

EVIDÊNCIA DA PRECIPITAÇÃO DA FASE Z NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ALTO NITROGÊNIO ASTM F 1586 POR RELAXAÇÃO DE TENSÃO*

Eden Santos Silva¹

Ingrid Pinheiro Rocha²

Debora Cristina Coltinho Vilas Boas³

Gedeon Silva Reis⁴

Oscar Balancin⁵

Resumo

Usando os testes de torção a quente isotérmico contínuo e relaxação de tensão determinou-se as curvas de escoamento plástico e de relaxação de tensão, juntamente com a evolução mecânica e 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 descolamento da deformação crítica e de pico para as condições de alto Z. A tensão crítica encontra-se muito próxima do pico de tensão produzindo um retardo no início da recristalização dinâmica. Além do pico vê-se que o estado estacionário de tensões é alcançado para grandes deformações evidenciando um atraso no amaciamento dinâmico. Este comportamento é consequência da moderada valor de energia de falha de empilhamento (EFE), átomos de soluto em solução sólida (Nb, N, Mo) e presença de partículas de precipitados da fase Z (NbCrN) reduzindo a mobilidade das discordâncias e contornos de grãos retardando a cinética de recristalização.

Palavras-chave: Implantes; Amaciamento; Precipitação dinâmica; Fase Z.

EVIDENCE OF PRECIPITATION Z-PHASE IN STAINLESS STEEL AUSTENITIC HIGH NITROGEN ASTM F 1586 BY STRESS RELAXATION

Abstract

Using the hot torsion testing isothermal and continuous stress relaxation determined whether the plastic flow curves and stress relaxation, together with the mechanical and microstructural evolution of austenitic stainless steel ASTM F 1586 according to strain conditions expressed by the parameter Zener-Hollomon (Z). Constitutive equations were used to evaluate and predict the dynamic softening. It was found that the stress levels are high with high value of the apparent activation energy, critical strain and displacement of the peak for Z high. Conditions of high critical stress are very close to the peak stress producing a delayed start the dynamic recrystallization (DRX). Besides it is seen that peak steady state stress is reached for large strains showing a dynamic delay in softening. This behavior is a consequence of moderate stacking fault energy (SFE) value, solute atoms in the solid solution (Nb, C, Mo) and the presence of precipitated particles of the Z-phase stage (NbCrN) reducing the movement of dislocations and contours grain retarding recrystallization kinetics.

Keywords: Implants; Softening; Dynamic precipitation; Phase-Z.

¹ Física/Física, Doutor, Professor, Engenharia Civil/Engenharia Civil, Unidade de Ensino Superior Dom Bosco, São Luís, Maranhão, Brasil.

² Graduanda, Engenharia Civil, Unidade de Ensino Superior Dom Bosco, São Luís, Maranhão, Brasil.

³ Engenheira Civil/Engenharia Civil, Mestre, Professor, Engenharia Civil, Unidade de Ensino Superior Dom Bosco, São Luís, Maranhão, Brasil.

⁴ Engenheiro mecânico/Engenharia Mecânica, Doutor, Professor, Diretor, Engenharia Mecânica, Instituto Federal do Maranhão (IFMA), São Luís, Maranhão, Brasil.

⁵ Física/Física, Doutor, Professor, Materiais/Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, São Paulo, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, milhões de pessoas no mundo são afetadas por problemas ósseos causados por fraturas ou doenças degenerativas e inflamatórias em junções [1-3]. Um dos materiais bastante utilizado como implantes ortopédicos é o aço ASTM F138 que apresenta comprometimento nas propriedades mecânicas e de corrosão [4-7]. 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 microestrutural 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) [8-12]. Cada um destes pode afetar a evolução microestrutural em diferentes condições de processamento. 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 [13-19], e alguns modelos têm sido propostos para prever o comportamento do amaciamento dinâmico. Com o desenvolvimento de aços inoxidáveis com alto nitrogênio (ISO 5832-9), 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 MATERIAIS 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 (ϕ 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⁻¹, 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 microestrutural em diferentes condições de deformação. A caracterização microestrutural, por microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi conduzida em amostras polidas e atacadas eletroliticamente com ácido nítrico (HNO₃) a 65% revelando os contornos de grãos e subgrãos.

A cinética de 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 de escoamento plástico 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 [13-17]. Sendo o pico 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 (σ_{ss}).

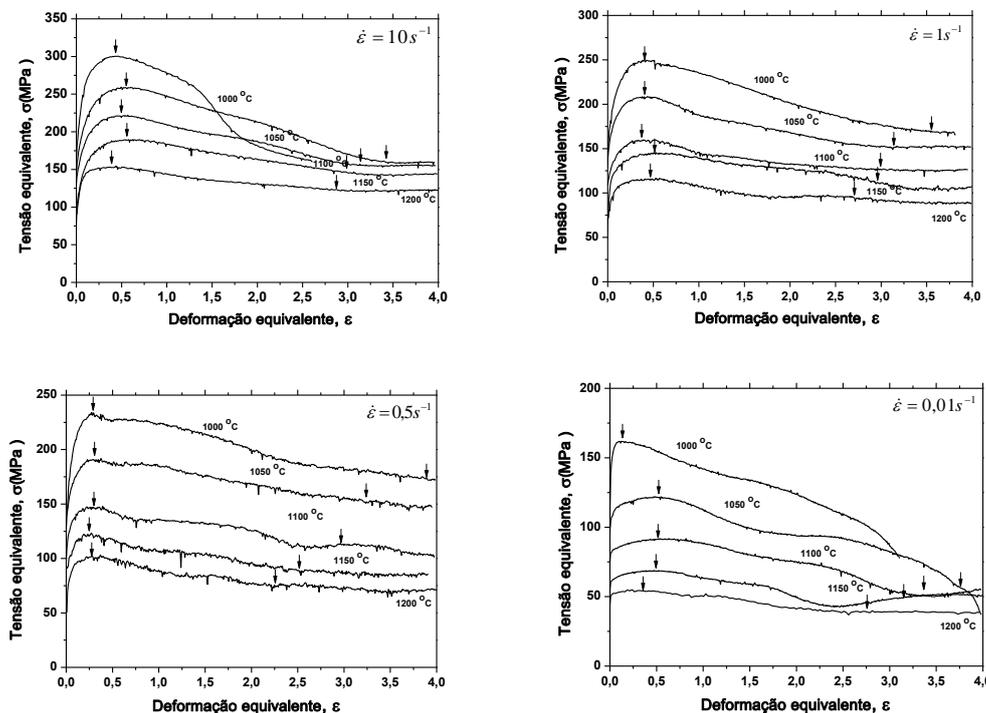


Figura 1. Curvas de escoamento plástico obtidas nos ensaios de torção isotérmicos contínuos: (a) 10 s^{-1} , (b) $1,0 \text{ s}^{-1}$, (c) $0,5 \text{ s}^{-1}$ e (d) $0,01 \text{ s}^{-1}$.

Vê-se nas curvas da Fig. 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 [17-19]. 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 dinâmica. Em altas temperaturas, o pico de tensões tende a ocorrer em deformações maiores.

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 °C com taxa de $0,01 \text{ s}^{-1}$ e a temperatura de 1200 °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 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 da tensão de escoamento plástico no aço ISO 5832-9, Fig. 1, 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 das discordâncias, sendo necessária uma tensão maior para provocar maior deformação plástica [8]. 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 energia de falha de empilhamento, como o aço ISO 5832-9 (EFE $\sim 68,7 \text{ mJ/m}^2$) [10,14], 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 que é responsável pela atenuação da curvatura. Como consequência há um acúmulo de discordâncias conduzindo inicialmente ao aumento no nível de tensão para pequenas deformações, seguida de uma distribuição heterogênea que favorece a nucleação de novos grãos recristalizados dinamicamente, com reflexo no aspecto das curvas de escoamento plástico.

O aumento na tensão com redução da temperatura e acréscimo na taxa de deformação deve-se ao forte encruamento imediatamente após a deformação de início de escoamento plástico, atribuído ao acréscimo na densidade de discordâncias e pelo tipo de arranjo no qual estes defeitos se apresentam durante a deformação. Este encruamento é tanto maior quanto maior for a dificuldade das discordâncias móveis de caminharem e vencerem os campos de tensão gerados na rede cristalina pelos outros defeitos anteriormente armazenados [10-12].

Seguindo com o aumento na deformação, as discordâncias movem-se em seus sistemas de escorregamento. As interações entre estes sistemas e contornos de grão ou qualquer obstáculo substancial, bloqueiam o escorregamento e criam empilhamentos. Este bloqueio e a geração de discordâncias continuam até o estágio onde algumas discordâncias bloqueadas são capazes de evitar os obstáculos através de deslizamento cruzado nos planos de deslizamento com redução na taxa

de encruamento e inicia do processo de recuperação dinâmica [5-11]. Esta região da curva é caracterizada por uma recuperação dinâmica lenta que permite que a densidade de discordâncias aumente até um nível apreciável e, conseqüentemente, elevando os níveis de tensão de pico. Quando a deformação é acrescida permite que a densidade de discordância atinja níveis apreciáveis e o mecanismo de recristalização dinâmica passa a ocorrer a partir da deformação crítica.

As curvas de escoamento plástico mostraram que o aumento na tensão de pico (σ_p) com o decréscimo na temperatura e aumento na taxa de deformação é diferente do aumento de tensão de estado estacionário (σ_{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 (σ_{ss}) que se aproxima do nível de tensão de início de escoamento plástico (σ_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 Fig. 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 TEGART [11-15,20], representa bem a relação entre as condições de deformação e a tensão necessária para deformar o material, ou seja:

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

Onde $\dot{\epsilon}$ é a taxa de deformação, σ_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 , α 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.

Utilizou-se um método computacional derivado da metodologia proposta por Uvira e Jonas [21] para calcular o valor da energia de ativação aparente para a deformação a quente do aço 5832-9. Com este método determina um valor para α que melhor se ajusta e, após substituir os valores de σ_p e $\dot{\epsilon}$ de todas as condições de taxa de deformação e temperatura na Eq. 1, utilizam-se regressões lineares para determinar o valor de n para uma extensa variação de valores de α ($0,002 < \alpha < 0,052$). O valor de α a ser utilizado é o valor que gera o menor desvio padrão para os valores de n em todas as temperaturas ensaiadas.

Para o aço inoxidável 5832-9, o valor de α 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. $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$, Fig. 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, onde o valor de n está associado a uma maior contribuição dos mecanismos de deformação, com valores reportados na literatura entre $3 < n < 6$ [11-13,21]. De posse dos valores das constantes α 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 Fig. 3. Para o aço em estudo foi encontrado como sendo 587 kJ/mol. Através do gráfico de $\log Z$ vs. $\log[\sinh(\alpha\sigma_p)]$, Fig. 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:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(58700/RT) = 1,492 \times 10^{19} [\sinh(0,011\sigma_p)]^{4,51} \quad (2)$$

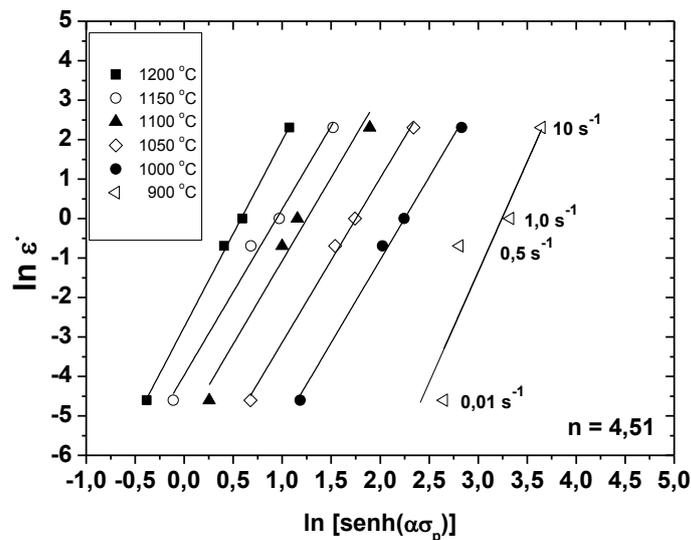


Figura 2. Determinação do parâmetro n da equação de Zener - Hollomon a partir da curva $\ln(\dot{\epsilon})$ vs. $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$. O aumento da distância entre as retas mostra o aumento do efeito da redução da temperatura sobre a tensão de pico.

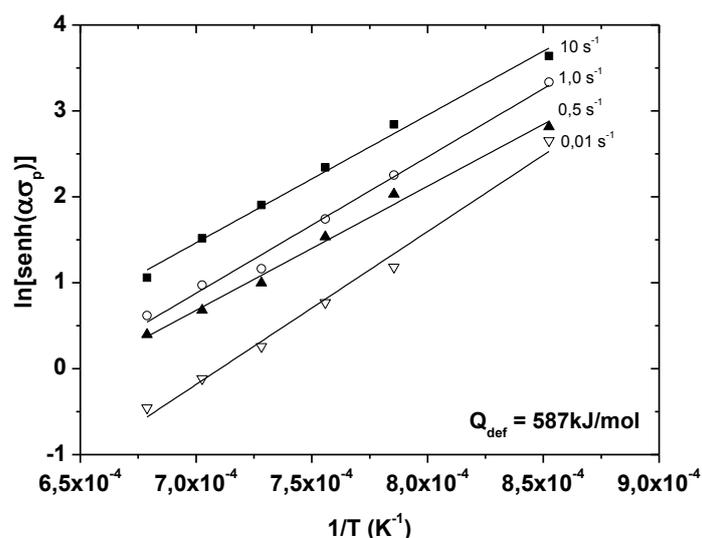


Figura 3. Dependência da tensão de pico (σ_p) com a temperatura para a determinação da energia de ativação aparente (Q_{def}). As linhas praticamente paralelas remetem que a taxa de deformação tem o mesmo efeito sobre a tensão de pico em cada temperatura.

Na Fig. 3 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:

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

Esta boa correlação entre os dados experimentais e os preditos da tensão de pico (σ_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, Tabela 1. 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 [8,21]. 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.

Tabela 1. Valores de energia de ativação aparente apresentados na literatura para aços

Tipo de aços	α (MPa ⁻¹)	A (s ⁻¹)	n	Q_{def} (kJ/mol)	Ref.
Aço Nb	0,012	3,71x10 ¹¹	4,5	325	[13]
AISI 316	0,012	1,24x10 ¹⁷	4,30	398	[20]
AISI 301	0,012	6,31x10 ¹⁴	4,40	399	[13]
AISI 304	0,012	3,98x10 ¹⁴	4,32	402	[21]
Liga 10Cr-10Ni-5Mo	0,010	2,87x10 ²¹	5,50	432	[13]
AISI 316L	0,012	2,51x10 ¹⁶	4,30	460	[13]
ASTM F-138	0,011	2,17x10 ¹⁶	5,04	475	
AISI 317	0,012	7,94x10 ¹⁷	4,70	502	[13]
<u>ISO 5832-9</u>	<u>0,011</u>	<u>1,49x10¹⁹</u>	<u>4,51</u>	<u>587</u>	
Inóx. Aust. alto N	0,013	1,12x10 ²³	5,14	685	[19]

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 [4-7,22-24]. 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⁻¹ e (ii) 1100 °C/ 1,0 s⁻¹ com deformações de 1,5 e 4,0, Fig. 4. 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, Figura 4.. 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⁻¹ a microestrutura está quase totalmente recristalizada com 90% e a recristalização progredindo para o interior e consumindo todos os grãos.

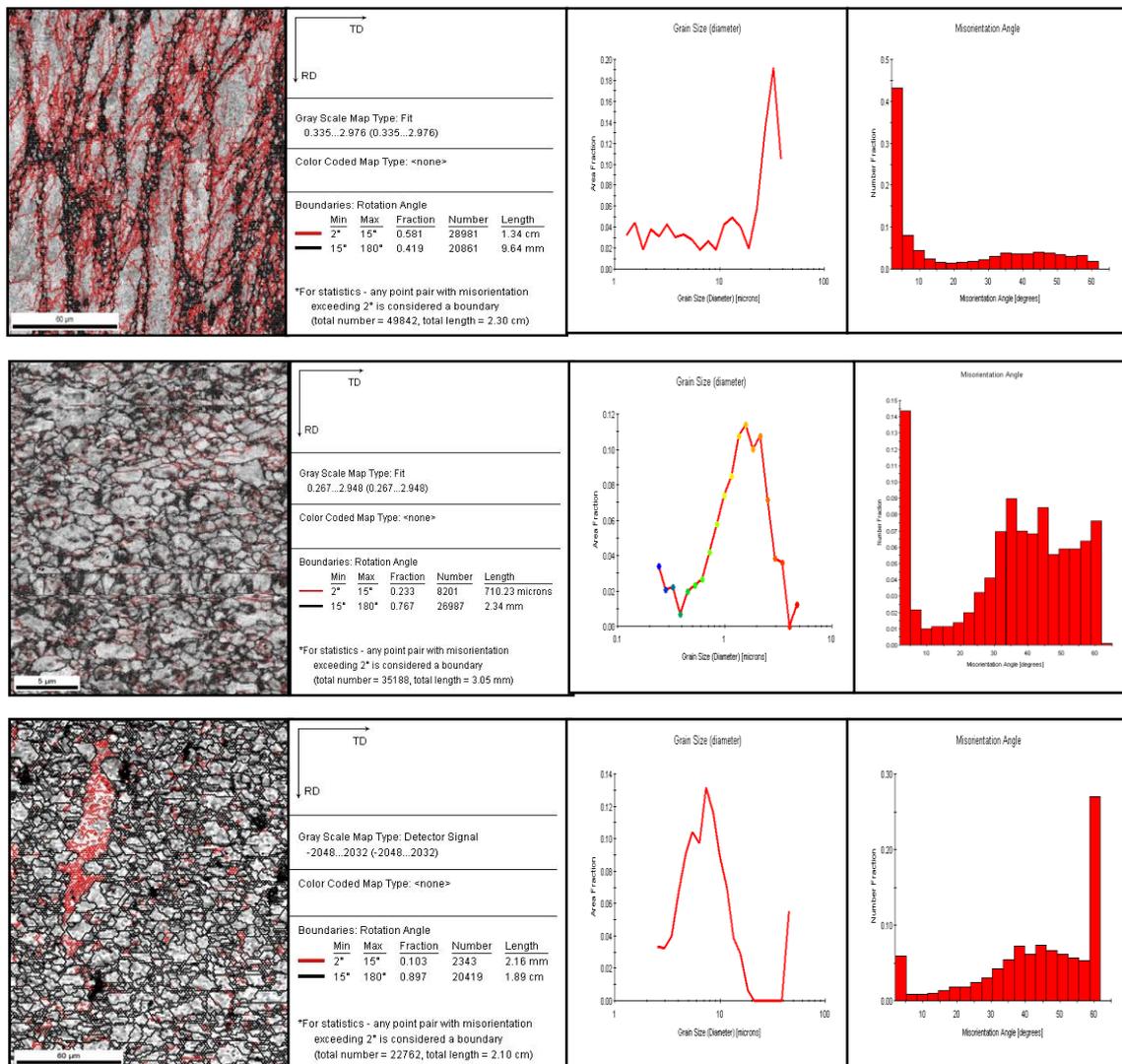


Figura 4. Dados obtidos com a técnica EBDS na amostra do aço ISO 5832-9: (a) 1000 °C/ 0,5 s⁻¹ / ε = 1,5; (b) 1000 °C/ 0,01 s⁻¹ / ε = 1,5; (c) 1100 °C/ 1,0 s⁻¹ / ε = 2,0, mostrando os contornos de grãos DRX e as distribuições de tamanho de grão e de orientações.

Vê-se que a microestrutura é heterogênea e formada por uma ampla distribuição de grãos que podem ser classificados em 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 do aço ISO 5832-9 segundo as condições de deformação. 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, expressa por um balanço entre temperatura e taxa de deformação, a formação de colares de recristalização é marcante desenvolvendo-se parcial e heterogeneamente com as curvas de escoamento plástico apresentando flutuações nas suas formas. 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 estática (SRX). As curvas, Fig. 5 evidenciam três regiões de comportamentos bem distintos. Pouco tempo após a deformação, as curvas iniciam uma mudança na sua forma com a 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) [26-28] que se estende por um certo tempo retardando a velocidade de relaxação de tensão (Região II). Em seguida as curvas mostram declínios mais acentuado caracterizando o fim da precipitação, P_f (Região III).

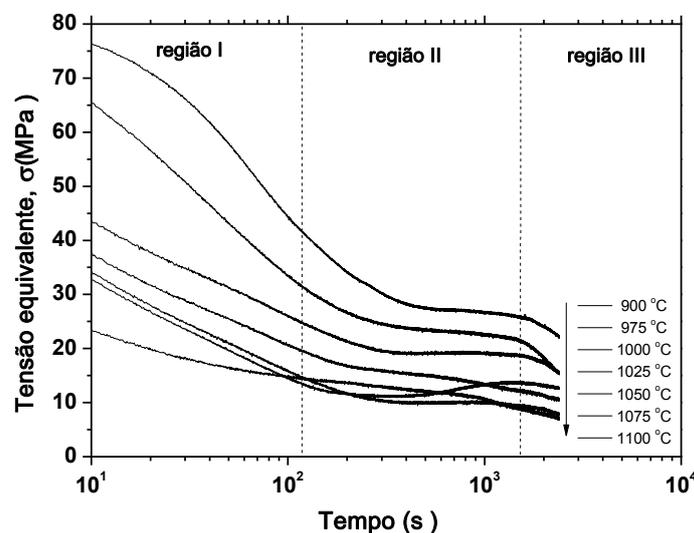


Figura 5. Curvas de relaxação de tensão do aço ISO 5832-9 deformado a 0,5% a diferentes temperaturas.

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 6. 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.

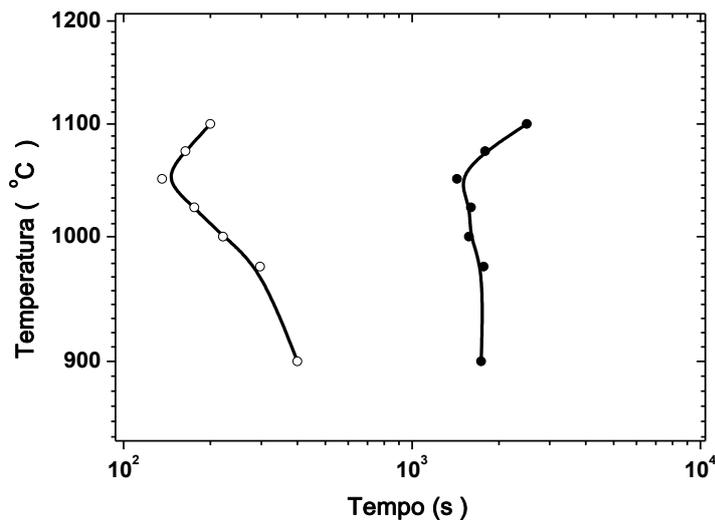


Figura 6. Diagrama PTT baseado nas curvas de relaxação de tensão do aço ISO 5832-9.

As curvas de relaxação de tensão apresentada na Fig. 6 mostram que há uma redução do nível de tensão com acréscimo na 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, Fig. 7. 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 [26,27], 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 [28]. Após certo tempo com o coalescimento e dissolução dos precipitados há uma melhor redistribuição das discordâncias com aumento espacial entre os precipitados (região III) gerando um alívio no nível de tensão que volta cair ligeiramente.

Os diagramas PTT, Fig. 6 foram apresentados a partir das curvas de relaxação de tensão que resultou nas curvas tipo C. O aspecto da curva em forma de C no diagrama PTT surge devido à competição entre a força motriz para a precipitação e a taxa de difusão [26,27]. A força motriz para precipitação é a energia livre química, cuja magnitude depende do grau de supersaturação dos elementos microligantes (Nb, Cr e N) na matriz austenítica. Nas condições de alta temperatura ($T > 1050^{\circ}\text{C}$) o aumento no nível de tensão é devido ao efeito do encruamento e deslizamento das discordâncias. Nessas condições a difusão atômica também é favorecida e o efeito da recuperação é significativo levando a uma redução nos níveis de tensão. Nas temperaturas mais baixas a diferença de afinidade entre os átomos de Cr, Nb e N é um dos principais efeitos responsáveis 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 de relaxação.

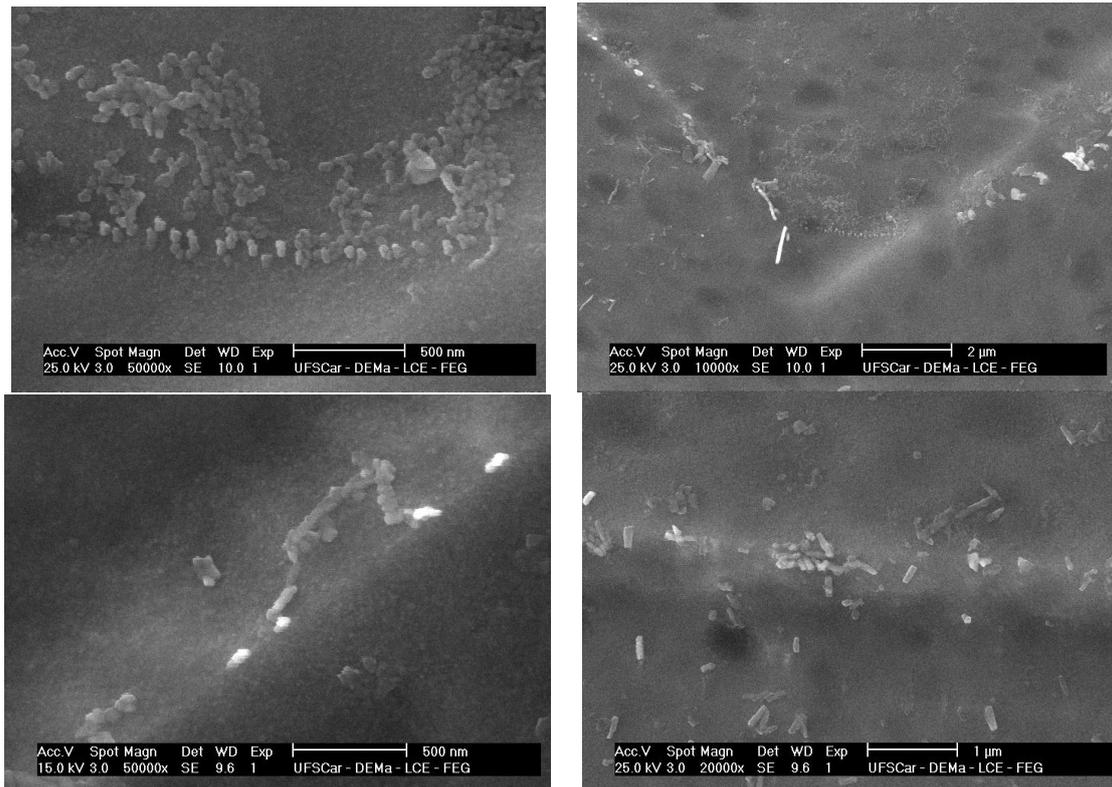


Figura 7. Partículas de precipitados interagindo com a matriz e os contornos grão do aço ISO 5832-9.

A cinética de precipitação pôde ser estimada do início até o fim correspondente à região de patamar nas curvas de relaxação de tensão, Fig. 5. O tempo de início de e fim de precipitação observado a partir dos patamares foi validado por análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV), Fig. 7, 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.

Apesar da evidência da precipitação encontrada, ainda não foi possível identificar os tipos de precipitados finos (menores que 20 nm) que são efetivos em atrasar a recristalização por interação com as discordâncias, que provavelmente pode ser realizado por microscopia eletrônica de transmissão (MET). Além disso, apesar do ensaio ter sido obtido com aplicação de deformação, ele é praticamente realizado no equilíbrio. Em condições normais, onde a temperatura e a taxa de deformação são maiores a posição do nariz pode variar e, provavelmente decrescer com a taxa de resfriamento, isso se for considerado deformações maiores que pode acelerar a precipitação no início da curva. Mas nestas condições o que se observa é que são necessários no mínimo 120 s para iniciar a precipitação. Este fato é inconsistente com o comportamento das curvas de escoamento plástico obtidas nos ensaios de torção isotérmico contínuo e com o atraso observado na recristalização dinâmica, onde se espera que a precipitação já ocorra no início da deformação para que seus efeitos sejam tão pronunciados como observados.

4 CONCLUSÃO

- O comportamento do aço inoxidável austenítico ISO 5832-9 no intervalo de 900 - 1200 °C a $0,01 - 10 \text{ s}^{-1}$ foi conduzido utilizando as técnicas que incluem ensaios de torção a quente isotérmico contínuo e ensaios de relaxação de tensão. Os principais

resultados alcançados por observações mecânicas e microestruturais 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 dinâmica (DRX) são retardados pela alta taxa de encruamento e recuperação dinâmica favorecida com a redução na temperatura e aumenta da taxa de deformação;
- Os dados experimentais, para o aço ISO 5832-9, são ajustáveis pela função do seno hiperbólico com as constantes n , α e Q_{def} , determinadas satisfatoriamente. O método aplicado para o cálculo mostrou-se adequado para a determinação destes parâmetros. Os valores médios destes valores são aproximadamente 4,51, 0,011 e 587 kJ/mol, respectivamente; Equações constitutivas, a partir do parâmetro de Zener - Hollomon (Z) prediz a cinética de recristalização dinâmica em concordância com as características microestruturais com alta energia de ativação como reflexo da resistência mecânica do material sob trabalhabilidade a quente;
- A correlação mecânica e microestrutural do aço ISO 5832-9 segundo as condições de deformação: (i) Elevado Z há predominância dos mecanismos de encruamento e DRV, caracterizado por uma estrutura de grãos alongados em forma de 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.

REFERÊNCIAS

- 1 Gotman, I. Characteristics of Metals Used in Implants. *Journal of Endurology*, v.11, n.6, p.383-389, 1997.
- 2 Navarro, M.; Michiardi, A.; Castaño, O.; E Planell, J.A. Biomaterials in Orthopaedics. *Journal of the Royal Society Interface*. v. 5, p. 1137-1158, 2008.
- 3 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.
- 4 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.
- 5 Sokei, C. R. Caracterização microestrutural e mecânica do aço inoxidável ISO 5832-9 utilizado na fabricação de implantes ortopédicos. (Tese de Doutorado), 2003.
- 6 Giordani E.J.; Jorge Junior, A.M.; Balancin. O. Evidence of strain-induced precipitation on a Nb and N-Bearing austenitic stainless steel biomaterial. *Mater. Sci. Forum*, v. 500-501, p. 179-186, 2005.
- 7 Gavriiljuk, V. G. Nitrogen in iron and steel. *ISIJ International*. v.36, n.7, p.738-745, 1996.
- 8 Humphreys, F.J.; Hatherly, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, Oxford, 1995.
- 9 International Organization for Standardization (ISO) 5832-9; Implants for surgery – Metallic materials – Part 9: Wrought high nitrogen stainless steel. Switzerland, 4p, 1992.

- 10 Sellars, C.M. E Davies, G.J. Hot Working and forming processes, The Metals Society, London, p. 3, 1980.
- 11 RYAN, N.D. E Mcqueen, H.J. Flow stress, dynamic restoration, strain hardening and ductility in hot working of 316 steel. Journal of Materials Processing Technology. Volume 21, Issue 2, p.177-199, 1990.
- 12 McQueen, H.J. E RYAN, N.D. Constitutive analyze in hot working. Materials Science and Engineering A 322, p.43-63, 2002.
- 13 Sakai, T. E Jonas, J.J. Dynamic Recrystallization: Mechanical and Microstructural Consideration. Acta Metallurgica. v. 32, p. 198-209, 1984.
- 14 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.
- 15 Dehghan-Mansshadi, A.; Beladi, H.; Barnett, M.R.; Hodgson, P.D. Hot Deformation and recrystallization of Austenitic Steinless Steel: Part I. Dynamic Recrystallization. Materials Science and Engineering A. Volume 39A. 1359, 2008.
- 16 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 Austeniti Satinless Stell Biomaterial. Scripta Materialia 55, p. 743-746, 2006.
- 17 Diao, Z.; Luo, H.; Wang, R.; Xiang, J. Constitutive Analysis of Stress-Strain Curves of a High-Nitrogen Austenitic Stainless Steel. Proceedines of Sine-Swedish Structural Materials Svmposium, 2007.
- 18 Najafizadeh, A. E Jonas, J.J. Predicting the Critical Stress for Initiation of Dynamic Recrystallization. ISIJ International, v. 46, No. 11, p. 1679–1684, 2006.
- 19 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
- 20 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.
- 21 Uvira, J.L. E Jonas, J.J. Hot Compression of Armco Iron and Silicon Steel. Transactions of the metallurgical society of aime, volume 242, 1619. 1968.
- 22 Hughes, H. Complex Nitride in Cr-Ni-Nb steels. Journal de the iron and steel institute, p. 775, 1967.
- 23 Jack, D.H. E Jack, K.H. Invited review: Carbides and Nitrides in Steel. Materials Science and Engineering. v.11, p.1-27, 1973.
- 24 Robinson, P.W. E Jack, D.H. Precipitation of z-phase in a high-nitrogen stainless steel. Journal of Heat Treating. v.4. No. 1, p. 69-74, 1985.
- 25 Mataya, M.C.; Perkins, C.A.; Thompson, S.W. E Matlock, D.K. Flow Stress and Microstructural Evolution During Hot Working of Alloy 22Cr-13Ni-5Mn-0,3N Austenitic Stainless Steel. Metallurgical and materials transactions A, v. 27A, 1251, 1996.
- 26 Liu, W.J. E Jonas, J.J. A Stress Relaxation Method for Following Carbonitrite Precipitation in Austenite at Hot Working Temperatures. Metallurgical transactions A, v. 19A, p.1403, 1988.
- 27 Liu, W.J. E Jonas, J.J. Ti(CN) Precipitation in Microalloyed Austenite during Stress Relaxation. Metallurgical transactions A, v. 19A, p.1415, 1988.
- 28 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.