15, microestrutura, propriedade mecânica*

1. INTRODUÇÃO

Desde a descoberta dos aços inoxidáveis, por volta de 1912, muitas modificações tanto na composição química como na microestrutura e propriedades mecânicas e físicas foram pesquisadas, com o intuito de melhorar seu desempenho quanto à resistência mecânica, resistência à corrosão, resistência ao desgaste, soldabilidade e aplicabilidade, conforme Peckner⁽¹⁾.

O setor de produção e instalações de equipamentos para a indústria de extração de petróleo têm utilizado, de forma crescente, os aços inoxidáveis martensíticos, pois esses materiais estão se tornando uma alternativa prática e econômica para substituir os aços carbono e parte dos inoxidáveis duplex como linha de escoamento nas indústrias de petróleo, principalmente devido a combinação de suas propriedades mecânica e de resistência à corrosão em meios aquosos contendo íons cloreto e CO₂, conforme Shimoto⁽²⁾, Miyata⁽³⁾ e Rogne⁽⁴⁾.

Entretanto, essas propriedades podem ser seriamente prejudicadas em função da precipitação de fases complexas (em geral ricas em cromo), na temperatura de serviço ou durante o seu processamento. Assim, se faz necessário um estudo da resistência à corrosão em meios contendo íons cloretos, dos aços

inoxidáveis martensíticos após a realização dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, Tavares⁽⁵⁾ e Pryds⁽⁶⁾.

Após o processo de solidificação os aços inoxidáveis martensíticos são temperados para melhorar as propriedades mecânicas, porém, uma alta temperabilidade pode acarretar dificuldades em aplicações que requerem usinabilidade e soldabilidade, vindo a prejudicar o desempenho desses materiais. Dessa forma, o controle dos ciclos térmicos utilizados nos tratamentos térmicos de têmpera, alívio de tensão e de revenimento, são de grande importância.

Após a têmpera, realiza-se um tratamento térmico de alívio de tensões, geralmente em torno de 150-400°C, de modo a evitar a precipitação de carbonetos e não afetar as propriedades mecânicas do material. Temperaturas de revenimento na faixa entre 450-600°C, podem prejudicar tanto a resistência ao impacto como a resistência à corrosão. Assim, recomenda-se utilizar temperaturas de revenimento fora dessa faixa crítica. Estudos mostram que essa perda de resistência à corrosão pode ser atribuída à precipitação de carbonetos durante o revenimento, e que o mecanismo envolvido é semelhante ao da sensibilização, que ocorre nos aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, conforme Yang⁽⁷⁾ e Hoffmeister⁽⁸⁾.

A liga proposta neste trabalho é do tipo CA-15 conforme a norma ASTM⁽⁹⁾, e são ligas geralmente empregadas na fabricação de componentes de bomba, utilizadas na exploração de petróleo em ambiente marinho e serviços que necessitam de materiais com características de resistência à corrosão associada à resistência mecânica e ao desgaste.

Este trabalho teve como objetivo caracterizar a microestrutura, via microscopia ótica e eletrônica de varredura, do aço inoxidável martensítico CA15, nas condições como recebido (bruta fusão) e tratado termicamente, assim como determinar as propriedades mecânicas após tratamento térmico.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A Tabela 1 apresenta a composição química nominal da liga em estudo. A análise química foi fornecida pela empresa que doou o material.

Tabela 1. Composição química nominal do aço inoxidável martensítico em (% peso)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	V
0,06	0,93	0,66	0,026	0,014	12,64	0,31	1,84	0,05	0,05

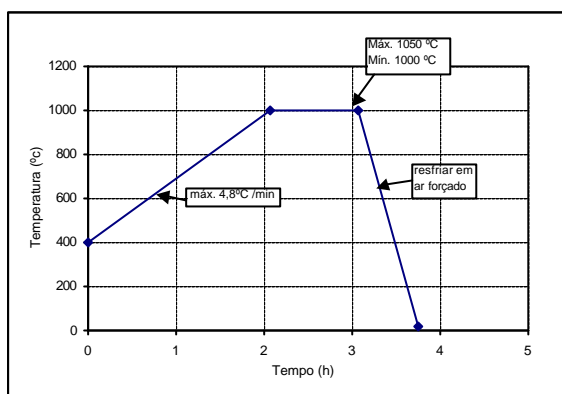
Os corpos de prova foram tratados termicamente nas condições indicadas na Figura 1. As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV), nas condições de bruta fusão e após tratamento térmico final, para avaliar a morfologia da microestrutura.

A análise qualitativa, para identificar os elementos presentes na microestrutura nas condições citadas, foi realizada utilizando a técnica de espectrometria por dispersão de energia de raios-X (EDS), a qual, é acoplada ao MEV.

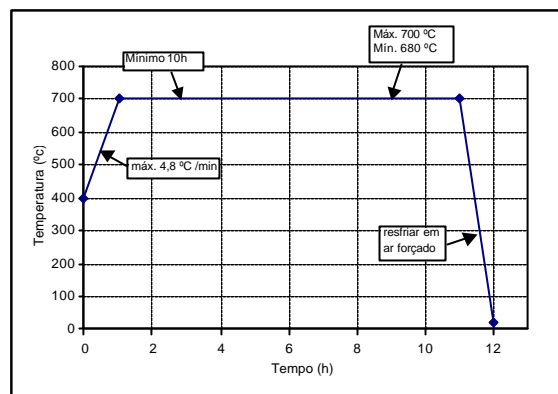
Para revelar a microestrutura da liga foi realizado um ataque químico por imersão a temperatura ambiente e o reagente químico empregado foi o Villela (50ml de HCl e 10g de ácido pícrico em 1000ml de álcool etílico).

Os parâmetros mecânicos: limite de resistência à tração (σ_R), limite de escoamento para 0,2% de deformação (σ_E), deformação total no alongamento (ϵ_t) e redução de área (RA), foram obtidos através de ensaios de tração para o material na condição após os tratamentos.

As medidas de dureza foram realizadas em Rockweell C, e um mínimo de cinco impressões foram realizadas sobre a superfície das amostras, nas condições de bruta fusão e tratada termicamente.



(a)



(b)

Figura 1. Gráfico do tratamento térmico realizado na liga. (a) austenitização; (b) revenimento. Ambos com posterior resfriamento ao ar

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

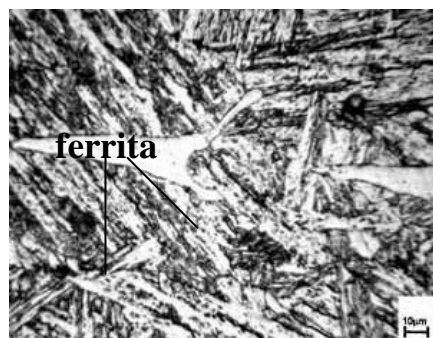
Observa-se pela Figura 2 que a morfologia da microestrutura da liga na condição de bruta fusão, obtidas por microscopia ótica, não apresenta variação significativa nas direções transversal e longitudinal do corpo de prova. Além disso, nota-se ilhas de ferrita delta em dispersão e com prováveis carbonetos precipitados em contornos de grãos. Na Figura 2b por estar com um aumento maior foi possível detectar a presença de defeitos de fundição como micro-rechupes espalhados pela matriz.

No que se refere à quantidade de ferrita delta retida no material fundido, sabe-se que com o decréscimo da velocidade de resfriamento há um maior tempo para a ferrita se decompor, transformando-se em austenita e por conseguinte em martensita, mantendo-se na ordem de 5%.

Dessa forma, depois que a solidificação foi completada, a microestrutura desse aço foi constituída principalmente de martensita macia com pequenas quantidades de ferrita delta. Além destas fases, verificou-se também, em menores proporções, a presença de carbonetos que se precipitaram durante a solidificação, essas fases também foram observadas por Bilmes⁽¹⁰⁾.



(a)



(b)

Figura 2. Fotomicrografia da liga na condição de bruta fusão, obtida por microscopia ótica. Ataque químico Villela. (a) seção transversal do corpo de prova; (b) seção longitudinal do corpo de prova

A presença de ferrita delta, de uma maneira geral, nos aços inoxidáveis, está associada a menores valores de tenacidade, apesar da ferrita ser dúctil e tenaz, ela quase não dissolve carbono em sua matriz e durante um resfriamento mais lento pode formar precipitados em seu contorno, sendo esta na

verdade, a principal razão que leva a diminuir a tenacidade do material. A Figura 3a mostra a morfologia da microestrutura de bruta fusão obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e observa-se um intenso arrancamento de precipitados na matriz (proveniente do lixamento/polimento das amostras), provavelmente carbonetos precipitados.

Foram realizadas microanálises por EDS, na inclusão presente na microestrutura e na região da matriz da amostra, conforme mostram as Figura 3b e 3c. Na inclusão foram identificados os elementos silício, fósforo, titânio e manganês e na matriz basicamente foi observado os elementos de composição da liga ferro, cromo e níquel.

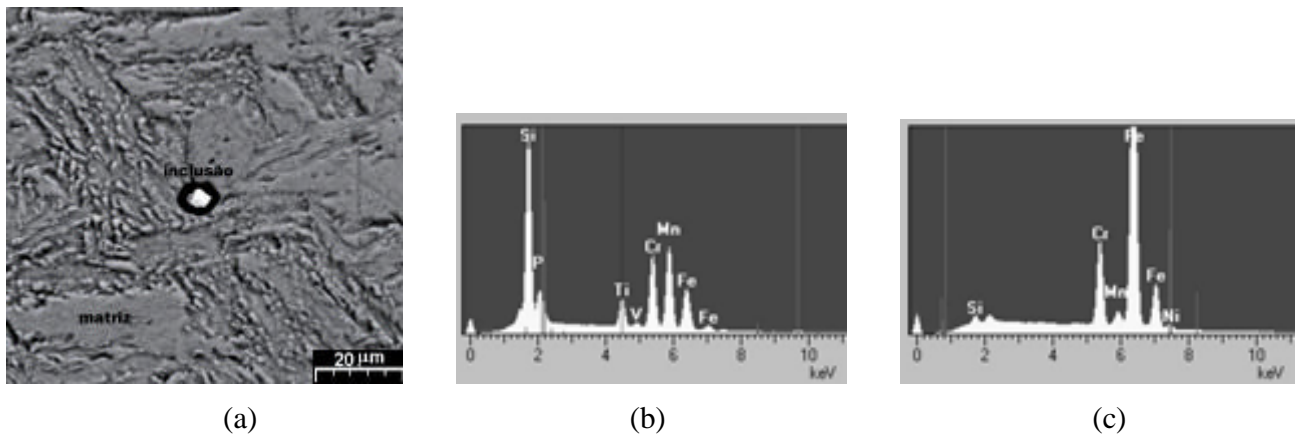


Figura 3- (a) Fotomicrografia obtida por MEV, da liga na condição de bruta fusão, secção longitudinal do corpo de prova.. (b) Espectro do EDS da inclusão. (c) Espectro do EDS da matriz

A Figura 4 mostra as fotomicrografias da amostra na condição tratada termicamente, obtidas por microscopia ótica e MEV. Observa-se que a morfologia da microestrutura da liga não sofreu variação significativa nas direções transversal e longitudinal do corpo de prova e observa-se uma matriz martensítica e ferrita delta em rede, com carbonetos precipitados (região escura), no contorno da ferrita delta.

Foram realizados EDS na matriz e na região da ferrita, nas posições indicadas na Figura 4c, e os resultados estão apresentados na Figura 5a e 5b, observa-se em ambas os elementos Cr; Mn; Fe; Ni e Si, porém na região da matriz é observado uma intensidade maior para os elementos Fe e Cr, o que era esperado. Também foram realizados EDS na inclusão 1, indicada na fotomicrografia da Figura 4d e os resultados estão apresentados na Figura 5c, e observou-se que a inclusão 1 é rica em fósforo, provavelmente oriundo da matéria prima para a fundição.

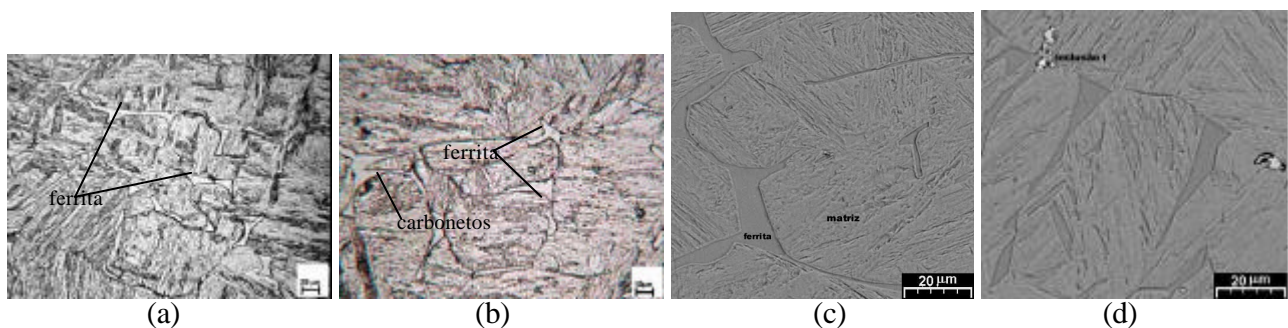


Figura 4. Fotomicrografia da liga tratada termicamente. Obtida por microscopia ótica: (a) secção transversal do corpo de prova; (b) secção longitudinal do corpo de prova. Obtida por MEV: (c) secção transversal do corpo de prova. (d) secção longitudinal do corpo de prova. Ataque químico Villela

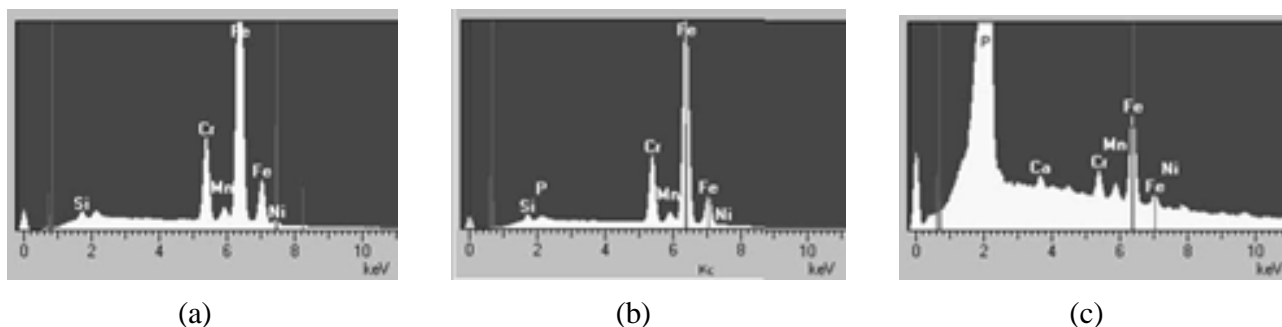


Figura 5- Espectro de EDS dos elementos presente na microestrutura da liga tratada termicamente. (a) espectro realizado na matriz. (b) espectro realizado na região da ferrita. (c) espectro realizado na inclusão 1.

Foi determinada a dureza da liga nas condições de bruta fusão e após tratamentos térmico, e os resultados obtidos foram 21 e 37 HRC, respectivamente.

Os parâmetros mecânicos foram obtidos através de ensaios de tração para o material na condição após os tratamentos e os resultados estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Parâmetros mecânicos do aço

	σ_R (Kgf/mm ²)	σ_E (Kgf/mm ²)	ϵ_t (%)	RA (%)
Experimental	75	56	11	30
ASTM ⁽¹¹⁾	63	46	18	30

4. CONCLUSÕES

As condições utilizadas no tratamento térmico foram adequadas para obter a microestrutura desejada, e os parâmetros mecânicos estão de acordo com o especificado pela norma de fabricação do aço. A microestrutura desse aço foi constituída principalmente de martensita macia com pequenas quantidades de ferrita delta, verificou-se também a presença de carbonetos que se precipitaram durante a solidificação. A presença de ferrita delta, de uma maneira geral, nos aços inoxidáveis, está associada a menores valores de tenacidade, porém apesar da ferrita ser dúctil e tenaz, ela quase não dissolve carbono em sua matriz e durante um resfriamento mais lento forma precipitados em seu contorno, levando a uma diminuição na tenacidade do material e um aumento da dureza.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP pelo suporte financeiro ao Projeto de Auxílio à Pesquisa Processo N° 02/04827-2 e ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS.

6. REFERÊNCIAS

1. PECKNER, D.; BERNSTEIN, I.M. **Handbook of Stainless Steels**. 1 ed. New York, McGraw-Hill, 1977. 240p.
2. SHIMOTO, M. et al. Formation of nanosized martensite particles in stainless steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32A, p.261-265, feb., 2001
3. MIYATA, M.K. et al. Martensitic stainless steel seamless linepipe with superior weldability and CO₂ corrosion resistance. **Corrosion**, n.19, p.1-19, 1997.

4. ROGNE, T.; BJORDAL, M. Testing of welded 13%Cr grades martensitic stainless steels for sour service applications. **Corrosion** n.62, p.1-12, 1997.
5. TAVARES, S.S.M. et al. Magnetic properties of an AISI 420 martensitic stainless steel. **Journal of alloys and compounds**, v.312, p.307, 2000.
6. PRYDS, N.H.; HVANG, X. The effect of cooling rate on the microstructures formed during solidification of ferritic steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31A, dec., p.3155-3166, 2000.
7. YANG, W. et al. Freckle criteria for the upward directional solidification of alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32A, p.397-406, feb., 2001.
8. HOFFMEISTER, H.; REUTER, L. Material properties of as delivered and quenched modified martensitic stainless steels dependent on hydrogen concentration. In: **Supermartensitic Stainless Steels**, S99-31, p.264-271, 1999.
9. ASTM **Standard specification for steel castings, general requirements, for pressure-containing parts**. Designation A743/A743M-99. In: Annual Book of ASTM Standards. Philadelphia., 1999
10. BILMES, P.D. et al. Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-Ni-Mo martensitic steel weld metals. **Materials Characterization**, v. 46, p. 285-296, 2001.
11. ASTM **Standard specification for casting, iron-chromium, iron-chromium-nickel, corrosion resistant, for general application** Designation A743/A743M-91. In: Annual Book of ASTM Standards. Philadelphia, 1998.

MARTENSITIC STAINLESS STEEL CA15 MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION

Neide A. Mariano*
Jefferson Fonseca*
Eloy Strobel Filho*

*Universidade São Francisco - USF
 Rua Alexandre R. Barbosa, 45, Itatiba, SP, CEP 13251-900
neide.mariano@saofrancisco.edu.br

Abstract. *The martensitic stainless steels CA15 with maximum of 11,5% in chromium weight present austenitic structure to high temperatures (950–1000°C), that is transformed in martensitic when properly cooled until room temperature. However, the thermal cycles control used in quenching and tempering thermal treatment are extremelly important because studies have been showed that the loss of mechanical resistance and the corrosion in these alloys can be assigned to carbides precipitation during the tempering. The results that will be obtained can contribute significantly to understand and solve problems entailed to the production control of these steels. These alloys are used as raw material for turbines, pump case and pump rotors production and equipments applied to petroleum exploration and extraction. This work has the objective to characterize the microstructure by scanning electronic and optical microscopy, the of martensitic stainless steel as thermically treated and received (cast) and to determine the mechanical properties after thermal treatment. The results were compared with the production norms and concordance was observed.*

Keywords: *martensitic stainless steel, CA15, microstructure, mechanical property.*