

## EVIDÊNCIA DA PRECIPITAÇÃO DA FASE Z NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-9<sup>1</sup>

Eden Santos Silva<sup>2</sup>  
Gedeon Silva Reis<sup>2</sup>  
José Maria Cabrera<sup>3</sup>  
Oscar Balancin<sup>4</sup>

### Resumo

Testes de torção a quente isotérmico contínuo foram usados para determinar as curvas de escoamento plástico e relaxação de tensão, juntamente com a evolução microestrutural do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9, segundo as condições de deformação, expressa pelo parâmetro de Zener-Hollomon (Z). Equações constitutivas foram usadas para avaliar e prever o amaciamento dinâmico. Verificou-se que os níveis de tensões são elevados com alto valor de energia de ativação aparente e deslocamento da deformação crítica e de pico para as condições de alto Z. A tensão crítica encontra-se muito próxima do pico de tensão, produzindo retardo no início da recristalização dinâmica. Além do pico, vê-se que o estado estacionário é alcançado somente para grandes deformações evidenciando um atraso no amaciamento. Este comportamento é consequência do moderado valor de energia de falha de empilhamento (EFE) e presença de precipitados da fase Z (NbCrN), reduzindo a mobilidade das discordâncias e contornos de grãos.

**Palavras-chave:** Implantes; Recristalização dinâmica; Precipitação; Fase Z.

## EVIDENCE OF PRECIPITATION IN Z-PHASE AUSTENITIC STAINLESS STEEL ISO 5832-9

### Abstract

Hot torsion tests were isothermal continuous used to determine the flow curves and stress relaxation, together with the microstructural evolution of austenitic stainless steel ISO 5832-9, under the conditions of deformation, expressed by the Zener-Hollomon parameter (Z). Constitutive equations were used to assess and predict the dynamic softening. It was found that the stress levels are elevated with a high value of the apparent activation energy and critical strain and stress to peak conditions of high Z. The critical stress is very close to the peak stress producing a delayed onset of dynamic recrystallization. Besides the peak, it is seen that the steady state stress is reached only for large deformations indicating a delay in softening dynamic. This behavior is a consequence of the moderate amount of stacking fault energy (SFE), solute atoms in solution (Nb, N and Mo) or presence of precipitates Z-phase (NbCrN) reducing the movement of dislocations and grain boundaries with delay in the recrystallization kinetics.

**Keywords:** Implants; Dynamic recrystallization; Precipitation; Z-Phase.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 68<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Físico. Dr. Professor. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão/ IFMA. São Luis, Maranhão, Brasil.

<sup>3</sup> Mecatrônica. Dr. Professsor. Universitat Politècnica de Catalunya/ UPC. Barcelona, Espanha.

<sup>4</sup> Físico. Dr. Professor. Universidade Federal de São Carlos/ UFSCar. São Carlos, SP, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, milhões de pessoas no mundo são afetadas por problemas ósseos causados por fraturas ou doenças degenerativas e inflamatórias em junções.<sup>(1,2)</sup> Um dos materiais bastante utilizado como implantes ortopédicos é o aço ASTM F138 que apresenta comprometimento nas propriedades mecânicas e de corrosão.<sup>(3,4)</sup> Além disso, esse material tem alto teor de Ni (> 12%). Para amenizar esses problemas, aços com alto teor de Mn, N, Nb e baixa concentração de Ni, como o aço ISO 5832-9, vêm sendo desenvolvidos e aplicados em implantes ortopédicos.

Durante a manufatura dos implantes, os materiais metálicos passam por um processo de forjamento a quente com a evolução da microestrutura da austenita intimamente relacionado com os fenômenos de amaciamento dinâmico que desempenham um papel importante na determinação da microestrutura final e as propriedades dos aços. Em geral, três fenômenos controlam o comportamento mecânico durante e após a deformação em altas temperaturas: encruamento (WH), recuperação dinâmica (DRV), recristalização dinâmica (DRX) e a recristalização estática (SRX).<sup>(5,6)</sup> Cada um pode afetar a evolução microestrutural em diferentes condições. Com o desenvolvimento da tecnologia de microligantes (Nb, Ti, V) e materiais endurecidos por precipitação tem-se ampliado a produção de aços com melhores propriedades mecânicas através do controle da cinética de recristalização.

Há vários estudos sobre a recristalização de aços inoxidáveis em geral,<sup>(7-9)</sup> e alguns modelos têm sido propostos para prever o comportamento do amaciamento dinâmico. Com o desenvolvimento de aços inoxidáveis com alto nitrogênio, as propriedades mecânicas, de corrosão e biomateriais têm sido melhoradas com a adição de elementos como o Nb, N, Mo, Mn e assim por diante. Por isso é necessário estudar o amaciamento dinâmico destas novas ligas de alta resistência. O objetivo desta investigação é identificar o efeito da presença da fase Z (NbCrN) sobre o comportamento do amaciamento dinâmico avaliando a influência das condições de deformação expressa pelo parâmetro de Zener-Hollomon (Z).

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

O aço ISO 5832-9 foi produzido pela Villares Metals S/A e fornecidas na forma de barras laminadas. Este material tem composição de 0,035C-0,37Si-20,3Cr-10,6Ni-4,04Mn-2,47Mo-0,29Nb-0,36N. As curvas de escoamento plástico foram determinadas por teste de torção a quente isotérmico contínuo numa máquina horizontal no laboratório de tratamento termomecânico da UFSCar. Os corpos de prova ( $\phi$  9 mm x 10 mm) foram aquecidos por indução a uma temperatura de solubilização de 1250 °C e mantidas por 300s para completa homogeneização, em seguida resfriado a uma taxa de 5,5 °C/s até a temperatura de ensaio permanecendo por 30s antes de sofrer a deformação, cujo a taxa variou entre 0,01 - 10 s<sup>-1</sup>, num intervalo de temperaturas de 900 - 1200 °C. A partir das curvas, os parâmetros que caracterizam a recristalização dinâmica foram obtidos. Alguns testes foram interrompidos em deformações específicas seguida de resfriamento brusco água para análise. A caracterização microestrutural, por microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi conduzida em amostras polidas e atacadas eletroliticamente com ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) a 65% revelando os contornos de grãos e subgrãos.

A ocorrência da precipitação do aço ISO 5832-9 foi monitorada via ensaio de relaxação de tensão após pequenas deformações em ensaio de compressão a

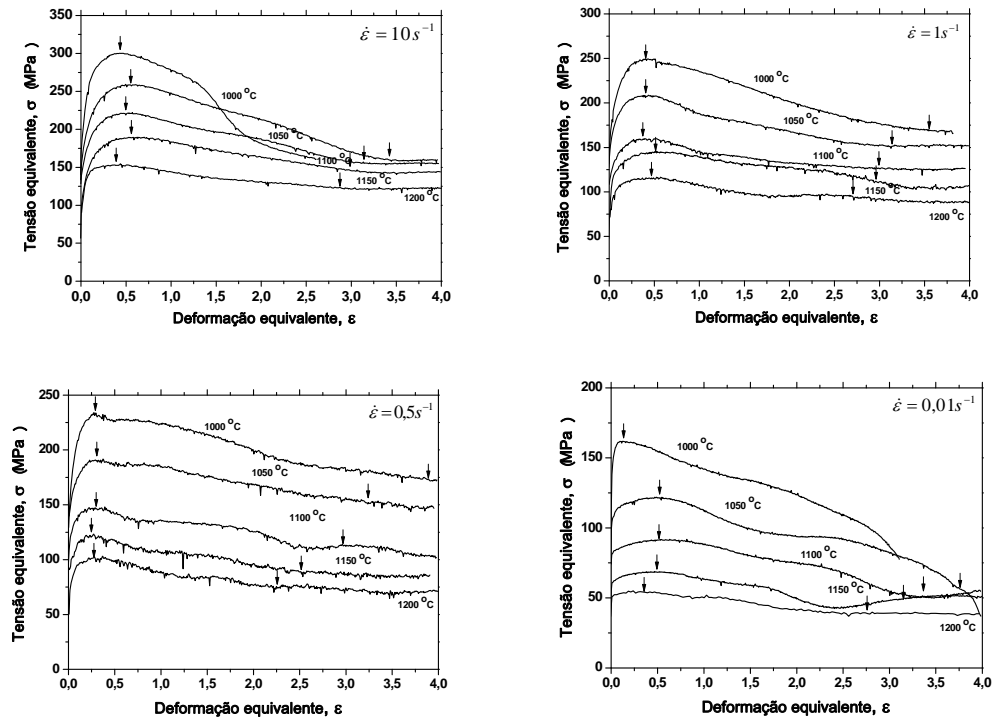
quente no dilatômetro, modelo DIL 850 A/D, Bahr Thermoanalyse. O ciclo termomecânico é similar ao isotérmico contínuo, com aplicação de uma pré-deformação de 0,5% com taxa de deformação de  $0,1 \text{ s}^{-1}$ . Após a pré-deformação, a relaxação de tensão foi iniciada com manutenção do carregamento na temperatura de ensaio por 40 minutos seguidos de resfriamento em atmosfera de argônio.

### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### **3.1 Curvas de Escoamento Plástico**

As curvas de escoamento plástico (Figura 1), têm a forma típica de materiais que recristalizam dinamicamente. Inicialmente há uma região de encruamento, na qual a tensão aumenta continuamente, apresentando uma atenuação na curvatura conforme o material é deformado. Com o prosseguimento da deformação alcança-se um máximo correspondente ao pico de tensões, que tem sido utilizado como indicativo da ocorrência da recristalização dinâmica.<sup>(10)</sup> Sendo o ponto que representa onde os efeitos de encruamento e de amaciamento dinâmico são contrabalanceados, há uma condição crítica com menor valor de deformação para iniciar a recristalização dinâmica. Por fim, há uma etapa de amaciamento por deformação com redução no nível de tensão para um valor intermediário, podendo ou não alcançar a tensão de estado estacionário ( $\sigma_{ss}$ ).

Vê-se nas curvas da Figura 1 que o nível de tensão é fortemente dependente das condições de deformação e aumenta com o acréscimo da taxa de deformação e queda da temperatura. Este comportamento é típico de materiais metálicos deformados em altas temperaturas.<sup>(9,10)</sup> Todavia, a evolução da quantidade de deformação com as condições de deformação apresenta comportamentos distintos. Pode-se ver que as curvas em menores níveis de temperatura têm a região de encruamento deslocadas para a esquerda e, para deformações maiores que as do pico, o amaciamento só se completa após grandes deformações, sugerindo taxa de amaciamento dinâmico relativamente baixa e evidência da precipitação interagindo com a cinética de recristalização. Em altas temperaturas, o pico de tensões tende a ocorrer em deformações maiores.



**Figura 1** Curvas de escoamento plástico obtidas nos ensaios de torção isotérmicos contínuos: (a)  $10 \text{ s}^{-1}$ , (b)  $1,0 \text{ s}^{-1}$ , (c)  $0,5 \text{ s}^{-1}$  e (d)  $0,01 \text{ s}^{-1}$ .

Pode-se ver que, em altas temperaturas e baixa taxa de deformação, em especial a  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , a parte inicial das curvas de escoamento plástico tem a forma diferenciada das demais. O escoamento plástico inicia em níveis de tensões muito próximos dos valores das tensões de pico, gerando uma região de deformação plástica com taxa de encruamento relativamente baixa. Este comportamento é observado com clareza a  $1200, 1150, 1100$  e  $1050^\circ\text{C}$  com taxa de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  e a temperatura de  $1200^\circ\text{C}$  com taxa de  $0,5 \text{ s}^{-1}$ . Também vale observar que em baixas temperaturas há uma queda relativamente alta no nível de tensão na região de amaciamento. Em alta taxa de deformação a queda de tensão na região de amaciamento dinâmico é próxima de  $100 \text{ MPa}$ , enquanto que o valor da tensão de estado estacionário é muito próximo ao valor da tensão de início de escoamento plástico.

O nível elevado de tensão justifica-se pela geração e acúmulo de discordâncias, maclas, bandas de deformação e cisalhamento quando o material é deformado a quente aumentando a resistência com redução na mobilidade, sendo necessária uma tensão maior para provocar maior deformação.<sup>(9)</sup> A dissociação de discordâncias forma a falha de empilhamento e as maclas são os modos de deformação preferenciais, aumentando com a redução da temperatura e aumento da taxa de deformação. Em materiais com moderada EFE, como o aço ISO 5832-9 (EFE  $\sim 68,7 \text{ mJ/m}^2$ ),<sup>(11)</sup> os mecanismos de deformação são basicamente por fluência ativados termicamente controlados por difusão e movimento de discordâncias (deslizamento cruzado e escalagem) que tornam a recuperação dinâmica menos efetiva com taxa de aniquilação e rearranjo geralmente menor que a taxa de geração devido as discordâncias apresentarem baixa mobilidade por estarem muito afastadas entre si, reduzindo assim o processo de recuperação dinâmica.

As curvas de escoamento plástico mostraram que o aumento na tensão de pico ( $\sigma_p$ ) com o decréscimo na temperatura e aumento na taxa de deformação é

diferente do aumento de tensão de estado estacionário ( $\sigma_{ss}$ ). Este comportamento é consequência do rápido encruamento até o pico de tensão nas condições de baixa temperatura e alta taxa de deformação seguida do amaciamento dinâmico. Na segunda parte da curva, após o pico, o nível de tensão cai significativamente até a tensão de estado estacionário ( $\sigma_{ss}$ ) que se aproxima do nível de tensão de início de escoamento plástico ( $\sigma_0$ ). Essa queda acentuada de tensão observada é um indicativo da atuação de instabilidade plástica atuando juntamente com o amaciamento microestrutural promovido pela recristalização dinâmica. Corroborando com esta interpretação, vê-se que várias amostras deformadas em baixas temperaturas falharam antes de alcançar o estado estacionário de tensões.

### 3.2 Relação entre as condições de deformação e a tensão de pico

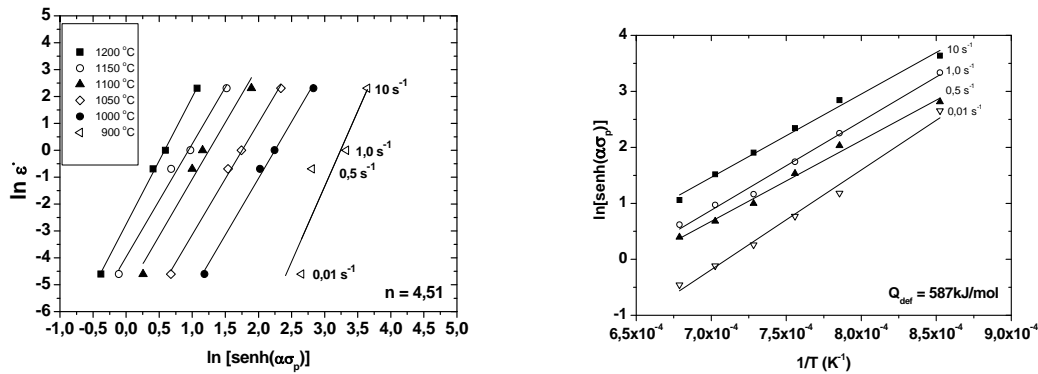
Na Figura 1 vê-se claramente que o nível de tensão, para qualquer deformação, depende das condições de deformação, ou seja, da temperatura e da taxa de deformação. Vários estudos têm mostrado que a equação do trabalho a quente generalizado, proposta por Sellars e McTegart,<sup>(12)</sup> representa bem a relação entre as condições de deformação e a tensão necessária para deformar o material, ou seja:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q_{def} / RT) = A [\sinh(\alpha \sigma_p)]^n \quad (1)$$

Onde  $\dot{\epsilon}$  é a taxa de deformação,  $\sigma_p$  é a tensão de pico (MPa),  $Q_{def}$  é a energia de ativação aparente para a deformação a quente (kJ/mol),  $R$  é a constante universal dos gases (8,31 J/mol.K),  $T$  a temperatura absoluta (K) e  $Z$  o parâmetro de Zener-Hollomon.  $A$ ,  $\alpha$  e  $n$  são constantes do material. A solução gráfica da Eq. 1 fornece os valores de  $Q_{def}$  e das constantes intrínsecas do material. Uma vez obtidos os valores da energia de ativação e das constantes do material, pode-se obter também o valor de  $Z$  para cada condição de deformação a ser analisada, segundo a metodologia proposta por Uvira e Jonas.<sup>(13)</sup>

Para o aço inoxidável 5832-9, o valor de  $\alpha$  encontrado foi  $0,011 \text{ MPa}^{-1}$  que representa a tensão recíproca em que o material muda sua dependência da tensão em potência para exponencial segundo às condições de deformação e seu respectivo mecanismo atuante. O gráfico  $\ln(\dot{\epsilon})$  vs.  $\ln[\sinh(\alpha \sigma_p)]$  (Figura 2), mostra que a taxa de deformação tem o mesmo efeito sobre a tensão de pico em cada temperatura, uma vez que as linhas são praticamente paralelas, definindo o valor médio de  $n$  como sendo 4,51, associado a uma maior contribuição dos mecanismos de deformação, com valores reportados na literatura entre  $3 < n < 6$ .<sup>(6)</sup> De posse dos valores das constantes  $\alpha$  e  $n$  do aço, pode-se determinar a energia de ativação aparente para a deformação a quente ( $Q_{def}$ ) construindo o gráfico  $\ln[\sinh(\alpha \sigma_p)]$  vs.  $1/T$ , como mostrado na Figura 2. Para o aço em estudo foi encontrado como sendo 587 kJ/mol. Através do gráfico de  $\log Z$  vs.  $\log[\sinh(\alpha \sigma_p)]$  (Figura 4), tomando  $\sinh(\alpha \sigma_p) = 1$  e fazendo a análise de regressão linear múltiplas, foi encontrado o valor  $A$  igual a  $1,492 \times 10^{19} \text{ s}^{-1}$ . A Eq. 1 torna-se:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(587000/RT) = 1,492 \times 10^{19} [\sinh(0,011 \sigma_p)]^{4,51} \quad (2)$$



**Figura 2** Determinação do parâmetro  $n$  da Eq. de Zener - Hollomon a partir da curva  $\ln(\dot{\epsilon})$  vs.  $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$  e dependência da tensão de pico ( $\sigma_p$ ) com a temperatura para a determinação da energia de ativação aparente ( $Q_{def}$ ).

Na Figura 2 pode-se ver que os dados experimentais se ajustam bem à equação do trabalho a quente generalizado. A partir da Eq. 2, pode-se explicitar a relação entre a tensão de pico e as condições de deformação, como indicado na equação:

$$\sigma_p = 90,91 \sinh^{-1} \left( 6,702 \times 10^{-20} Z \right)^{0,22} \quad (3)$$

Esta boa correlação entre os dados experimentais e os preditos da tensão de pico ( $\sigma_p$ ) indica que os principais pontos que caracterizam as curvas tensão vs. deformação podem ser estimados, e conseqüentemente usados para modelagem e simulação dos processos de conformação a quente.

O valor de energia de ativação aparente para a deformação a quente calculado é relativamente alto quando comparado com alguns aços inoxidáveis austeníticos, cujos valores variam no intervalo de 400 - 500 kJ/mol.<sup>(6,14)</sup> A alta resistência imposta e o alto valor de energia calculada para o aço ISO 5832-9 podem ser atribuídos a algum mecanismo que eleva o nível de tensão de escoamento plástico.

De posse do valor da energia de ativação aparente para a deformação a quente ( $Q_{def}$ ) pode-se determinar a equação de estado mecânico do material, que depende somente dos valores instantâneos de temperatura, deformação e taxa de deformação e não de seu histórico.<sup>(5,15)</sup> Este parâmetro é invariável desde que a temperatura e taxa de deformação sejam constantes. A tensão de escoamento plástico pode ser conhecida para diversas condições uma vez que o valor de  $Z$  é calculado. A interdependência entre os parâmetros de escoamento dão considerável percepção do mecanismo de deformação, pois a relação exponencial da temperatura é um indicativo do mecanismo termicamente ativado e o valor de  $Q_{def}$  pode indicar o tipo de mecanismo. Com os valores de  $Z$  pode se estabelecer relações entre as condições de deformação e pontos importantes da curva como, as tensões de início de escoamento plástico, crítica, pico e estado estacionário.

Este nível elevado na energia de ativação aparente ( $Q_{def}$ ) leva a um aumento na tensão para início da DRX aproximando-se do pico, justificado por uma EFE moderada e pela presença de soluto (N, Nb, Mo) e/ou precipitados da fase Z no interior dos grãos causando encruamento significativo que dificultam as deformações e os mecanismos de recuperação originando uma maior resistência com redução na temperatura.<sup>(16,17)</sup> Também a precipitação adicional durante a deformação a quente

para baixas taxas de deformação, contribuindo de duas formas: aumento da tensão de atrito da rede cristalina refletindo sobre o limite de escoamento plástico do material e redução na EFE com aumento na eficiência dos contornos de grãos como obstáculos a movimentação de discordâncias (inibe a DRV) que são produzidas durante a deformação levando a um acréscimo na taxa de encruamento tal que a tensão crítica é alta quando comparada com outros materiais.

### 3.3 Evolução Microestrutural Durante a Deformação

A constatação do fenômeno da recristalização dinâmica no aço ISO 5832-9 nos ensaios isotérmico de torção a quente foi realizado por análise via EBSD num microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Phillips XL30 FEG nas seguintes condições: (i) 1000 °C com taxa de deformação de 0,01 e 0,5 s<sup>-1</sup> e (ii) 1100°C/ 1,0 s<sup>-1</sup> com deformações de 1,5 e 4,0 (Figura 3). Nota-se que nas condições de baixa temperatura a microestrutura é recristaliza parcialmente com formação de colares de DRX preferencialmente nos contornos de grãos e das maclas com apenas 42% dos grãos recristalizados dinamicamente e tamanho de grão DRX de aproximadamente 1,5 μm na condição de estado estacionário, Fig. 3. Nota-se também a presença de contornos de subgrão, definidos com orientação entre 2 e 15°. Entretanto, para temperatura maiores, como 1100 °C a 1,0 s<sup>-1</sup> a microestrutura está quase totalmente recristalizada com 90% e a recristalização progredindo para o interior e consumindo todos os grãos.

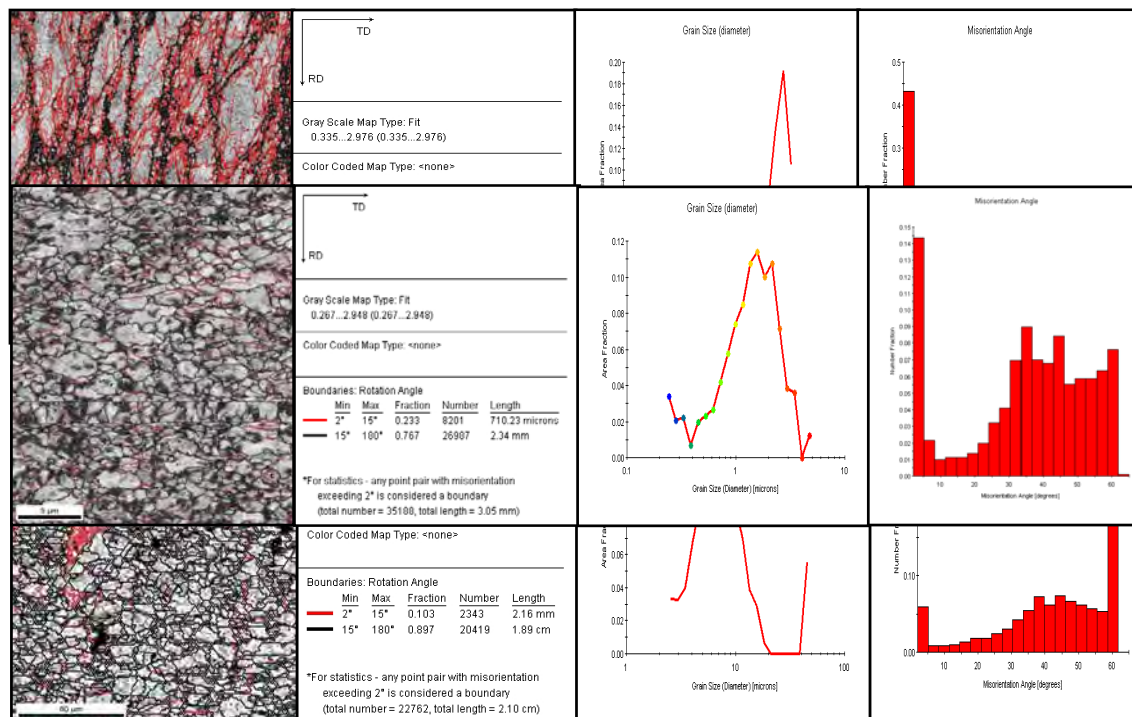


Figura 3 Dados obtidos com a técnica EBSD na amostra do aço ISO 5832-9: (a) 1000 °C/ 0,5 s<sup>-1</sup>/ ε = 1,5; (b)1000 °C/ 0,01 s<sup>-1</sup> / ε = 1,5; (c) 1100 °C/ 1,0 s<sup>-1</sup>/ ε = 2,0.

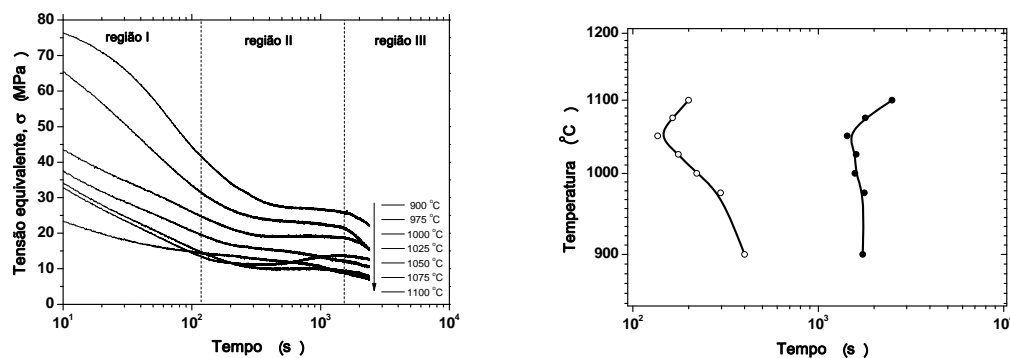
Vê-se que a microestrutura é heterogênea e formada por uma ampla distribuição de grãos com dois tipos: Uma quantidade livre de distorções (os novos grãos DRX que acabaram de se formarem) e outros fortemente distorcidos. Confirmando que o estado estacionário é um balanço entre os processos de endurecimento e amaciamento dinâmico. Ao investigar o efeito da temperatura e da

taxa de deformação na orientação dos grãos nota-se um acréscimo na fração de contornos de alto ângulo ( $\theta > 15^\circ$ ) com aumento da fração recristalizada dinamicamente.

Os resultados microestruturais evidenciam uma correlação direta com os ensaios mecânicos de torção a quente. Vê-se que nas condições de baixa temperatura e alta taxa de deformação há predominância dos mecanismos de encruamento e recuperação dinâmica caracterizada por uma estrutura de grãos alongados em forma de panquecas com pouca incidência de recristalização. Numa condição intermediária a formação de colares de recristalização é marcante desenvolvendo-se parcial e heterogeneamente com as curvas apresentando flutuações. E por fim nas condições de alta temperatura e baixa taxa de deformação a cinética de recristalização dinâmica é acelerada e a formação de colares não é tão óbvia, caracterizando a nucleação convencional (N.C) com recristalização dinâmica total.

### 3.4 Descrição da Curva de Relaxação de Tensão do Aço ISO 5832-9

O método de relaxação de tensão foi adotado para estudar a presença de precipitação e a cinética de recristalização. As curvas (Figura 4) evidenciam três regiões de comportamentos distintos. Pouco tempo após a deformação, as curvas iniciam uma mudança na sua forma com a redução no nível de tensão. Vê-se que após um tempo de 30 s já há uma redução no nível de tensão (Região I). Observa-se que após 120 segundos o nível de tensão caiu aproximadamente 35 MPa. Seguido pela formação de um patamar (início da precipitação,  $P_i$ )<sup>(18)</sup> que se estende por um certo tempo retardando a velocidade de relaxação (Região II). Em seguida as curvas mostram declínios mais acentuado caracterizando o fim da precipitação,  $P_f$  (Região III).



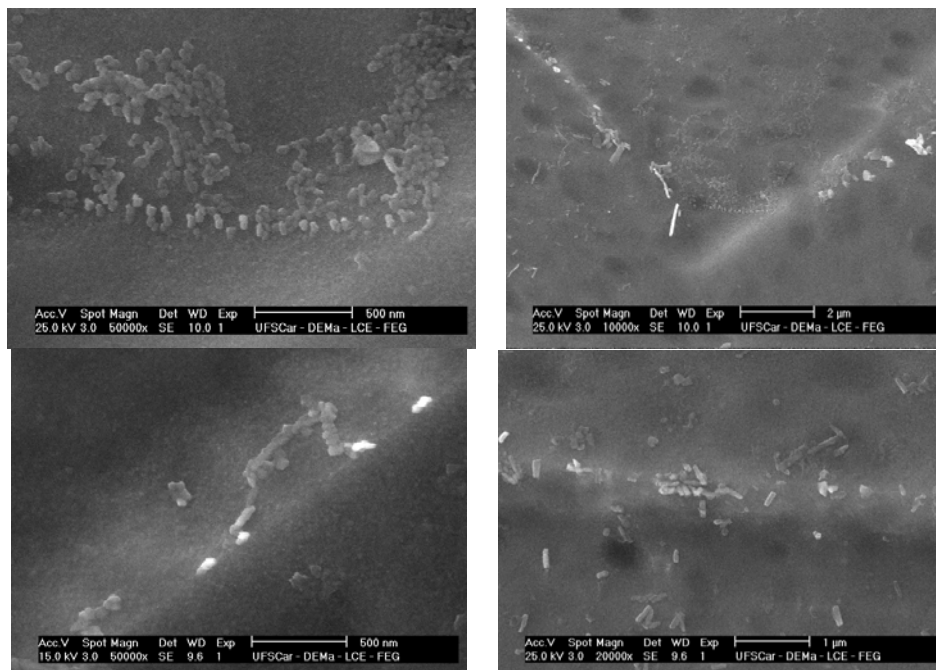
**Figura 4** Curvas de relaxação de tensão do aço ISO 5832-9 deformado a 0,5% a diferentes temperaturas e diagrama PTT baseado nas curvas de relaxação de tensão do aço ISO 5832-9.

Os tempos de início e fim de precipitação foram determinados a partir das curvas de relaxação de tensão e estão apresentados sobre a forma de diagrama Precipitação - Tempo - Temperatura (PTT) ilustrado na Figura 5. O diagrama PTT mostra que o nariz da curva se encontra em torno de 1050 °C com tempo de aproximadamente 120 s. Note que são necessários tempos maiores para iniciar a precipitação nas regiões abaixo e acima do nariz.

As curvas de relaxação de tensão apresentada na Figura 5 mostram que há uma redução do nível de tensão com a temperatura. As curvas apresentam um primeiro estágio de relaxação linear associado ao processo de recuperação, seguido por um rápido declínio no nível de tensão. A queda no nível de tensão



correspondente à relaxação, devido ao início do amaciamento, indicando o início da precipitação com formação dos patamares após certo tempo devido à interação dos contornos com finas partículas de precipitados da fase Z (Figura 6). Esta interação se caracteriza quando a precipitação é iniciada durante a relaxação de tensão com as discordâncias fixadas pelos precipitados nucleados sobre ela ou atraídas pelos mesmos em crescimento,<sup>(18)</sup> sendo o deslizamento de discordâncias o mecanismo que afigura controlador da taxa antes de iniciar a precipitação (região I), seguido da interação dos precipitados que se opõe ao processo de amaciamento.<sup>(20)</sup> Após certo tempo com o coalescimento e dissolução dos precipitados há uma melhor redistribuição (região III) gerando um alívio no nível de tensão que volta cair ligeiramente.



**Figura 6** Partículas de precipitados interagindo com a matriz e os contornos grão do aço ISO 5832-9.

Os diagramas PTT (Figura 5), foram apresentados a partir das curvas de relaxação de tensão que resultou nas curvas tipo C. O aspecto da curva no diagrama PTT surge devido à competição entre a força motriz para precipitação e a taxa de difusão, sendo a força motriz da primeira a energia livre dependente do grau de supersaturação dos microligantes (Nb, Cr e N) na matriz.<sup>(18,19)</sup> Nas condições de alta temperatura ( $T > 1050$  °C) o aumento de tensão é devido ao encruamento. Nessas condições a difusão também é favorecida e o efeito da recuperação é significativo levando a redução na tensão. Em temperaturas menores a diferença de afinidade entre os elementos Cr, Nb e N é responsável pelo aumento de tensão, sendo que as discordâncias requerem uma força maior para se locomoverem. Mas com o tempo os precipitados crescem rapidamente devido à difusão, e uma vez que os precipitados coalescem suficientemente, o amaciamento progride, reduzindo o nível de tensão, como indicado nas curvas.

A cinética de precipitação pôde ser estimada do início até o fim correspondente à região de patamar nas curvas de relaxação de tensão (Figura 4). O tempo de início de e fim de precipitação observado a partir dos patamares foi validado por análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Figura 6), que sugerem que a precipitação na matriz austenítica deformada ocorre principalmente

nos contornos de grão, o que implica que o tamanho de grão não é um fator dominante para influenciar a cinética de precipitação.

#### 4 CONCLUSÃO

Os principais resultados alcançados evidenciam diferentes comportamentos:

- As curvas de escoamento plástico apresentam características de materiais que recristalizam dinamicamente, com níveis elevados de tensão, indicando que o início e o progresso da recristalização são retardados pela alta taxa de encruamento e recuperação favorecida com a redução na temperatura e aumenta da taxa de deformação;
- A correlação mecânica-microestrutural do aço ISO 5832-9 segundo as condições de deformação: (i) Elevado Z há predominância dos mecanismos de encruamento e recuperação com estrutura de grãos alongados (panquecas) com pouca evidencia de recristalização; (ii) Moderado Z a formação de colares de DRX é marcante com a recristalização desenvolvendo-se parcial e heterogeneamente; (iii) Baixo Z, a cinética de DRX é acelerada e a formação de colar não é tão óbvia, DRX total;
- A técnica de relaxação de tensão mostra-se eficiente para estudar a interação dos processos de amaciamento e precipitação. Os ensaios forneceram de forma indireta o monitoramento do início e fim da precipitação. A interação entre a recristalização e a precipitação leva à formação de patamares nas curvas de relaxação, a partir do qual as curvas PTT foram determinadas.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem a Fapema e CNPq pelo financiamento da pesquisa.

#### REFERÊNCIAS

- 1 NAVARRO, M.; MICHIARDI, A.; CASTAÑO, O. Biomaterials in Orthopaedics. *Journal of the Royal Society Interface*. v. 5, p. 1137-1158, 2008.
- 2 ORNHAGEN, C.; NILSSON, J. O.; VANNEVIK, H. Characterization of a nitrogen-rich austenitic stainless steel used for osteosynthesis devices. *Journal of Biomedical Materials Research*. v.31, p. 97-103, 1996.
- 3 GIORDANI E.J.; GUIMARÃES, V.A.; PINTO, T.B.; FERREIRA, I. Effect of precipitates on the corrosion-fatigue crack initiation of ISO 5832-9 Stainless Steel Biomaterials. *International Journal of Fatigue*, v. 26, p. 1129-1136, 2004.
- 4 SOKEI, C. R. Caracterização microestrutural e mecânica do aço inoxidável ISO 5832-9 utilizado na fabricação de implantes ortopédicos (Tese), 2003.
- 5 HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, Oxford, 1995.
- 6 McQUEEN, H.J. e RYAN, N.D. Constitutive analyze in hot working. *Materials Science and Engineering A* 322, p.43-63, 2002.
- 7 SAKAI, T. e JONAS, J.J. Dynamic Recrystallization: Mechanical and Microstructural Consideration. *Acta Metallurgica*. v. 32, p. 198-209, 1984.
- 8 DEGHAN-MANSSHADI, A.; BARNETT, M.R.; HODGSON, P.D. Hot Deformation and recrystallization of Austenitic Stainless Steel: Part I. Dynamic Recrystallization. *Materials Science and Engineering A*. vol 39A. 1359, 2008.
- 9 STEWART, G.R.; JONAS, J.J. e MONTHEILLET, F. Kinetics and Critical Conditions for the Initiation of Dynamic Recrystallization in 304 Stainless Steel. *ISIJ International*, Vol. 44, No. 9, pp. 1581–1589, 2004

- 10 BELYAKOV, A.; MIURA, H. e SAKAI, T. Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A* 255 p.139–147, 1998.
- 11 GIORDANI, E.J.; JORGE, JR., A.M. e BALANCIN, O. Proportion of Recovery and Recrystallization During Interpass Times at High Temperatures on a Nb- and N-bearing Austenitic Stainless Steel Biomaterial. *Scripta Materialia* 55, p. 743-746, 2006.
- 12 SELLARS, C. M. e McTEGART, W. J., Relation between strength and, structure in deformation at elevated temperatures. *Mem. Sci. Rev. Met.*, No. 9, p.731, 1966.
- 13 UVIRA, J.L. e JONAS, J.J. Hot Compression of Armco Iron and Silicon Steel. *Transactions of the metallurgical society of aime*, vol. 242, 1619. 1968.
- 14 NAJAFIZADEH, A. e JONAS, J.J. Predicting the Critical Stress for Initiation of Dynamic Recrystallization. *ISIJ*, v. 46, No. 11, p. 1679–1684, 2006.
- 15 FROST, H.J. e ASHBY, M.F. *Deformation-Mechanism Maps*. Pergamon Press, Oxford, 1982.
- 16 HUGHES, H. Complex Nitride in Cr-Ni-Nb steels. *Journal de the iron and steel institute*, p. 775, 1967.
- 17 JACK, D.H. e JACK, K.H.. Invited review: Carbides and Nitrides in Steel. *Materials Science and Engineering*. v.11, p.1-27, 1973.
- 18 LIU, W.J. e JONAS, J.J. A Stress Relaxation Method for Following Carbonitride Precipitation in Austenite at Hot Working Temperatures. *Metallurgical transactions A*, v. 19A, p.1403, 1988.
- 19 PARK, S.H.; YUE, S. e JONAS, J.J. Continuous – Cooling – Precipitation Kinetics of Nb(CN) in High-Strength Low-Alloy Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 23A, p.1641, 1992.