

Tema: Metalurgia física e comportamento de materiais em temperaturas elevadas

EFEITO DO TEMPO ENTRE PASSES NA INTERAÇÃO RECRISTALIZAÇÃO- PRECIPITAÇÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO COM ALTO TEOR DE NÍÓBIO E NITROGÊNIO*

Mariana Beatriz dos Reis Silva¹
 Juno Gallego²
 José Maria Cabrera Marrero³
 Oscar Balancin⁴
 Alberto Moreira Jorge Júnior⁵

Resumo

Neste trabalho foi avaliada a influência do tempo entre passes na interação entre precipitação e recristalização durante o processamento termomecânico do aço ISO 5832-9. A evolução da microestrutura foi investigada por microscopia ótica, eletrônica de transmissão e EBSD. Observou-se que quanto menor o tempo entre passes, maiores foram as tensões necessárias para promover a deformação e menores foram os tamanhos dos grãos e precipitados obtidos. Somente precipitados de TiNbN foram encontrados após o encharque e NbCrN durante o processamento. O material sofre recristalização dinâmica e partículas de 50 nm foram efetivas no ancoramento dos contornos de grãos e discordâncias.

Palavras-chave: Aço inoxidável; MET; Interação recristalização-precipitação; Nióbio.

EFFECT OF INTERPASS TIME ON RECRYSTALLIZATION-PRECIPITATION INTERACTION OF HIGH NIOBIUM AND NITROGEN AUSTENITIC STAINLESS STEEL

Abstract

In this work it was investigated the influence of interpass time on recrystallization-precipitation interaction during thermomechanical processing of the ISO 5832-9 steel. The microstructure evolution was investigated by optical microscopy, transmission electron microscopy and EBSD. The results show that smaller the interpass time, higher is the stress level and smaller are the grain and precipitate sizes. Only TiNbN precipitates were found after soaking and NbCrN during processing. The material dynamically recrystallizes and particles of 50 nm were effective in pinning grain boundaries and dislocations.

Keywords: Stainless steel; TEM; Interaction recrystallization-precipitation; Niobium.

- ¹ Química, Mestre, Estudante de Doutorado, Departamento de Engenharia de Materiais, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.
- ² Engenheiro Mecânico, Doutor, Professor, Departamento de Engenharia Mecânica, Unesp, Ilha Solteira, SP, Brasil.
- ³ Engenheiro Industrial, Doutor, Professor, Departamento de Ciências dos Materiais e Engenharia Metalúrgica, UPC, Barcelona e Fundação CTM Centro de Tecnologia, Manresa, Espanha.
- ⁴ Físico, Doutor, Professor, Departamento de Engenharia de Materiais, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.
- ⁵ Engenheiro Elétrico, Doutor, Professor, Departamento de Engenharia de Materiais, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos são amplamente utilizados devido a uma combinação favorável de propriedades, tais como: resistência à corrosão e à oxidação, resistência mecânica a quente, trabalhabilidade e soldabilidade; representando uma parcela significativa da produção mundial de ligas metálicas. Dentro desta classe de aços encontram-se os aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio, que melhoram nas propriedades de resistências devido ao endurecimento por solução sólida [1].

As propriedades desses materiais são determinadas pela matriz austenítica e pelas numerosas fases que podem ser formadas, tais como: carbonetos, fases intermetálicas e nitretos. A quantidade, tamanho, distribuição e a morfologia dessas fases têm influência marcante nas propriedades do material [2]. A presença de pequenos precipitados, com pequeno espaçamento entre eles, tende a ancorar contornos de grãos e inibir a recristalização estática e dinâmica, enquanto que o coalescimento de tais precipitados pode deteriorar as propriedades de resistência à fadiga e à corrosão do material [3].

Além da precipitação, o arraste de soluto pode reduzir a mobilidade dos contornos de grãos e subgrãos durante o processo de recristalização. É bem conhecido que o nióbio é o elemento com maior poder de retardar a recristalização estática [4]. A utilização de nióbio em aços microligados tem sido bastante estudada. Também, este elemento vem sendo usado na fabricação de aços inoxidáveis, no entanto, ainda existe a necessidade do melhor entendimento do papel do nióbio em solução sólida e na formação de precipitados.

O refinamento de grãos em metais e ligas por meio do trabalho a quente tem grande importância prática porque melhora várias propriedades dos produtos manufaturados. Recentemente o conhecimento metalúrgico dos aços inoxidáveis tem aumentado significativamente, entretanto o controle microestrutural por processamento termomecânico ainda deixa a desejar na área de aços inoxidáveis quando comparado com aços carbono de baixa e alta liga [1].

Entender o comportamento dos aços em altas temperaturas é necessário para controlar o processo e dimensionar com precisão os produtos laminados e forjados bem como as propriedades finais dos materiais. Neste trabalho, objetivando o refinamento de grão, procurou-se analisar a influência do tempo entre passes na interação recristalização-precipitação de um aço austenítico com alto teor de Nb e N.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, usado neste trabalho, foi fornecido pela Villares Metals e sua composição química é apresentada na Tabela 1. O aço foi previamente laminado na forma de barras com diâmetro de 20 mm, recozido a 1030°C por 60min e resfriado em água. Corpos de prova foram confeccionados a partir deste material, com diâmetro e comprimento úteis de 10 mm. Os ensaios mecânicos foram realizados em uma máquina de torção a quente do Laboratório de Tratamentos Termomecânicos do DEMa-UFSCar. As amostras foram aquecidas em um forno de indução, acoplado diretamente à máquina. A temperatura foi medida utilizando um pirômetro ótico.

A interação precipitação-recristalização foi analisada através de ensaios de torção a quente com múltiplas deformações em resfriamento contínuo, simulando o processamento industrial. As amostras foram aquecidas até 1250°C com uma taxa

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

de 5,5°C/s e mantidos nessa temperatura por 300 s. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a sucessivos passes com deformação verdadeira (ϵ) de 0,3 e taxa de deformação constante de 1,0s⁻¹. Os ensaios foram interrompidos antes da T_{nr} (após o 2º e 6º passe) e após a T_{nr} (após 12º ou 13º passe) e com tempo entre passes de 5, 20 ou 50 s. As taxas de resfriamento foram de 240 (5 s), 60 (20 s) e 24°C/min (5s), de modo que em um determinado passe as amostras estavam na mesma temperatura, e após a interrupção da última deformação, as amostras foram temperadas em água.

Tabela 1. Composição química do aço ISO 5832-9, fornecida pelo fabricante (% em massa)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu	N	Nb	V	Ti	Fe
0,031	0,38	3,98	10,43	20,43	2,46	0,0018	0,022	0,12	0,35	0,28	0,12	0,005	bal.

As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica, difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), sendo a microestrutura observada no plano longitudinal, abaixo da superfície deformada. As análises de MET foram realizadas em um equipamento FEI TECNAI G2-F20 (200KV). As amostras foram polidas e atacadas eletroliticamente com solução de HNO₃ (65%) para as análises óticas e por réplicas de carbono. Amostras de lâminas finas foram preparadas por polimento eletrolítico utilizando uma solução de ácido acético (95%) e ácido perclórico (5%).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra a sobreposição das curvas experimentais dos ensaios de torção realizados com sequência de passes em resfriamento contínuo com deformação de 0,3, após o reaquecimento a 1250°C, com intervalos de 50, 20 e 5 s e com até 13 passes de deformação. De maneira geral observa-se que a tensão aumenta com a evolução da sequência de deformações, sendo que esse aumento é mais acentuado em temperaturas mais baixas. Conforme a amostra vai sendo deformada, há um aumento no nível de tensão, sendo que este aumento, em geral, é associado ao resfriamento. No entanto, em temperaturas mais baixas o aumento é mais acentuado devido à resistência do material com a queda de temperatura e também pela ação simultânea de mecanismos de endurecimento como o acúmulo de discordâncias ancoradas por precipitados, que passa a ser expressiva abaixo da T_{nr} (temperatura de não-recristalização). Nas condições analisadas neste trabalho, a T_{nr} está em média em torno de 1100°C.

A sobreposição das curvas mostra que nos dois primeiros passes a tensão necessária para deformar o material é praticamente a mesma, independentemente do tempo entre passes. Do terceiro até o sexto passe nota-se uma diferença nos níveis de tensões sendo que quanto menor o tempo entre passes maior é a tensão, e à medida que o número de passes aumenta, maior é a diferença. Do sétimo ao décimo passe verificam-se valores parecidos para as amostras com 50 e 20 s, que diferem significativamente da outra curva, com 5 s. Esta última exige, em média, 30 MPa de tensão a mais para ser deformada. A partir do 10º passe a tensão é ligeiramente maior para a amostra com um intervalo de 20s do que a com 50 s, e estas ainda permanecem com uma diferença significativa em relação à amostra com 5 s. Com um menor intervalo entre passes tem-se que o amaciamento é menor, permitindo maior acúmulo de deformação mesmo em temperaturas elevadas.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

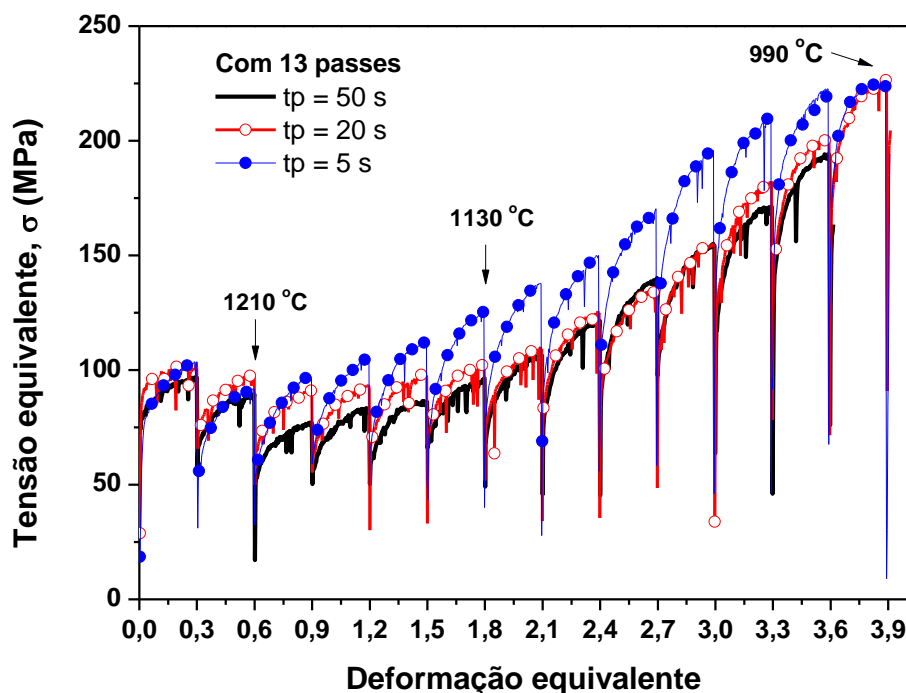


Figura 1. Sobreposição das curvas de escoamento plástico obtidas em resfriamento contínuo com deformações múltiplas de 0,3 e tempo entre passes de 50, 20 e 5s.

A Figura 2 mostra as micrografias óticas obtidas após a interrupção no segundo, sexto e após a T_{nr} , no 12º ou 13º passe para os tempos de 50, 20 e 5s. Após 2 passes de deformação as amostras com maiores intervalos apresentaram tamanho de grão médio em torno de 30 μm . Os grãos da amostra com 5 s mostraram se menores e não apresentam crescimento anormal. No sexto passe, nota-se nas micrografias que o tempo entre passes já passa a influenciar significativamente no tamanho de grão, sendo que quanto menor o intervalo entre passes menor é o diâmetro dos grãos. Após a T_{nr} , observou-se também que o refinamento dos grãos foi maior quanto menor o intervalo entre passes.

A Figura 3 apresenta as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão utilizando o método de extração por réplicas de carbono para análises dos precipitados. Nesta figura são apresentadas as micrografias capturadas com baixo aumento, visando comparar o grau de intensidade da precipitação. No entanto, para a contagem dos precipitados (pelo menos 200) foram utilizados aumentos maiores, sendo que estas análises serviram para a obtenção de informações como densidade de partículas e fração volumétrica, que são posteriormente apresentadas na Tabela 2.

De modo geral, observa-se que as amostras com 2 e 6 passes apresentaram maior quantidade de precipitados grandes ($> 100 \text{ nm}$) tendo poucos precipitados por área analisada e que a precipitação é intensa após a T_{nr} (12º ou 13º passes), com porcentagens expressivas de precipitados pequenos ($< 50 \text{ nm}$). Foram encontrados precipitados de diferentes formatos (esféricos, alongados e quadrados) em uma ampla faixa de tamanhos.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

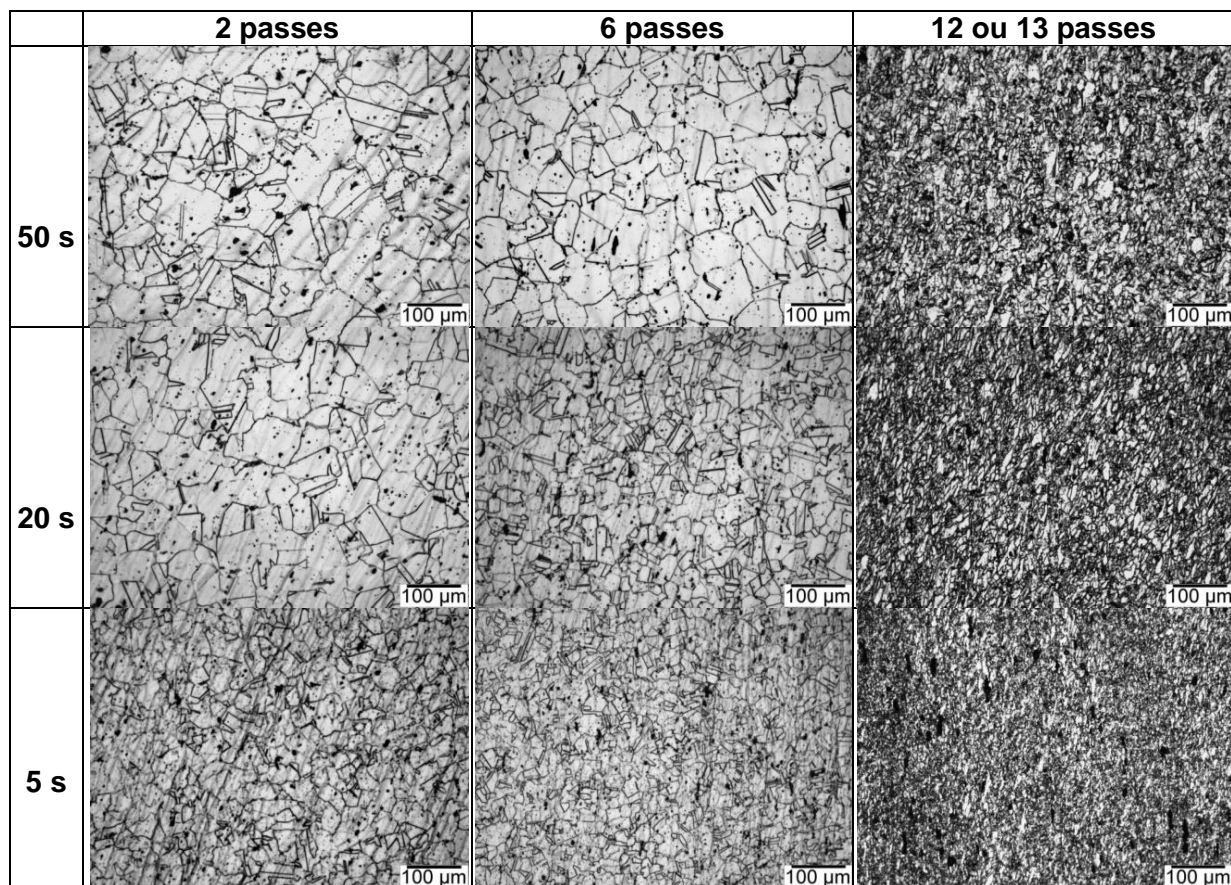


Figura 2. Micrografias óticas do material após 2º, 6º e 12º (ou 13º) passes com tempo entre passes de 50, 20 e 5s

Conforme mencionado anteriormente, a Tabela 2 sumariza as principais informações obtidas dos experimentos nos diferentes tempos entre passes em comparação com as amostras como recebida e após o encharque. Análises de EBSD foram realizadas com o objetivo de analisar a fração recristalizada em cada condição e também permitiram observar mais detalhadamente a microestrutura, mostrando se os grãos estavam deformados ou não. No entanto, aqui será somente apresentada a fração recristalizada. A fração volumétrica foi calculada utilizando o método proposto por Maniar [5].

O tamanho médio de grão foi determinado considerando-se ao menos 400 grãos e observou-se que os valores diminuem à medida que as deformações são aplicadas e à medida que o tempo entre passes diminui, não tendo variação significativa nos valores médios nas duas primeiras deformações. O tamanho dos precipitados segue a mesma tendência dos grãos, porém a amostra com 2 deformações e intervalo entre passes de 50 s apresentou um valor médio maior do que o encontrado após a solubilização, o que não é surpreendente devido à elevada temperatura e ao longo tempo para o crescimento dos precipitados. A fração recristalizada mostra que com 2 e 6 passes o material ainda sofre recristalização completa e que, após a T_{nr} , a fração recristalizada é inferior a 60%, apresentando recristalização parcial.

Ainda, analisando-se conjuntamente a Figura 3 com a Tabela 2, vê-se que a densidade de partículas aumenta à medida que o processamento vai ocorrendo, sendo que com 2 e 6 passes todos os valores ficaram abaixo de 1,2 partículas/ μm^2 . Já após a T_{nr} o número de precipitados por área aumenta bastante, sendo que com o tempo de 50s a quantidade de partículas formadas é maior. As frações

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

volumétricas, de maneira geral, foram maiores em intervalos maiores e o fato das frações com 2 passes serem superiores aos com 6 passes deve-se ao fato de que com 6 deformações apesar da precipitação ser ligeiramente maior, os precipitados são menores.

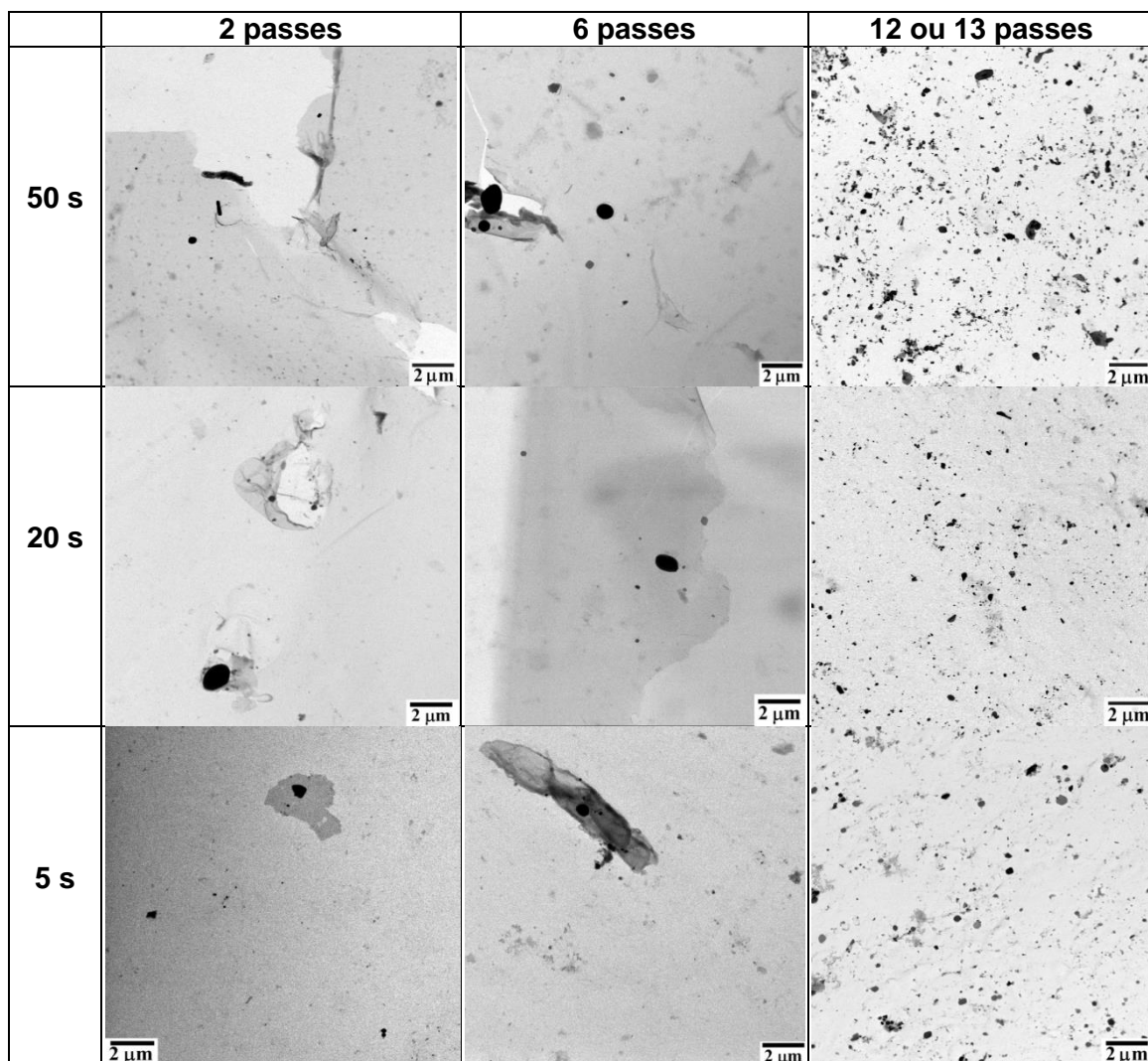


Figura 3. Micrografias (MET) dos precipitados obtidos por réplica de carbono após 2, 6 e 12 (ou 13) passes com tempo entre passes de 50, 20 e 5s.

O gráfico da Figura 4 apresenta o tamanho de grão obtido em função da fração relativa dos precipitados, separados por faixas de tamanhos, e do intervalo entre passes, mostrando que quanto maior a fração de precipitados pequenos (< 50 nm), menor é o tamanho de grão obtido ao final do processo.

Alguns precipitados extraídos por réplicas de carbono das amostras após o encharque (A) e após 12 deformações com tempo entre passes de 50 s (B) são apresentados na Figura 5. Na Tabela 3 são quantificados os elementos metálicos das partículas da Figura 5, e espectros de EDX e padrões de difração de elétrons dos precipitados 1 e 5 são apresentados na Figura 6. Verificou-se que após a solubilização, os precipitados não dissolvidos apresentavam teores significativos de nióbio e titânio e que os precipitados formados durante o processamento termomecânico eram compostos principalmente por cromo e nióbio, sendo poucos os mais ricos em Nb. Não é esperado encontrar vanádio em temperaturas elevadas

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

conforme a literatura [6] e esses valores obtidos (precipitados 1 a 4) podem ser oriundos dos picos de $Ti_{K\beta}$ e $Cr_{K\alpha}$.

Tabela 2. Dados de tamanho médio dos grãos, tamanho médio dos precipitados, fração recristalizada, densidade de partículas (ρ) e fração volumétrica dos precipitados para as amostras como recebida, após a solubilização e com tempo entre passes de 50, 20 e 5 s

		$d_{\text{grão}} (\mu\text{m})$	$d_{\text{precipitados}} (\text{nm})$	$f_{\text{recristalizada}}$	ρ (part/ μm^2)	$f_{\text{volumétrica}}$
Recebido		14,4	–	–	–	–
1250 °C/5 min		61,8	133,0	–	0,32	$0,97 \cdot 10^{-3}$
2 passes	50 s	33,3	153,8	0,81	0,57	$4,00 \cdot 10^{-3}$
	20 s	32,6	100,1	0,81	0,56	$1,80 \cdot 10^{-3}$
	5 s	25,7	95,9	0,81	0,77	$1,87 \cdot 10^{-3}$
6 passes	50 s	33,9	109,8	0,67	0,95	$2,99 \cdot 10^{-3}$
	20 s	24,2	95,7	0,75	0,99	$1,91 \cdot 10^{-3}$
	5 s	15,0	78,2	0,78	1,15	$1,34 \cdot 10^{-3}$
12 ou 13 passes	50 s	11,1	48,9	0,50	16,12	$8,51 \cdot 10^{-3}$
	20 s	9,5	38,6	0,57	14,18	$4,56 \cdot 10^{-3}$
	5 s	5,1	32,2	0,57	13,83	$2,78 \cdot 10^{-3}$

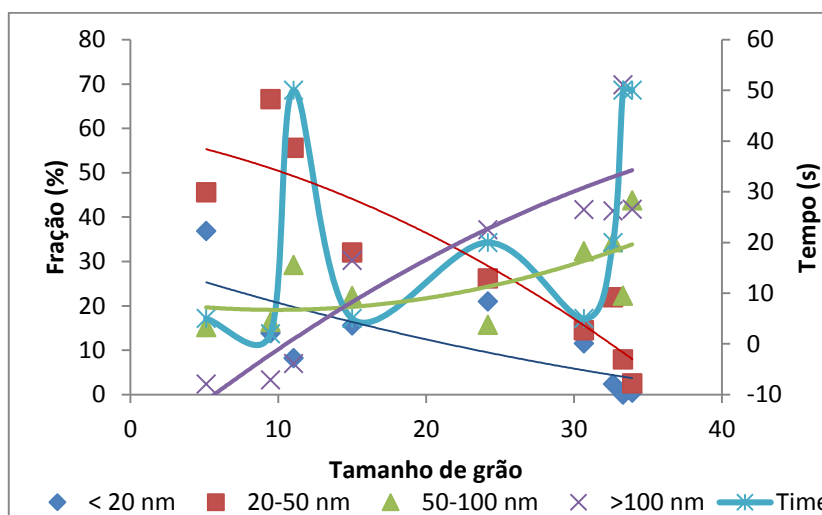


Figura 4. Gráfico do tamanho de grão em função das frações dos precipitados, separados por faixa de tamanho, e tempo entre passes.

Os espectros de EDX apresentados na Figura 6 exemplificam os picos típicos encontrados para cada tipo de precipitados, destacando-se a presença ou não do pico de Ti. Análises de difração de elétrons foram feitas para cada precipitado em pelo menos 2 eixos de zonas diferentes e a indexação dos difratogramas mostraram que os precipitados não dissolvidos durante o encharque correspondem ao nitreto de titânio-nióbio ($Ti_3Nb_7N_{10}$) com estrutura cristalina cúbica de face centrada e parâmetro de rede de 0,436 nm. Os difratogramas dos precipitados ricos em Cr e Nb

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

revelaram que se trata de um nitreto complexo com composição típica de NbCrN, conhecido como fase Z, tendo estrutura cristalina tetragonal e parâmetros de rede de $a = 0,304$ e $c = 0,739$ nm. Os resultados mostraram que, independentemente do formato das partículas, elas apresentaram composições parecidas.

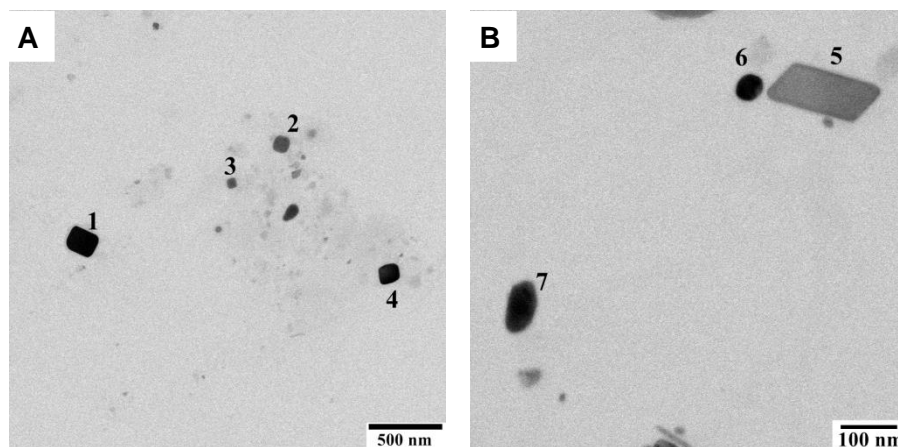


Figura 5. Micrografia de regiões da amostra após o encharque (A) e da amostra com 12 passes de deformação e tempo entre passes de 50 s (B). A numeração correspondente aos precipitados analisados por EDX e difração de elétrons (Tabela 3 e Figura 6).

A Figura 7 mostra as micrografias das amostras com 2 e 6 passes de deformações com tempo entre passes de 20 s, obtidas via difração de elétrons retroespalhados (EBSD), sendo que as amostras foram temperadas imediatamente após as deformações. O objetivo de interromper o ensaio logo após a deformação foi o de verificar se o material sofria ou não recristalização dinâmica. Nitidamente observa-se por meio dos mapas de qualidade (Figuras 7A e 7C) a presença de grãos alongados rodeado por grãos pequenos em processo de crescimento comprovando que o material recristaliza dinamicamente tanto com 2 passes quanto com 6 passes.

Tabela 3. Porcentagem atômica dos elementos metálicos dos precipitados identificados na Figura 5

	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	Mo
1	26,50	5,76	5,64	0,00	0,05	0,23	61,79	0,00
2	27,23	6,73	6,00	0,00	0,56	0,27	59,18	0,00
3	13,35	7,63	9,58	0,00	0,32	0,54	68,56	0,00
4	27,93	7,93	9,34	0,00	0,24	0,29	54,21	0,00
5	0,00	3,99	54,56	0,00	4,72	0,00	36,72	0,00
6	0,00	5,41	57,65	0,00	8,03	0,00	28,89	0,00
7	0,00	6,17	54,44	0,01	4,82	0,23	33,33	0,96

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

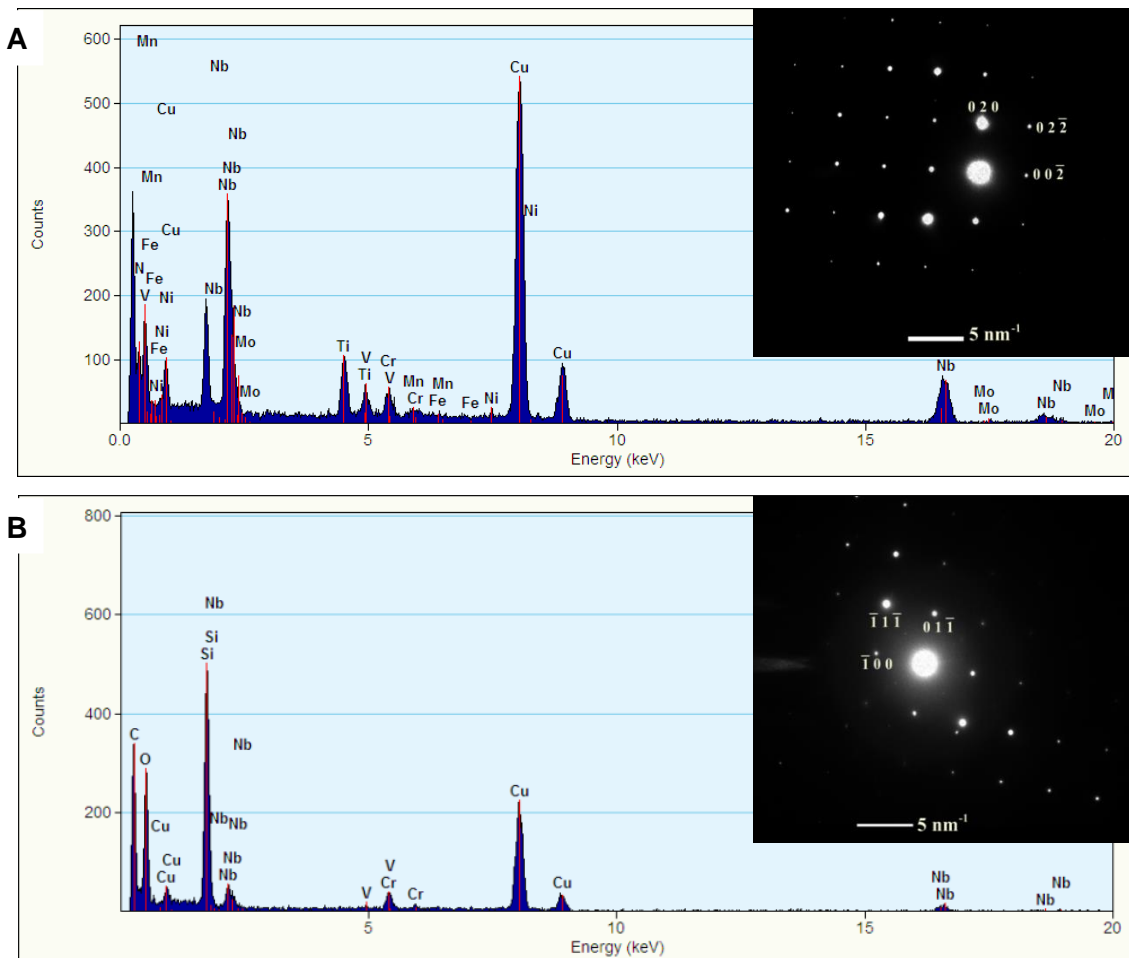


Figura 6. Análises de EDX do precipitado 1 (Figura 5.A) com difratograma na orientação próxima ao eixo de zona [100] da fase TiNbN (A); e do precipitado 5 (Figura 5.B) correspondendo a fase NbCrN e difratograma próximo ao eixo de zona (011) (B).

A deformação aplicada neste estudo foi de 0,3 e com duas deformações já se nota que o material atingiu a deformação crítica para que ocorra a recristalização dinâmica. Verifica-se também que com 6 passes a precipitação ainda não é intensa o suficiente para retardar os processos de restauração de modo a proporcionar a recristalização parcial. Contornos de baixos (linhas vermelhas) e altos (linhas azuis) ângulos são apresentados na Figura 7.B e 7.D mostrando que grande parte dos contornos é de subgrãos e a fração recristalizada é menor que 40%, para as duas condições analisadas.

Como descrito anteriormente, antes da T_{nr} os precipitados eram grandes (>100 nm) e encontravam-se no interior e nos contornos dos grãos. Análises de lâminas finas em MET são apresentadas nas Figuras 8.A a 8.D. que correspondem às amostras após a T_{nr} . A Figura 8A mostra o encontro de uma frente recristalizada com uma região não recristalizada, sendo possível observar que na região recristalizada os precipitados estão livres de discordâncias enquanto que na região não recristalizada há uma grande quantidade delas. Vale também destacar que os precipitados estão ancorando momentaneamente o contorno de grão, principalmente no canto inferior direito da imagem. Na Figura 8B observa-se uma região maclada e uma partícula em torno de 50 nm segurando contorno de grão. A interação dos precipitados com subgrãos e discordâncias é mostrada nas Figuras 8C and 8D Pesquisas em aços microligados [7] tem priorizado os precipitados menores que 15 nm afirmando que

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

estes são os realmente efetivos para retardar a recristalização. No entanto, este trabalho, onde a maioria dos precipitados está na faixa de 20 a 50 nm, mostra que eles são eficientes para atrasar os processos de recristalização.

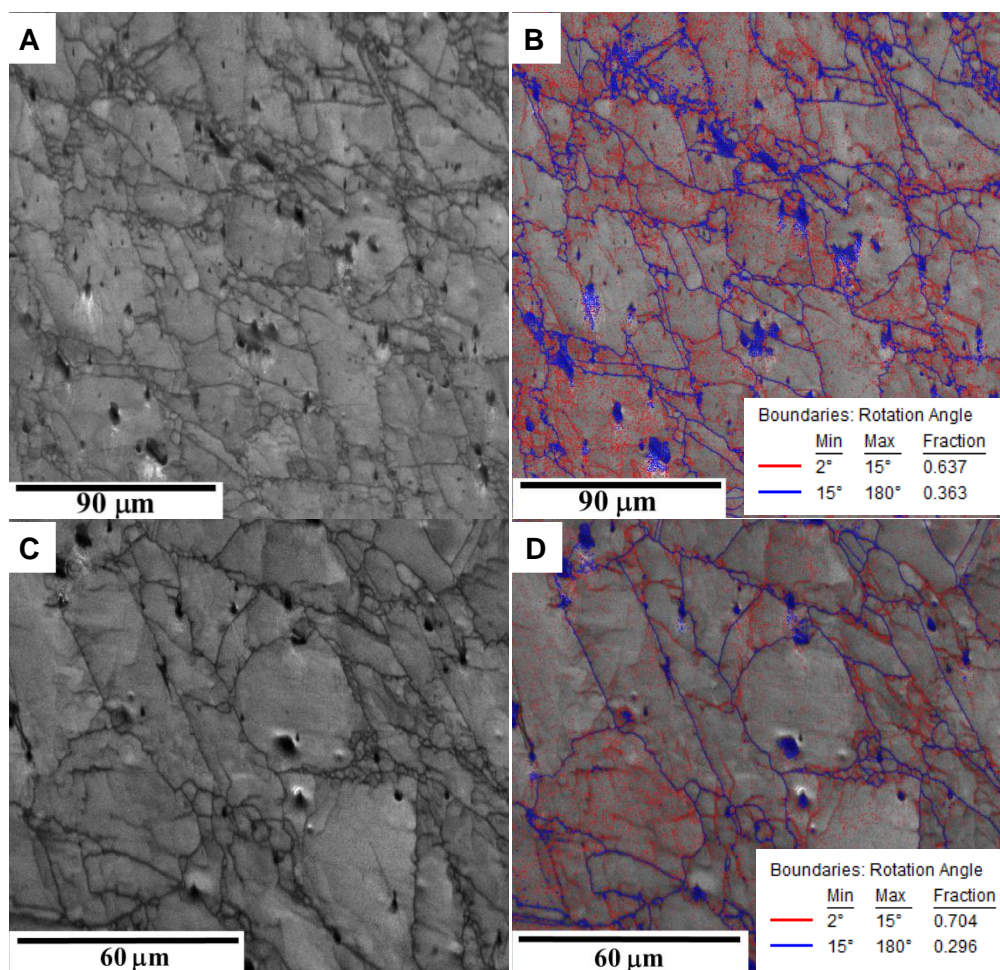


Figura 7. Mapas e dados de EBSD/OIM para a amostra imediatamente após 2 (A e B) ou 6 passes (C e D) de deformação e tempo entre passes de 20 s. Mapa de qualidade de imagem (IQ) (A e C); contornos de grãos de alto ângulo (linhas azuis), $\theta > 15^\circ$ e contornos de subgrãos, $2^\circ < \theta < 15^\circ$ (linhas vermelhas) (B e D).

Visando comparar os resultados obtidos com informações da literatura, a Tabela 4 apresenta os raios críticos calculados utilizando as equações propostas por Zener, Gladman, Hillert e Rios [8] juntamente com os raios médios medidos nas amostras analisadas. Nas equações r corresponde ao raio médio dos precipitados e f a fração volumétrica deles e, na equação de Gladman, Z é a razão entre o raio máximo dos grãos da matriz e o raio médio deles, e representa a heterogeneidade da distribuição de grão da amostra.

De modo geral, os raios críticos encontrados por meio da equação de Zener são maiores do que os obtidos neste trabalho e utilizando-se a equação proposta por Rios os raios deveriam ser bem menores. Os valores estimados através das equações de Gladman e Hillert foram os que ficaram mais próximos dos raios medidos, porém vale ressaltar que todas as equações foram baseadas em resultados experimentais de materiais puros ou ligas simples, bem diferentes deste aço que apresenta composição complexa.

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

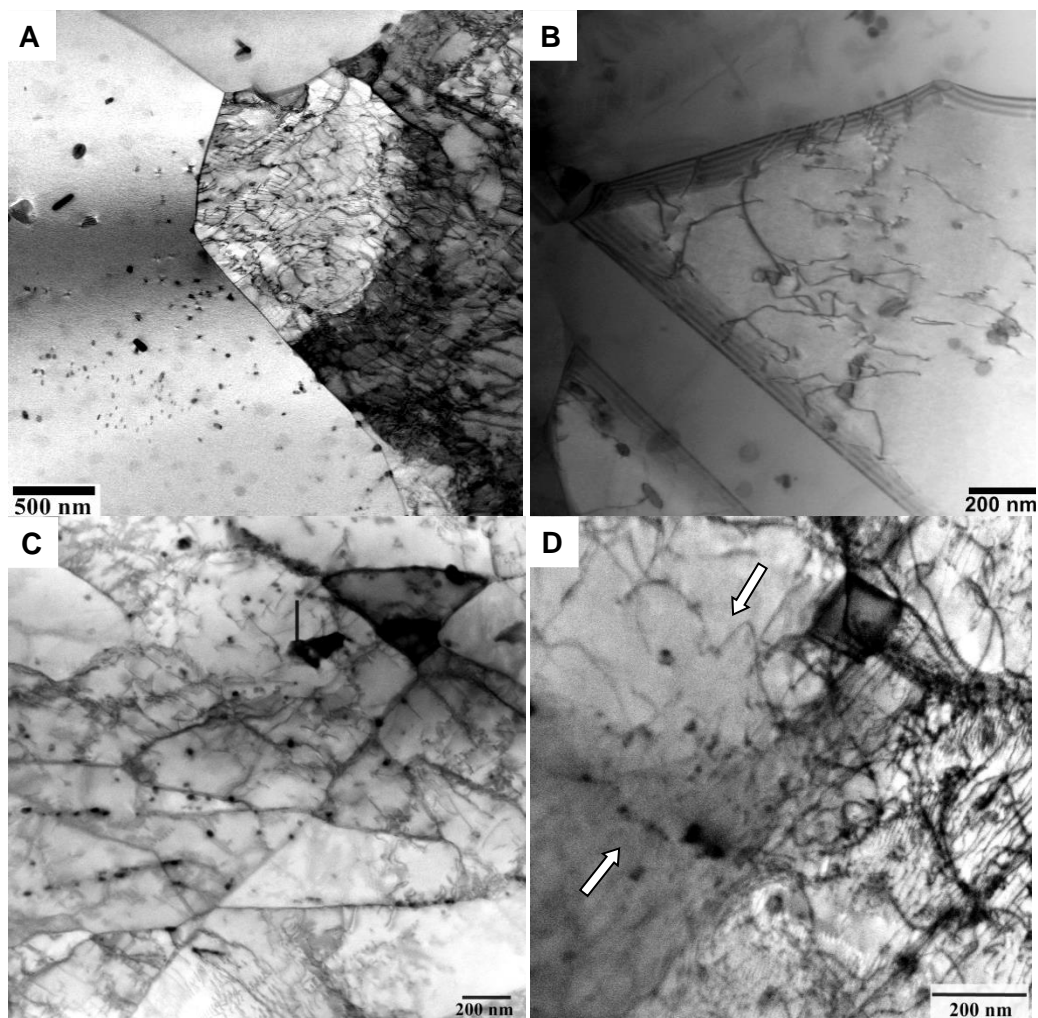


Figura 8. Micrografias no modo STEM de lâminas finas das amostras após a temperatura de não-recristalização: com $t_p = 50$ s mostrando parte recristalizada e não recristalizada (A) e o ancoramento de contorno de grão (B); e com $t_p = 20$ s exemplificando a interação dos precipitados com subgrãos (C) e discordâncias (D).

Tabela 4. Dados obtidos utilizando a fórmula de Zener, Gladman, Hillert e Rios para o cálculo do tamanho do raio crítico (R_c) em μm , para segurar contorno de grão

		R_{medido} (μm)	$R_c = 1,33 r/f$ Zener	$R_c = r/\sqrt[3]{\pi(0,25 - 0,33/Z)}$ Gladman	$R_c = 0,44r/f$ Hillert	$R_c = 0,17r/f$ Rios
1250 °C/5 min		30,9	91,6	31,9	30,2	11,7
2 passes	50 s	16,7	25,6	11,5	8,5	3,3
	20 s	16,3	48,5	20,3	16,0	6,2
	5 s	15,3	34,2	7,7	11,3	4,4
6 passes	50 s	17,0	24,5	7,9	8,1	3,1
	20 s	12,1	72,3	28,4	23,9	9,2
	5 s	7,5	38,2	13,0	12,6	4,9
12 ou 13 passes	50 s	5,5	3,8	1,6	1,3	0,5
	20 s	4,7	5,6	2,3	1,9	0,7
	5 s	2,6	7,7	2,7	2,5	1,0

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

4 CONCLUSÃO

Os resultados permitem concluir que o tempo entre passes exerce influência nos tamanhos dos grãos e dos precipitados, atuando diretamente nos processos de recristalização e de precipitação, sendo observadas diferenças significativas nos diâmetros dos grãos mesmo em temperaturas elevadas (antes da T_{nr}). Quanto menor o intervalo entre passes menor é o diâmetro dos grãos e precipitados e maior é a fração de partículas pequenas (< 50 nm), proporcionando maior refinamento microestrutural. Após o encharque uma quantidade significativa dos precipitados não foi dissolvida, e as análises de difração de elétrons e microanálises mostraram que se trata de nitretos de titânio-nióbio. Os precipitados de diferentes formas e tamanhos formados durante o processamento correspondem à fase Z (NbCrN). Os dados de EBSD mostraram que o material recristaliza-se dinamicamente e que até 6 passes de deformações, para todas as condições de tempo, a recristalização foi completa e após 12 passes, parcial. Lâminas finas comprovaram que precipitados entre 20 e 50 nm são eficientes para ancorar contornos de grão e discordâncias. Os tamanhos dos raios críticos para segurar contornos de grão, calculados por meio de equações propostas por diferentes autores, foram divergentes dos obtidos experimentalmente.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Villares Metals por fornecer o material para o estudo e também ao suporte financeiro dado pela CAPES.

REFERÊNCIAS

- 1 Maki T. Stainless steel: progress in thermomechanical treatment. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 2. 1997; 3:290-295.
- 2 Gladman T. Precipitation hardening in metals. *Materials Science and Technology*. 1999;15:30-36.
- 3 Abdollah-Zedeh A, Dunne DP. Effect of Nb on recrystallization after hot deformation in austenitic Fe-Ni-C. *ISIJ International*. 2003;43(8):1213-1218.
- 4 Vervynckt S, Verbeken K, Lopez B, Jonas JJ. Modern HSLA steels and role of non-recrystallization temperature. *International Materials Reviews*. 2012; 57(4):187-207
- 5 Seher RJ, James HM, Maniar GN. Quantitative metallography of the age hardening precipitate in superalloys by replica electron microscopy. *Symposium: American Society for testing and materials*. 1971;119-137.
- 6 Morales EV, Gallego J, Kestenbach H–J. On coherent carbonitride precipitation in commercial microalloyed steels. *Philosophical Magazine Letters*. 2003; 83(2): 79-87.
- 7 Dutta B, Valdes E, Sellars M. Mechanism and kinetics of strain induced precipitation of Nb(C,N) in austenite. *Acta Metall. Mater*. 1992;40(4):653-662.
- 8 Manohar PA, Ferry M, Chandra, T. Five decades of the Zener equation. *ISIJ International*. 1998; 38(9): 913-924.

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*